

Gıda Analizlerinde Sıvı Kromatografi

Murat BALKAN
Kim. Yük. Müh.
Kurt ve Kurt Sıvı
Kromatograf Laboratuvarı
ANKARA

1. Meşrubatların Süratli ve Hassas Analizleri
Meşrubatların analizleri, genellikle uzun süre ile örnek hazırlamayı gerektiren, çoğu zaman kantitatif sonuçların alınması çok zor olan analizlerdir.

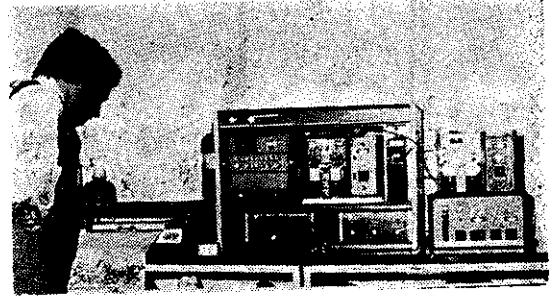
Günümüzde, Yüksek basınçlı Sıvı Kromatografi tekniği ile meşrubatlarda bulunan koruyucu ve katkı maddelerinin, esansların, boyar maddelerin analizleri kolaylıkla, çok kısa zamanda yapılabilir.

Sıvı Kromatograf cihazının analiz olanakları gaz kromatografisinden daha fazla olup, örnek hazırlamada kolaylık sağlar. Gaz kromatografisinde örneğin su fazından, kolay ve uçucu olan organik bir çözücü fazına geçirilmesi gerekmekte, yüksek molekül ağırlıklı (uçucu olmayan) yağların ve esterlerin analizinin yapılması mümkün olmamaktadır öte yandan sıvı kromatograf hem uçucu olan küçük molekül ağırlıklı maddelerin aynı kolaylıkla analizini sağlar. Bu nedenle sıvı kromatografi günümüzde güvenilen ve tercih edilen bir analiz yöntemidir.

Bütün bunların yanında sıvı kromatograf ile meşrubatların analizlerinde, örnek hazırlamada süzme ve gazdan artırmadan başka bir işlem gerekmemektedir. Bu ise zamandan ekonomi sağlamaktadır.

2. Koruyucu ve Katkı Maddelerinin Analizleri

Meşrubatların içine ilave edilen koruyucu ve katkı maddelerinin etiketlerinde belirtilen ve arzu edilen miktarlarda olabilmesi için devamlı kalite kontrol analizi gerekmektedir. Meşrubatların çoğunda bulunan sakkarin,



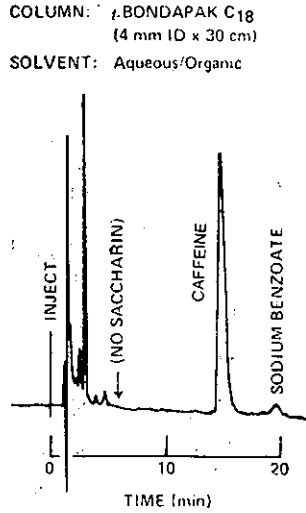
Şekil 1 : Sıvı kromatografi aygıtı

sodyum benzoat ve kafeinin spektrofotometrik yaş kimyasal analizleri genellikle uzun olup herbiri için ayrı ayrı analiz yöntemleri gerekmektedir. Meşrubatlardaki bu maddelerin kantitatif analizleri kolaylıkla, 10 u çapında non-polar bir kimyasal madde ile kaplı u-Bondapak C₁₈ olarak adlandırılan kolon ile tekrarlanabilir duyarlılıkla yapılabilir. (Şekil 2) kola içindeki sakkarin, sodyum benzoat ve kafeinin analizini göstermektedir. (Şekil 3) ise domates suyuna koruyucu madde olarak ilave edilen benzoik asid ve sorbik asitin u-Bondapak C₁₈ Kolonu ile analizini göstermektedir. Örnek hazırlaması, sadece domates suyunun 0.45 mikronluk bir filitreden süzülmesini kapsamakta ve sıvı kromatograf cihazında analizi 10 dakika sürmektedir.

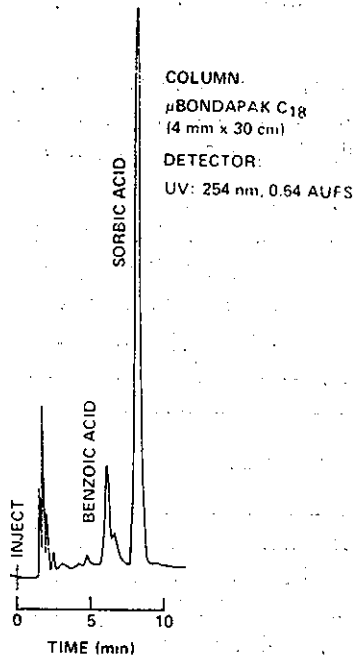
3. Tatlandırıcılar

Meşrubatlara koku vermesi, sterilizasyon ve sakkaroz envertasyonu için her imalatçı firma kendine göre değişiklik asidik maddeler ilave etmektedirler. Bu nedenle hem imalatçı firmaların üretimlerinin kalite kontrol

analizlerini, hem de rakip firma imalatlarının kontrollerinin sıvı kromatografisi ile analizleri en süratli ve hassas metod olarak kabul edilmektedir. Aynı analiz gaz kromatograf ile de yapılabilmekte ise de uzun



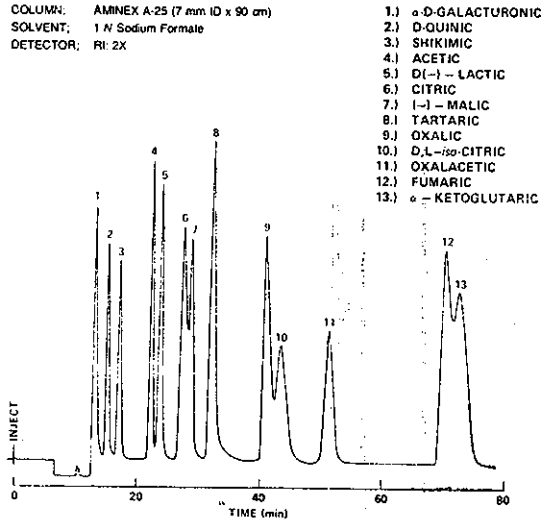
Şekil 2 : Normal Kola analizi



Şekil 3 : Domates suyundaki katkı maddelerinden benzoik ve Sorbik asit analizi.

örnek hazırlama safhası gerektirme, bazı yüksek molekül ağırlıklı asitleri analizinde problemler doğurmaktadır.

Palmer ve List, Waters Sıvı Kromatograf cihazını kullanarak kolay ve süratli bir analiz metodu geliştirmişlerdir. Bu yöntemde örnek, bir önkolondan geçirilerek su ile yıkandığında analizi yapılması istenen asidik maddeler şeker ve yüksek molekül ağırlıklı maddelerden ayrılmakta, başka bir çözücü ile ön kolon yıkadığında ön ayırma tabii tutulan bu maddeler yüksek basınçlı sıvı kromatografte kolaylıkla analiz edilmektedir (Şekil 4). Bu yöntem diğer bir faydası da ppm mertebesinde olan asidik maddelerin konsantrasyonunun yönetiminin artırılması ve bu maddelerin analizidir. Aynı yöntem ile, büyük bir kolaylıkla kola ve meyve sularının analizleri mümkündür. Şekil 5'de meyve sularındaki sitrik, laktik ve tartarik asit analizleri görülmektedir.



Şekil 4 : Organik asitlerin analizleri

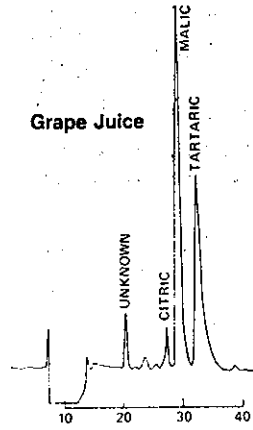
4. Karbonhidrat Analizleri

Birçok meşrubatlarda, ve hafif içkilerde sakkaroz yerine glukoz kullanılmaktadır. Glukoz miktarı hem rakip firmaları, hem de gıda kalite kontrol laboratuvarlarını yakinen ilgilendirmektedir. Karbonhidratların analizi

için Waters Associates firması özel olarak «Carbohydrate» analiz kolonunu geliştirmiştir. Waters sıvı kromatografi cihazı ile bu özel «Carbohydrate» kolonu ile meşrubat

lardaki karbonhidrat analizi örnek ön hazırlamasına ihtiyaç göstermeden birkaç dakika içinde yapılabilir (Şekil 6).

COLUMN: AMINEX A-25 (7 mm ID x 90 cm)
SOLVENT: 1 N Sodium Formate
DETECTOR: RI: 2X

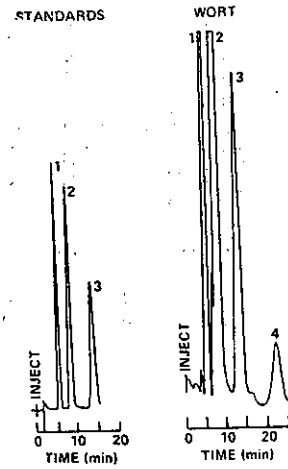


Şekil 5 : Meyve Suyu analizleri

1. DEXTROSE
2. MALTOSE
3. MALTOTRIOSE
4. MALTOTETROSE

COLUMN: Carbohydrate Analysis
(4 mm x 30 cm)

DETECTOR: RI: 8X



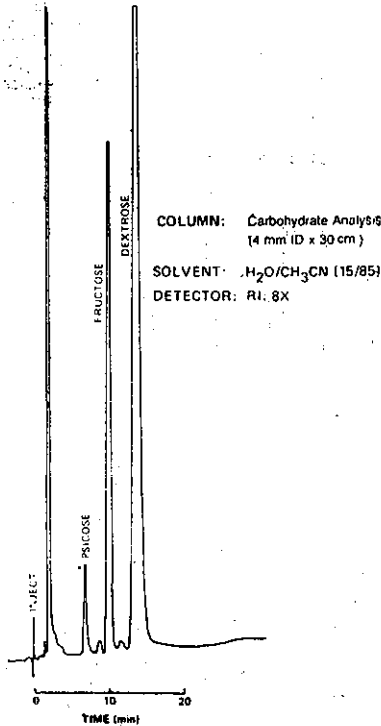
Şekil 7 : Biracılık sırasında bulunan bazı şekerlerin standart ile mukayesesi.

Biracılık sırasında bulunan nişasta parçalanma ürünlerinin analizi 15 dakikada büyük bir hassasiyetle yapılabilir. (Şekil 7).

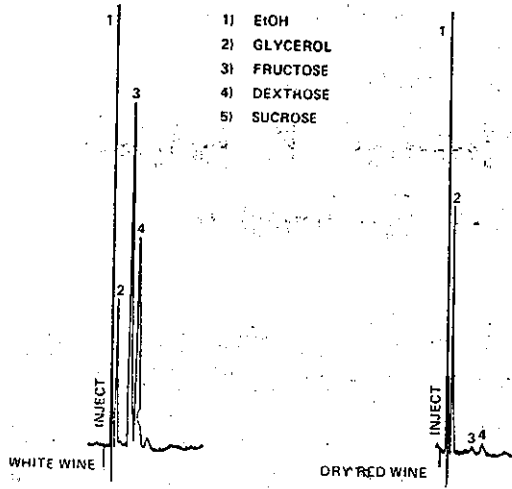
Şaraptaki alkol miktarı ve şarabın kuruluk derecesini belirten fruktoz ve dekstroz miktarı kolayca «Waters Carbohydrate» kolonu ihtiva eden Waters sıvı kromatograf cihazı ile ölçülebilir veya şaraplar arasında mukayese yapılabilir. (Şekil 8) de iki şarabın mukayesesi görülmektedir.

5. Boyaların Analizleri

Meşrubatlara renk veren tabii veya suni boyaların miktar ve kaliteleri hem imalatçı firmaları hem de gıda kalite kontrol laboratuvarlarını yakından ilgilendirmektedir (Şekil 9)'da 4 boya karışımının Waters sıvı kromatograf cihazı ile analizini göstermektedir.

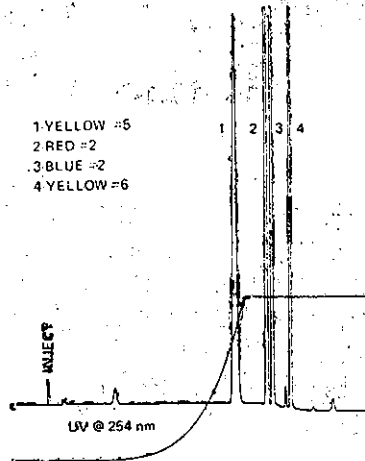


Şekil 6 : Fruktoz ve dekstroz analizi



Şekil 8 : İki şarap numunesinin kuruluk mukayesesi

COLUMN: μ BONDAPAK C18
 SOLVENT: A) Phosphate Buffer
 B) CH₃OH
 5% B \rightarrow 40% B Curve 10
 Model 660 Programmer for 20 min
 DETECTOR: UV: 0.64 AUFS



Şekil 9 : Boya analizleri

6. Fenolik Asitler

Çeşitli içki ve meyve sularındaki fenolik asitler hem tat hemde kokuları dolayısı ile önem taşımaktadırlar. Son zamanlarda Washington Üniversitesi Gıda Bilimleri ve Teknolojisi bölümünden Larry Wulf'un geliştirdiği bir teknoloji ile (Şekil 10) da görüldüğü

gibi fenolik asitlerin analizleri Waters Sıvı Kromatografi cihazı ile kolaylıkla yapılabilir. Bu metoda göre şarabın önce pH'ı 2'ye kadar düşürülmekte ve etil asetat ile ekstrakte edildikten sonra sıvı kromatograf cihazına enjekte edilmektedir.

Şekil 10 : Üzüm suyunda ve şarapta bulunan fenolik asitlerin sıvı kromatograf cihazındaki analizi

