

## SİĞİR İÇYAĞINA KARIŞTIRILAN DOMUZ YAĞININ GAZ KROMATOĞRAFİSİ İLE SAPTANMASI\*

### DETERMINATION OF LARD IN ADULTERATED BEEF TALLOW BY GAS CHROMATOGRAPHY

İssa JAVIDIPOUR<sup>1</sup>, Aziz TEKİN<sup>2</sup>, Gürol ERGİN<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Hacettepe Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Beytepe, ANKARA

<sup>2</sup>Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, ANKARA

**ÖZET:** Türkiye'ye her yıl gıda, kozmetik, eczacılık, tekstil ve birçok kimya sanayii dalında kullanılmak üzere önemli miktarlarda hayvansal yağ ithal edilmektedir. Ancak ithal edilen veya yurt içinde üretilen hayvansal yağların saflığı hakkında bilgi edinmemizi sağlayan herhangi bir yöntem bulunmamaktadır. Bu eksikliği belli ölçüde gidermek üzere siğir içyağının domuz yağı ile değişik oranlarda hazırlanan karışımlarına gaz-kromatografisi yöntemi uygulayarak, domuz yağı oranı artışıyla genel ve 2-yerleşimli yağ asitleri oranlarındaki değişiklikler araştırılmıştır. Çalışma sonuçları gaz kromatografisine dayalı bir yöntemin siğir içyağının domuz yağı ile katkılı olup olmadığının belirlenmesinde kullanılabilirliğini göstermektedir.

**ABSTRACT:** Each year a large amount of animal fats have been imported to Turkey in order to be used in food, cosmetic, textile, detergent, pharmaceutical and other chemical industries. However there is not any method to determine the purity of the animal fats which are either imported or produced locally. Thus the present study has been planned to overcome this deficiency. For this purpose, pure beef tallow and mixtures of beef tallow with various ratios of lard have been analysed by gaschromatographic (GC) method. The changes in general and 2-position fatty acids have been studied in relation to the increase in lard content. The results show that a method based on GC can be applied for determination of lard in the beef tallow.

#### GİRİŞ

Hayvansal yağların ülke çapındaki talep ve üretim miktarları göz önünde bulundurulduğu takdirde talep ile üretim arasında büyük bir açığın var olduğu anlaşılmaktadır. Bu açığı kapatmak ancak dışarıdan kaliteli hayvansal yağ ithal edilmek suretiyle mümkün olmaktadır. Türk toplumunun dinsel inançları gereği (çok sınırlı bir çevre dışında) ülkemizde çeşitli et ürünleri üretiminde domuz yağı kullanılmamakta, bu ürünlerin alıcısı durumunda olan müslüman ülkeler ise, bu ürünlerin bileşiminde domuz eti ve yağının bulunmadığının belirtilmesini istemektedirler. Yaptığımız literatür çalışmaları Türkiye'de şimdiye kadar çeşitli hayvansal yağlarda domuz yağının aranması için bir çalışma dışında (JAVIDIPOUR ve ERGİN, 1994) hiçbir kapsamlı çalışmanın yapılmadığını göstermektedir. Hayvansal yağların ve özellikle siğir ve domuz yağlarının yağ asidi bileşimleri birbirlerine oldukça yakın olduğundan ve domuz yağının yağ asidi bileşimi hayvanın rasyonuna bağlı olarak önemli ölçüde değiştiğinden, bileşimlerine bakarak bu yağların herhangi birisinin diğerinde bulunup bulunmadığı ya da hangi oranlarda bulunduğu saptanması oldukça güçtür. Son yıllarda yağlardaki bazı yağ asitlerinin birbirlerine oranından veya palmitik asit zenginleştirme faktörü (%monogliseritteki palmitik asit / % trigliseritteki palmitik asit), doymamışlık oranı (% doymamış yağ asitleri / % doymuş yağ asitleri), % 2-monogliseritteki palmitik asit (2-MG-Pal.) ve C16:0/18:0 gibi oranlardan yararlanarak bu yağların katkılı olup olmadığının belirlenmesini amaçlayan çalışmalar yapılmaktadır.

#### MATERYAL ve METOT

##### Materyal

Araştırmada materyal olarak A.B.D.'den getirilmiş olan ve antioksidan olarak BHA, propil gallat ve sitrik asit içeren Hormol marka domuz yağı ile hidrojene domuz yağı karışımı, Ankara'da et ürünleri üreten bir özel firmanın kesimhanesinden sağlanan taze siğir gömlek ve böbrek üstü yağları ve İstanbul'dan sağlanan saf işlem görmemiş sırt bölgesine ait domuz yağı kullanılmıştır.

\* Bu çalışma Hacettepe Üniversitesi Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir (Proje No: 93,01.010.009)

### Metot

Bu çalışmada materyal olarak alınan sığır içyağına %10, 20, 40, 60, 80 ve 90 oranlarda domuz yağı katılarak hazırlanan karışımlarda genel ve 2-yerleşimli yağ asitlerini belirlemek üzere gaz- kromatografisi (CHRISTIE, 1973; LITCHFIELD, 1972) uygulanmıştır. İncelenen örneklerin yağ asitleri ve oranlarının domuz yağı oranı ile ilişkisini saptamada korelasyon katsayıları ve regresyon denklemleri hesaplanarak sonuçların istatistiksel değerlendirilmesi gerçekleştirilmiştir (KUTSAL ve MULUK, 1978).

### ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Sığır içyağı ve domuz yağının yağ asidi bileşimlerinin özellikle doymuş asitler açısından birbirine benzediği Çizelge 1'deki verilerden anlaşılmaktadır. Ancak sığır içyağındaki belli bazı yağ asitlerinin domuz yağı oranı artışı ile belirgin bir şekilde değişmesi de dikkat çekmektedir. Sığır içyağındaki domuz yağı oranının artmasıyla miristik, palmitoleik ve stearik asit miktarında azalma meydana gelirken, oleik ve linoleik asit oranlarında artış gözlenmektedir. Bu da domuz yağının daha çok doymamış yağ asidi içermesi nedeniyle beklenen bir sonuçtur. Yapılan istatistiksel analizler sığır içyağındaki miristik, stearik ve oleik asidin domuz yağı oranı artışı ile doğrusal bir ilişki içinde olduğunu göstermektedir. Sığır içyağındaki domuz yağı oranı artışı ile miristik asit, stearik asit ve oleik asit arasındaki korelasyon katsayılarının sırasıyla 0.997, 0.988 ve 0.9407 ( $P<0.05$ ) çıkması bu doğrusal ilişki hakkında bilgi vermektedir. Ancak yağ asitleri oranlarının saf örneklerdeki değerlerinin birbirinden önemli ölçüde farklılık göstermemesi ve bunlara ek olarak hayvansal yağların yağ asidi bileşimlerinin birçok etmene bağlı olarak geniş bir aralık içerisinde değişkenlik gösterebilmesi nedeniyle yağ asitleri oranına bakarak karışımdaki domuz yağı oranını belirlemek mümkün olmamaktadır. Bu nedenle birçok yağ asidini kapsamına alan bazı oranların kullanılmasının olası hataları azaltılabileceği ileri sürülmektedir. Bu amaçla sonuçların değerlendirilmesinde doymamışlık, oranı C16:0/C18:0 oranı, palmitik asit zenginleştirme faktörü (P.Z.F.) ve %2-yerleşimli monogliseridlerdeki palmitik asit gibi değerler de göz önünde bulundurulmaktadır. Linoleik asit oranı ve (%) 2-yerleşimli doymamış yağ asitlerinin (%) trigliseritteki doymamış yağ asitlerine oranının sığır içyağı ile domuz yağının saflığı hakkında bilgi edinilmesine yarayan en önemli kriterlerden ikisi olduğu da çeşitli araştırmacılar tarafından ileri sürülmektedir. Özellikle saf haldeki sığır ve domuz yağlarının linoleik asit içeriklerinin birbirinden oldukça farklı olması linoleik asit içeriğine dayalı bir yöntemin geliştirilmesini gündeme getirmiştir. Sığır içyağı ile domuz yağı karışımlarında domuz yağı oranı artışı ile doymamışlık oranında önemli bir artış kaydedilmektedir. Bu iki değişken arasındaki ilişkinin yakınlığı korelasyon katsayısının yüksek çıkması ( $R^2=0.979$ ,  $P<0.05$ ) ile belirtilmektedir. İstatistiksel analizler, doymamışlık oranı sözü konusu olduğunda domuz yağı oranının  $y=0.0054 X + 0.6363$  regresyon denklemi ile hesaplanabileceğini göstermektedir. C16:0/C18:0 oranı da domuz yağı miktarının artması ile belirgin bir artış göstermektedir. Domuz yağı oranı ile C16:0/C18:0 oranı arasında korelasyon katsayısının  $P<0.05$  düzeyinde önemli çıkması ( $R^2=0.948$ ), bu oranın domuz yağı miktarına ne düzeyde bağlı olduğunu göstergesidir. C16:0/C18:0 oranına bağlı olarak domuz yağı miktarının tahmininde  $y=0.007 X + 0.7158$  regresyon denkleminin kullanılabileceği istatistiksel analizler sonucu hesaplanmıştır. Bunlara ek olarak C18:0/C18:2 oranının da sığır içyağındaki domuz yağının varlığının saptanmasında kullanılabileceği görülmüştür (MAGOLI ve ark., 1979). Palmitik asit zenginleştirme faktörü ve monogliseritteki palmitik asit oranlarının da domuz yağı oranının artmasıyla doğrusal ilişkide oldukları belirlenmiştir. Bu iki oran ile domuz yağı oranı artışı arasındaki korelasyon katsayısının ( $P<0.05$ ) sırasıyla 0.923 ve 0.918 çıkması bu ilişkinin yakınlığını göstermektedir. Palmitik asit zenginleştirme faktörüne bağlı olarak domuz yağı oranı  $y=0.0197 X + 0.7506$  regresyon denklemi ile tahmin edilirken, 2-yerleşimdeki monogliseritteki palmitik asit oranı esas alındığında, domuz yağı oranı  $y=0.5266 X + 18.174$  regresyon denkleminin kullanılması ile tahmin edilebilir. Çizelge 1'deki verilerin YOUSSEF ve RASHWAN (1987), YOUSSEF ve ark. (1987), RASHWAN ve YOUSSEF (1989), ABDELFAH (1970, 1974) ve RASHWAN (1986)'in yaptıkları çalışmalarda elde edilen sonuçlarla uyum içinde oldukları görülmektedir.

Çizelge 1. Sığır İyçağı + Domuz Yağı Karışımlarının Yağ Asidi Bileşimleri (% metil ester)<sup>1</sup>

	%100S	%90S + %10D	%80S+ %20D	%60S+ %40D	%40S+ %60D	%20S+ %80D	%10S+ %90D	%100D
Miristik asit	3.08	2.86	2.72	2.44	2.11	1.84	1.71	1.47
Palmitik asit	25.1	24.7	25.6	24.4	25.7	25.8	26.0	26.3
Palmitoleik asit	3.12	3.00	3.05	3.12	3.94	3.10	2.54	2.47
Stearik asit	32.4	30.9	29.3	25.9	24.9	20.8	18.4	17.7
Oleik asit	34.3	35.4	36.0	38.1	37.3	40.4	41.7	42.5
Linoleik asit	1.91	2.64	3.37	4.83	5.88	7.42	8.37	9.32
% Doym. / % Doy. <sup>2</sup>	0.65	0.70	0.74	0.87	0.90	1.05	1.14	1.20
C16:0/C18:0	0.77	0.80	0.87	0.94	1.03	1.24	1.41	1.48
C18:0/C18:2	17:0	11.7	8.70	5.37	4.22	2.80	2.20	1.89
P.Z.F. <sup>3</sup>	0.80	0.88	1.37	1.51	1.70	1.97	2.74	2.94
(%) 2-MG-Pal. <sup>4</sup>	20.0	21.8	34.9	36.7	43.7	50.7	71.2	77.1

<sup>1</sup>Veriler üç ölçümün ortalamasıdır.

<sup>2</sup>% Doym. / % Doy. = Doymamış yağ asitleri/Doymuş yağ asitleri

<sup>3</sup>Palmitik Asit Zenginleştirme Faktörü

<sup>4</sup>(%) 2-MG-Pal. = (%) 2-Monogliseritteki palmitik asit

palmitik asidin önemli bir bölümünün 2-yerleşime bağlandığıdır. Bu özellikten yararlanarak domuz yağının diğer hayvansal yağlarda varlığının saptanmasına çalışılmıştır. Çizelge 2'deki değerler, sığır iyçağı + domuz yağı karışımlarında domuz yağı oranı artışı ile 2-yerleşimdeki bazı yağ asitlerinin niteliği ve niceliği hakkında bilgi vermektedir.

Çizelge 2. Sığır İyçağı + Domuz Yağı Karışımlarının 2- Yerleşimli Bazı Yağ Asitlerinin Oranları (% metil ester)

	%100S	%90S+ %10D	%80S+ %20D	%60S+ %40D	%40S+ %60D	%20S+ %80D	%10S %90D	%100D
Palmitik asit <sup>1</sup>	20.6	25.8	34.9	36.7	43.7	50.6	71.2	77.1
Stearik asit <sup>2</sup>	18.1	15.2	11.6	9.17	7.62	5.74	2.86	1.98
Oleik asit <sup>3</sup>	46.8	44.02	43.6	40.1	31.2	17.8	15.7	13.6
C16:0/C18:0 <sup>4</sup>	1.14	1.70	3.02	4.00	5.74	8.83	24.9	38.9
C16:0/C18:1 <sup>5</sup>	0.44	0.59	0.80	0.91	1.40	2.84	4.54	5.69

$${}^1R^2=0.9447 \quad y=8.0533x+8.8368 \quad {}^4R^2=0.7306 \quad y=4.7541x-10.369$$

$${}^2R^2=0.9807 \quad y=-2.3045x+19.399 \quad {}^5R^2=0.8473 \quad y=0.7517x-1.2307$$

$${}^3R^2=0.9216 \quad y=-5.4864x+56.285$$

belirgin şekilde ayıran palmitik asidin 2-yerleşime bağlanma oranında önemli bir artış olmaktadır (SOLIMAN and YOUNES, 1986; COLEMAN and FULTON, 1961). Palmitoleik ve linoleik asitlerin içeriğinde önemli ve düzenli bir değişiklik olmamakta; miristik asit oranında ise domuz yağı oranı artışı ile azalma meydana gelmektedir. Yapılan istatistiksel analizler palmitoleik asit ve linoleik asit dışında 2-yerleşimli diğer yağ asitlerinin domuz yağı oranı artışı ile doğrusal bir ilişki içinde olduğunu göstermektedir. Domuz yağı oranı artışı ile 2-yerleşimli monogliseridlerdeki C16:0/C18:0 ve C16:0/C18:1 oranında düzenli bir artış saptanmaktadır. VERBEKE ve BRADANDER (1979)'in yaptıkları bir çalışmada elde edilen sonuçlarla uyum içinde olan bu değerlerin, özellikle palmitik asit ve oleik asidin 2-yerleşime bağlanma oranı ve 2- yerleşimli monogliseridlerdeki C16:0/C18:0 oranının domuz yağının sığır iyçağında saptanması için kullanılabileceğini göstermektedir. Domuz yağı oranı

Hayvansal yağların yağ asidi bileşiminin hayvanın türü, ırkı, cinsiyeti, yaşı, vücut bölgesi ve rasyonu gibi etmenlere bağlı olarak önemli ölçüde değişmesinden dolayı bu yağların içerdikleri trigliseridlerin yağ asidi dağılımı değişkenlik göstermektedir. Ancak bilinen önemli bir konu, diğer hayvansal yağların aksine domuz yağı içerisindeki

Sığır iyçağı ile domuz yağı karışımlarının 2-yerleşimli yağ asitleri bileşimini veren Çizelge 2'deki verilerden anlaşıldığı gibi domuz yağı oranı artışı ile 2- yerleşimdeki stearik ve oleik asit oranlarında azalma meydana gelirken, domuz yağının diğer hayvansal yağlardan

ile 2-yerleşimli monogliseridlerdeki palmitik asit, stearik asit ve oleik asit oranları arasındaki korelasyon katsayısının  $P < 0.05$  düzeyinde önemli çıkması bu yağ asitleri oranları ile domuz yağı oranı arasındaki ilişkinin yakınlığını ortaya koymaktadır. Yapılan istatistiksel analizler domuz yağı oranı artışı ile 2-yerleşimdeki monogliseridlerdeki C16:0/C18:0 ve C16:0/C18:1 oranları arasında da  $P < 0.05$  düzeyinde doğrusal bir ilişkinin varlığını göstermektedir. Ancak C16:0/C18:0 değerinin sığır içyağındaki domuz yağı oranının %80'i aşmasıyla 8.83'den 24.9'e yükselmesi korelasyon katsayısının düşmesine neden olmuştur. Sığır içyağı ile domuz yağı karışımlarının 2-yerleşimli yağ asitlerinin analizinde elde edilen sonuçların değerlendirilmesi, palmitik asit, oleik asit ve C16:0/C18:0'in saf örneklerdeki değerlerinin birbirinden önemli düzeyde farklı olmasının bu değerlerin sığır içyağına karıştırılan domuz yağının saptanmasında etkili bir şekilde kullanılabileceğini ortaya koymaktadır.

Bu çalışmada elde edilen sonuçların HILDITCH ve WILLIAMS, (1964); YOUSSEF ve RASHWAN, (1987); VERBEKE ve BRABANDER, (1979); YOUSSEF ve RASHWAN, (1989); RASHWAN ve YOUSSEF, (1989) tarafından elde edilen sonuçlarla uyum içinde oldukları görülmektedir.

Bu sonuçlara göre, genel ve 2-yerleşimli yağ asidi analizleri uygulandığı sığır içyağı örneğinde stearik asit oranı %30'da düşük, oleik ve linoleik asit oranları ise sırasıyla %35 ve %2.5'den büyük olması durumunda domuz yağı varlığından kuşku duyulabilir. Ayrıca analiz edilen sığır içyağı örneğinde doymamışlık, C16:0/C18:0, P.Z.F. ve 2-MG-Pal. oranlarının sırasıyla 0.70, 0.80, 0.90 ve 22'den büyük, C18:0/C18:2 oranının ise 12'den düşük olması domuz yağı varlığını gösterebilir. 2-yerleşimli analiz sonuçlarında ise palmitik asit oranı %25'den büyük, stearik asit ve oleik asit oranlarının sırasıyla %17 ve %44'den düşük olması, ayrıca 2-yerleşimdeki C16:0/C18:0 ve C16:0/C18:1 oranlarının sırasıyla 1.7 ve 0.6'den büyük olması da domuz yağı varlığının göstergesi olabilir.

Sonuç olarak, hayvansal yağların saflığının belirlenmesi söz konusu olduğu durumlarda genel ve 2-yerleşimli yağ asitlerinin belirlenmesine dayalı bir yöntemin uygulanması önerilmektedir. Bununla birlikte bu yöntem daha da geliştirilerek, gerektiğinde ilgili kuruluşlar tarafından özellikle ithal edilen hayvansal yağlara ve ticari güvenilirliğin daha da pekiştirilmesi için müslüman ülkelere ihrac edilen yağ içerikli gıda maddelerine uygulanmasının yararlı olabileceği düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

- ABDELFAH, E.L., 1970, Detection and determination of pig's fat in other animal fats, M. Sc. Thesis, Faculty of Pharmacy, Cairo, University, Cairo, Egypt.
- ABDELFAH, E.L., 1974, Analysis study of some food and pharmaceutical lipids products, Ph. D. Thesis, Faculty of Pharmacy, Cairo, University, Cairo, Egypt.
- ABOU-ARAB, A.A., 1980, Identification of the sort of fats and oils in different foods, M.Sc. Thesis, Food Science Dept., Faculty of Agric. Ain Shams University.
- BRACCO, U., WINTER, H., 1976, Analytical characterisation of mixed animal fats, *Revue Francaise des Corps Grass*, 23, 2, p:87-93.
- BRECKENRIDGE, W.C., KUKSIS, A., 1968, Specific distribution of short-chain fatty acids in molecular distillates of bovine milk fat, *Journal of Lipid Research*, 9, p. 388-393.
- CARISANO, A., RIVA, M., 1976, Chromatographic method for detecting adulteration of butter, *Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, 53, 11, p: 297-300.
- CHRISTIE, W.W., 1973, *Lipid Analysis*, Pergamon Press, London, p: 88.
- COLEMAN, M.H., FULTON, W.C., 1961, *Enzymes and Lipid Metabolism*, P. Desmuelled, Pergamon Press, England, p:127.
- FARAG, R.S., ABD-EL-SAMAD, A., EL-RAFEY, H.H.A., 1980, Detection of lard and shortening adulteration in pure buffalo and cow ghee, *Research Bulletin, Faculty of Agriculture, Ain Shams University*, 1283, p p.23.
- HILDITCH, T.P., WILLIAMS, P.N., 1964, *The Chemical Constitution of Natural Fats*, Spottiswoode, Ballantyne & Co. Ltd. London & Colchester, p: 369, 387, 406.
- JAVIDIPOUR, I., ERGİN, G., 1994, Sığır içyağlarına karıştırılan domuz yağının saptanması, *Tarın ve Mühendislik*, 47, p: 30-34.
- KUTSAL A., MULUK, Z., 1978, *Uygulamalı Temel İstatistik*, H.Ü. Fen Fakültesi Basımevi, Beytepe, s: 237.
- LITCHFIELD, C., 1972, *Analysis of Triglycerides*, Academic Press, New York, p:175.
- MAGOLI, E.S.B., MORAD, M., M.; ROUSHDI, M., 1979, Evaluation of some Egyptian animal fats and their use in shortenings, *Fette Seifen Anstrichmittel*, 81, 6, p: 244-245.

- RASHWAN, M., R.A., 1986, Studies on the detection and evaluation of lard in some food products, Ph. D. Thesis, Faculty of Agric., Assiut Univ. Egypt.
- RASHWAN, M.R.A., YOUSSEF, M.K.E., 1989, Detection and evaluation of lard adulteration in pure goat and mutton tallow, Proceedings, International Congress of Meat Science and Technology, 35 II, p: 542-548.
- SOLIMAN, M.M.A., YOUNES, N.A., 1986, Adulterated butterfat: Fatty acid composition of triglycerides and 2-monoglycerides, Journal of the American oil Chemists Society, 63, 2, p: 248-250.
- TSATSARONIS, G.C., BOSKOU, D., 1972, Chem. Chrom. Genike Ekdoxis, 37, p: 57.
- VERBEKE, R., BRABANDER, H.F., 1979, An alternative method for the detection of pork fat adulteration with beef tallow, Proceedings of the European Meeting of Meat Research Workers, 25, 9.3:767-9.3:772.
- YOUSSEF, M.K.E., OMAR, M.B., SKULBERG, A., RASHWAN, M., 1986, Estimation of lard in beef tallow by GLC, Proceedings of the European Meeting of Meat Research Workers, 32, II, 9:9, p:455-457.
- YOUSSEF, M.K.E., RASHWAN, M., 1987, Detection and evaluation of lard adulteration in pure buffalo and cow butter, Proceedings of the European Meeting of Meat Research Workers, 33, II, 8:4, p: 373-376.
- YOUSSEF, M.K.E., RASHWAN, M., 1989, GLC detection and assessment of lard adulteration in buffalo tallow, Proceedings, International Congress of Meat Science and Technology, 35, II, p: 549-555.