



## GC/MS determination of volatile aromatic compounds of Kalecik Karasi must produced by cold maceration

Yalçın Güçer<sup>1\*</sup>, Ender Sinan Poyrazoğlu<sup>2</sup>, Nevzat Artık<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Food Production Technology, Kalecik Vocational School, Ankara University, Ankara, 06870, Turkey

<sup>2</sup>Department of Food Engineering, Faculty of Engineering, Siirt University, Siirt, 56100, Turkey

<sup>3</sup>Institute of Food Safety, Ankara University, Ankara, 06110, Turkey

### Highlights:

- Chemical composition of Kalecik Karasi must is determined
- Volatile aromatic compounds are determined by SPME/GC-MS method
- 30 volatile aromatic compounds are identified

### Keywords:

- Kalecik Karasi
- Aroma
- Cold maceration
- Volatile compounds
- Color

### Article Info:

Research Article  
Received:13.04.2020  
Accepted: 14.02.2021

### DOI:

10.17341/gazimmfd.719047

### Acknowledgement:

The authors are grateful to Prof.Dr. Sıddık Keskin for his help at statistical analyses.

### Correspondence:

Author: Yalçın Güçer  
e-mail:ygucer@ankara.edu.tr  
phone: +90 312 857 1394

### Graphical/Tabular Abstract

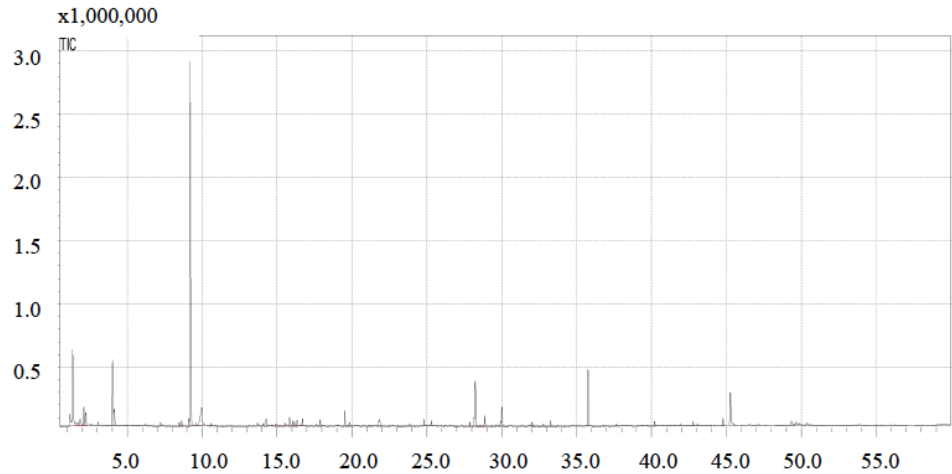


Figure A. The chromatogram of volatile aromatic compounds of Kalecik Karasi must

**Purpose:** The aim of the study is to determine volatile aromatic profile of Kalecik Karasi must that is produced by cold maceration

### Theory and Methods:

Chemical composition of Kalecik Karasi must is determined by OIV methods. Volatile aromatic profile is identified by SPME/GC-MS method.

### Results:

In the case of must obtained with cold maceration from Kalecik Karasi vineyard, which has a strong aromatic structure and a particularly fruity aroma, a total of 30 volatile aromatic compounds, mainly 1-hexanol, benzeneethanol, benzeneacetaldehyde, limonene, trans-beta-Ionon-5,6-epoxide, 3-methyl-1-butanol, were determined.

### Conclusion:

The volatile aromatic components that are specific to the Kalecik Karasi grape variety and identified in our study; 1-hexanol (green, sweet, fruity flavor), benzenetanol (live rose, honey flavor), benzenacetaldehyde (very sharp floral, sweet hyacinth flavor), limonene (scum, slightly sweet citrus flavor), Trans-Beta-Ionon-5,6-Epoxide (sweet strawberry, raspberry, cherry flavor), 3-methyl-1-butanol (fruity) characterizes the typical fruity scented aromatic structure of Kalecik Karasi. It is believed that this research, in which the volatile aromatic component distribution is determined in the Kalecik Karasi must sample, will shed light on future studies.



## Soğuk maserasyon ile üretilen Kalecik Karası şirasının uçucu aroma bileşenleri dağılımının belirlenmesi

Yalçın Güçer<sup>1\*</sup>, Ender Sinan Poyrazoğlu<sup>2</sup>, Nevzat Artık<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Ankara Üniversitesi, Kalecik Meslek Yüksekokulu, Gıda İşleme Bölümü, 06870, Kalecik Ankara

<sup>2</sup>Siirt Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 56100, Siirt

<sup>3</sup>Ankara Üniversitesi, Gıda Güvenliği Enstitüsü, 06110, Ankara, Türkiye

### Ö N E Ç İ K A N L A R

- Kalecik Karası şirasının kimyasal bileşimi belirlenmiştir
- SPME/GC-MS metodu ile uçucu aromatik bileşikler belirlenmiştir
- 30 adet uçucu aroma bileşeni tanımlanmıştır

#### Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 13.04.2020

Kabul: 14.02.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.719047

#### Anahtar Kelimeler:

Kalecik Karası,  
renk,  
aroma,  
soğuk maserasyon

#### ÖZ

Üzüm, asmagiller (*Vitaceae*) familyasının *Vitis* cinsinden sarılgan bitkidir ve yeryüzünde kültürü yapılan en eski meyve türüdür. Tarihiçesi M.Ö. 3500 yılına kadar dayanır ve anavatanı Anadolu'dur. Üzüm ülkemizde birçok farklı şekilde değerlendirilmektedir. Bunların başlıca birkaçı sofralık üzüm, kurutmalık üzüm, şıralık üzüm, üzüm suyu, pekmez, vb.'dir. Şıra üretimi, gerek son ürün olarak işlendiği prosesler gerekse üzüm suyu ve diğer ürünlere işlendiği proseslerde optimize edilerek, artan kalite yolu ile üzümün katma değeri artırılabilir. Şıra ve benzeri ürünlere tüketici beğenisini etkileyen 2 önemli kalite kriteri parlak kırmızı renk ve aromadır. Araştırma kapsamında güçlü aromatik yapısı ile özellikle meyvemsi aroması yoğun olan Kalecik Karası üzümünden soğuk maserasyon ile elde edilen şıra örneğinde, 1-hekzanol, benzenetanol, benzenasetaldehit, limonene, Trans-.Beta.-İonon-5,6-Epoksit, 3-metil-1-bütanol aroma bileşenleri başta olmak üzere toplam 30 uçucu aroma bileşeni tanımlanmıştır.

## GC/MS determination of volatile aromatic compounds of kalecik karasi must produced by cold maceration

### H I G H L I G H T S

- Chemical composition of Kalecik Karası must is determined
- Volatile aromatic compounds are determined by SPME/GC-MS method
- 30 volatile aromatic compounds are identified

#### Article Info

Research Article

Received:13.04.2020

Accepted: 14.02.2021

DOI:

10.17341/gazimmfd.719047

#### Keywords:

Kalecik Karasi,  
aroma,  
cold maceration,  
volatile compounds,  
color

#### ABSTRACT

Grape is a climbing plant that is from Vitaceae family and Vitis class and it is the oldest cultured fruit all over the world. The past of the grape goes to 3500 B.C. and homeland of grape is Anatolia. Grape is raw material at so many different food processes at Turkey. Some of them are, table grape, sun dry raisin, must, grape juice, grape molasses, etc. The added value of grapes can be increased by optimisation of different must processes such as being raw material for grape juice and other productions. Two of the most important consumers like criterias for must and so forth products are, bright red color and intensive aroma. In the case of must obtained with cold maceration from Kalecik Karasi vineyard, which has a strong aromatic structure and a particularly fruity aroma, a total of 30 volatile aromatic compounds, mainly 1-hexanol, benzeneethanol, benzeneacetaldehyde, limonene, trans-.beta.-ionon-5,6-epoxide, 3-methyl-1-butanol, were determined.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Türkiye bulunduğu coğrafya ve iklim kuşağı sayesinde büyük bir tarımsal çeşitliliğe sahiptir. 2019 yılı sonundaki yıllık üretim istatistiklerine bakıldığında toplam bitkisel üretimin yaklaşık 63,8 milyon ton, meyve üretiminin yaklaşık 22,3 milyon ton ve üzüm üretiminin de yaklaşık 4 milyon ton olduğu görülmektedir [1].

1988 yılından 2019 yılına kadar ülkemizde dikili olan üzüm bağı alanı yaklaşık %20 azalarak, 5.900.000 dekadardan 4.700.000 dekara düşmüştür [2]. Ayrıca 2019 yılında üretilen toplam 3.933.000 ton üzümün %48,3'i sofralık, %38,1'i kurutmalık ve %13,6'sı ise şaraplık olarak değerlendirilmiştir

Üzüm, asmağiller (*Vitaceae*) familyasının *Vitis* cinsinden sarılgan bitkidir ve yeryüzünde kültürü yapılan en eski meyve türüdür. Tarihesi M.Ö. 3500 yılına kadar dayanır ve anavatanı Anadolu'yu da içine alan Küçük Asya, Kafkasya'ya da kapsayan bölgedir. Diğer meyvelerle kıyaslandığında en fazla çeşide sahip olan türlerden biri olan üzümün 15.000'nin üzerinde çeşidi bulunduğu tahmin edilmektedir ve anavatanı Anadolu olan çeşitler 1200'ün üzerindedir. Yukarıda sunulan veriler ışığında asmanın anavatanı olan Anadolu'da ekonomik ve sosyolojik sebeplerle olduğu düşünülen bir üretim alanı azalması açıkça görülmektedir. Bu bağlamda üzümü sofralık olarak dip fiyatta değerlendirmek yerine üzüm suyu, üzüm şırası gibi katma değeri yüksek üretim potansiyelleri harekete geçirilmelidir. Böylece teknolojinin ilerlemesi ile birim alandan alınan ürün miktarının artmasına da bağlı olarak üreticinin ekonomik beklentileri daha iyi karşılanacağı ve üretimin artarak devam edeceği düşünülmektedir.

Üzüm ülkemizde birçok farklı şekilde değerlendirilmektedir. Bunların başlıca birkaçı sofralık üzüm, kurutmalık üzüm, şıralık üzüm, üzüm suyu, pekmez, vb.'dir. Şıra üretimi, gerek son ürün olarak işlendiği prosesler gerekse üzüm suyu ve şaraba işlendiği proseslerde optimize edilerek, artan kalite yolu ile üzümün katma değeri artırılabilir.

Kendine özgü ekolojik özellikler gösteren orijinal teruarı Kızılırmak nehrinin Kalecik ilçe sınırları içinde kalan bölümü olarak kabul edilen Kalecik Karası; açık kırmızı-bordo tonlarında menekşe-yakut renkli, kırmızı orman meyveleri (böğürtlen, vişne, çilek, mürdüm eriği, ahududu, muz, frenk üzümü, kuşburnu), çiçek (gül, karanfil) aromalarının zengin, zarif, narın, yumuşak, canlı yapısı ile Ülkemizin en tanınmış kırmızı üzüm çeşitlerinden birisidir. Kalecik Karası aromatik ve tekstürel yapısı ile dünyaca ünlü Pinot Noir üzümü ile benzer karakterdedir [3].

Türk Patent Enstitüsü tarafından bu değerli üzüm çeşidimizin "Kalecik Karası Üzümü" ibareli Mahreç İşareti (coğrafi işaret) olarak 89. sıra numarası ile tescilinin, Kalecik Karası ile özdeşleşen Kalecik bağcılığının geleceği açısından çok önemli bir gelişme olmuştur [3].

Teruar terimi genel olarak üzümlerin yetiştirildiği bölge ve bu bölgenin çevresel özelliklerini yani üzüm bağının bulunduğu toprakların özelliği, iklim koşulları, coğrafi yapı, topoğrafik yapı, su-toprak ilişkisi, güneşlenme miktarı ve süresi gibi üzümün yetiştirildiği bölge ile ilgili ve sıra-şarap kalitesine direk etki eden tüm faktörleri kapsayan bir terimdir [4]. Bir üzüm çeşidini tanımlayıp, özelliklerini belirleyebilmek için orijinal teruarından örnek alınması oldukça önemlidir.

Çalışmamızda günümüzde az işlenmiş gıdalara olan ilginin artması göz önünde bulundurularak doğal teruarı Ankara'nın Kalecik ilçesi olan ve güçlü meyvensi aromatik yapısı ile bilinen Kalecik Karası üzüm çeşidinden üretilen üzüm şıraları üzerine soğuk maserasyon uygulaması ile denememiz planlanmış ve sıra örneğinde, toplam 30 uçucu aroma bileşeni tanımlanmıştır.

## 2. DENEYSEL METOT (EXPERIMENTAL METOD)

### 2.1. Materyal (Material)

Araştırmamızda materyal olarak Kalecik Karası üzüm (*Vitis vinifera* L.) çeşidi seçilmiştir. 2013 rekoltesine ait 10 kg Kalecik Karası üzümü orijinal üretim bölgesinde (teruar) bulunan BAK Bağcılık'a ait olan Kalecik'teki bağlardan temin edilmiştir. Üzümlerin hasadında, suda çözünür kuru madde içeriği (briks) ile asitlik değerleri temel alınmıştır. Üzümlerin; suda çözünür kuru madde miktarının 22–24°Bx arasında, tartarik asit cinsinden titrasyon asitliği değerinin ise, 5–6 g/L arasında [5] olması esas alınmıştır.

### 2.2. Yöntem (Method)

#### 2.2.1. Maserasyon (Maceration)

Üzümler, Ankara Üniversitesi Kalecik Meslek Yüksekokulu Gıda İşleme Bölümü Laboratuvarında şıraya işlenmiştir. Üretimin ilk aşamasında, üzümler seçilip ayırdıktan sonra sapları ayrılarak tanelenmiştir. Saplarından ayrılan üzümlerin taneleri patlatılarak kontrollü koşullarda +4°C'de 7 gün süre ile soğuk maserasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlem ile bir yandan üzümlerin kabuklarında yoğun olarak bulunan ve şıraya sahip olduğu karakteristik kırmızı rengi veren antosiyaninlerin kabuktan şıraya geçmesi sağlanırken diğer yandan ortamda maya aktivitesi sınırlandırılmıştır [6]. Şıra örneklerine mikrobiyel gelişimi önlemek amacıyla 5 g/100 mL'lik potasyum metabisülfid çözeltisinden 50 ppm düzeyinde eklenmiştir. Deneme iki tekerrürlü olarak yapılmıştır.

Şıra üretici firmalar ile yapılan teknik görüşmelerde, sanayii boyutunda şıra üretimlerinde durultma ve filtrasyonun kullanılmadığı, sadece soğuk stabilizasyon ile bir ön çöktürme işlemi uygulandığı anlaşılmıştır. Bu amaçla maserasyon sonrası şıra örneklerinde +4°C'de 1 hafta süre ile soğuk stabilizasyon uygulanmış, durultma ve filtrasyon uygulaması yapılmamıştır (Şekil 1).



Şekil 1. Kalecik Karası şırası üretim prosesi (Production process of Kalecik Karası must)

#### 2.2.2. Suda çözünür kuru madde tayini (Brix analyses)

Briks, refraktometrik olarak saptanmıştır. Analiz için öncelikle refraktometre (ATC-BX32, Çin) saf su ile sıfırlanarak kalibre edilmiş, sonrasında prizma üzerine aktarılan şıra örneklerinin briksleri tespit edilmiştir [7].

#### 2.2.3. pH değeri tayini (pH analyses)

pH değeri, pH-metre (Hanna-pH 211, İtalya) ile potansiyometrik olarak saptanmıştır. Analiz için cihaz her açıldığında 3 pH standardı (pH 4,01, pH 7,00 ve pH 10,01) ile öncelikle kalibre edilmiş, sonrasında analiz gerçekleştirilmiştir [8, 9].

#### 2.2.4. Titrasyon asitliği tayini (Titrable acidity analyses)

Bu amaçla Amerine ve Ough [10] tarafından önerilen yöntem uygulanmıştır. Analiz için 5 mL örnek alınarak ayarlı 0,1 N NaOH çözeltisi ile titrasyon gerçekleştirilmiştir. Kırmızı üzümlerden elde edilen şıralarda renk dönüşümünü daha rahat görebilmek için Bromtimol-Blue indikatörü tercih edilmiştir. Harcanan 0,1 N NaOH miktarı üzerinden asitlik g tartarik asit/L cinsinden tespit edilmiştir.

#### 2.2.5. Serbest SO<sub>2</sub> tayini (Free SO<sub>2</sub> analyses)

Ripper metodu kullanılmıştır. Analiz için 25 mL şıra örneği üzerine 1'er mL amidon ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:3) indikatör olarak

eklenmiş ve N/64'lük iyot çözeltisi ile titrasyon gerçekleştirilmiştir. Harcanan iyot çözeltisi miktarı 20 katsayısı ile çarpılarak serbest SO<sub>2</sub>, ppm cinsinden tespit edilmiştir [7].

#### 2.2.6. Toplam fenolik madde tayini (Total phenolics analyses)

Singleton and Rossi [11] tarafından önerilen Folin-Ciocalteu yöntemine göre yapılmıştır. Spektrofotometrik ölçümler spektrofotometre (Perkin Elmer, Model Spectrum Two, ABD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analiz için şıra örnekleri 10 kez saf su ile seyreltilmiş ve seyreltilen örnekler 200 µL miktarında deney tüplerine alınmıştır. Daha sonra her bir tüpe 1 mL Folin-Ciocalteu reaktifi ilave edilmiştir. Sonrasında tüplere 2 mL %7,5'lik Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> çözeltisi ve hepsinin üzerine toplam hacim 7 mL olacak şekilde saf su ilave edilmiştir. Örnekler oda sıcaklığında ve karanlıkta 2 saat bekletildikten sonra 765 nm'de spektrofotometre ile absorbansları tespit edilerek kayıt altına alınmıştır. Standart olarak kullanılan gallik asitten 1 g/L'lik stok çözelti hazırlanarak sonrasında bu konsantrasyondan saf su ile seyreltme yaparak altı farklı konsantrasyonda standart çözelti elde edilmiştir ve aynı işlem prosedürü standart olarak kullanılan gallik asit çözeltileri için de tekrarlanmış ve elde edilen absorbans değerleri ile standart eğri çizilmiştir. Standart eğriden elde edilen fonksiyondan seyreltilmiş şıra örneklerinin konsantrasyonları hesaplanmış son olarak da seyreltme faktörü olan 10 ile çarpılarak mg gallik asit/L cinsinden toplam fenolik madde miktarı tespit edilmiştir.

### 2.2.7. Yoğunluk analizi (Density analyses)

Yoğunluk bir çeşit dansimetre olan mustimetre (Dujardin-Salleron, Fransa) ile tayin edilmiştir. Analiz için 250 mL mezür içerisine sıra doldurulmuş ve içerisine mustimetre daldırılmıştır. Sıvıların kaldırma kuvvetinden yararlanarak enstrüman üzerindeki skaladan yoğunluk direk g/L cinsinden tayin edilmiştir [10].

### 2.2.8. Uçucu aroma bileşenlerinin dağılımının belirlenmesi tayini (Volatile aromatic compounds analyses)

Tsiakkas vd. [12] ile Sanchez-Palomo vd. [13] tarafından önerilen yöntemler modifiye edilerek SPME/GC-MS (Shimadzu-QP-2010, Japonya) ile belirlenmiştir. Ön denemelerde GC-MS ile birçok deneme yapılmıştır. Bu amaçla farklı fiberler farklı sıcaklık ve sürelerde denenmiştir. GC-MS koşulları, başta temel olarak basınç ve akış olmak üzere değiştirilmiştir. Ön denemelerde özellikle enjeksiyonun ilk 10 dakikasında piklerin iç içe girmesinin gözlemlenmesine bağlı olarak, sıcaklık ve süre programı modifiye edilmiştir. Modifikasyon sonucu pikler birbirinden tamamiyle ayrılmış ve daha doğru sonuçlara ulaşılmıştır.

Analiz için 5 mL sıra üzerine, uçucu bileşenlerin serbest forma geçmeleri için 1 g NaCl eklenmiş ve 30 saniye süre vorteks (IKA-Vortex 2, Almanya) ile karıştırılmıştır. Sıra 40°C'ye kadar ısıtılmış ve Şekil 1'de gösterildiği şekilde 65µm PDMS/DVB (Supelco, Bellefonte, PA, USA) [10] fiber ile 40 dakika bekletilmiştir. Sonrasında zaman geçirilmeksizin fiber GC-MS cihazına enjekte edilmiş ve analiz gerçekleştirilmiştir. Fiber her enjeksiyondan önce 200°C'de 10 dakika GC-MS cihazında koşullandırılmıştır.

Aroma analizi Shimadzu QP-2010 model GC-MS kullanılarak yapılmıştır. Cihazda Restek RTX-5MS (30m x 0,25mm x 0,25µm) kolonu kullanılmıştır. Çalışmamızda kullanılan yöntemle ait GC-MS parametreleri; enjeksiyon sıcaklığı: 250°C, basınç: 49,7 kPa, kolon akış hızı: 1.00 mL/dk, kolon sıcaklığı 1: 40°C, ilk sıcaklıkta bekleme süresi: 5 dakika, artış hızı: 4°C/dakika, kolon sıcaklığı 2: 240°C, son sıcaklıkta bekleme süresi: 10 dk, split oranı: 1/10 olarak belirlenmiş ve analizlerde kullanılmıştır. Enjeksiyon sonrası elde edilen pikleri anlamlandırabilmek için, oturtulan yöntem parametreleri cihaza yöntem olarak girildikten sonra C<sub>7</sub>-C<sub>30</sub> alkan serisi sırasıyla cihaza enjekte edilmiş ve üç farklı (Wiley, FFNSC ve NIST) GC-MS kütüphanesinde tanımlanmıştır. Şıralarda bulunan uçucu aroma bileşenleri, karbon serisi üzerinden %85 ve üzeri benzerlikle belirlenmiş ve veriler tanımlanan piklerin alanlarının toplam alana yüzdesi cinsinden tespit edilmiştir.

### 2.2.9. İstatistik analiz (Statistical analyses)

Üzerinde durulan özellikler için tanımlayıcı istatistikler; ortalama ve standart hata olarak ifade edilmiştir. Hesaplamalarda istatistik önemlilik düzeyi %5 olarak alınmış ve hesaplamalar için SPSS istatistik paket programı kullanılmıştır [14].

## 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

Şıra örneklerinde pH, titrasyon asitliği, briks, serbest SO<sub>2</sub>, dansite ve toplam fenolik madde tayinleri gerçekleştirilmiş ve sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir.

Kalecik Karası şirasının pH değeri 3,50±0,015, titrasyon asitliği 4,85±0,05 g Tartarik asit/L, yüzde suda çözünür kuru madde miktarı (Briks) %21,55±0,05, briks değerleri ile paralel olarak da yoğunluk 1090,5±0,5 g/L olarak tespit edilmiştir. Serbest SO<sub>2</sub> miktarı maserasyon başlangıcında ve maserasyon sonunda 2 kez belirlenmiştir. Maserasyon başlangıcında serbest SO<sub>2</sub> değeri 50,05±0,5 ppm, maserasyon sonunda ise 26±1 ppm olarak bulunmuştur. Toplam fenolik madde miktarı 2246,36±90,909 mg Gallik asit/L olarak belirlenmiştir.

Kalecik Karası üzüm çeşidinden üretilen şıra örneklerinde GC-MS ile gerçekleştirilen analizler sonucunda 3 farklı aroma kütüphanesinde en az %85 benzerlik ile 1-heksanol, benzenetanol, benzenasetaldehit, limonene, Trans-.Beta.-Ionon-5,6-Epoksit, 3-metil-1-bütanol aroma bileşenleri başta olmak üzere toplam 30 uçucu aroma bileşeni (Tablo 2.) tanımlanmıştır. Kalecik Karası şirasının uçucu aroma bileşenleri dağılım örneğine ait ve 30 adet uçucu bileşenin tanımlandığı GC-MS kromatogramı Şekil 2.'de sunulmuştur.

Bir gıdanın lezzeti, tadımı, kokusunu ve geniz boşluğunda hissedilen trigeminal duyaruları tanımlar. Lezzet, insan ile gıda arasında oluşan ve ağız bölgesinde hissedilen somatosensorik veya trigeminal algılarla, koku ve tadın birlikte algılandığı bir mekanizmadır [15, 16]. Ulusal ve uluslararası literatür detaylı bir şekilde tarandığında çalışma konumuz ile ilgili çok fazla araştırma bulunamamıştır. Özellikle şıra boyutunda birkaç sınırlı çalışma ve Kalecik Karasından üretilen şıralara ait bir çalışma bulunmuş ve aşağıda ilgili yayınlarda verilen bilgiler sunulmuştur. Selli vd., 1998 ve 1999 rekolterlerine ait Kalecik Karası şıralarında serbest ve bağlı aroma bileşenlerini tayin etmişler ve 1998 rekoltesine ait şıradaki toplam 33 adet, 1999 rekoltesine ait şıradaki ise toplam 36 adet aroma bileşeni tanımlanmıştır [17].

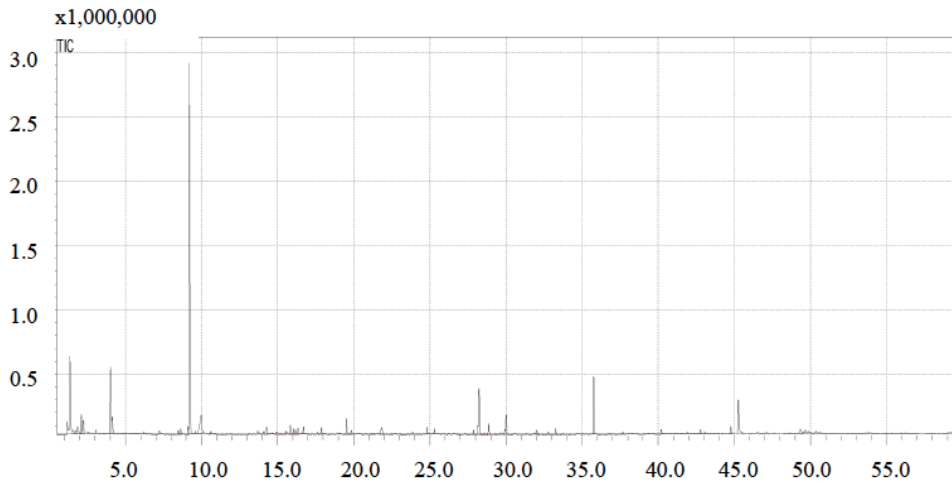
**Tablo 1.** Bileşim analiz sonuçları (Composition analyses results)

	pH	°Bx	Yoğunluk (g/L)	Titrasyon Asitliği (g/L)	Serbest SO <sub>2</sub> Başlangıç (ppm)	Serbest SO <sub>2</sub> Son (ppm)	Toplam Fenolik (mg/L)
K.K. Şırası	3,50 ±0,015	21,55 ±0,05	1090,5 ±0,5	4,85 ±0,05	50,05 ±0,5	26 ±1	2246,36 ±90,909

**Tablo 2.** Uçucu aroma bileşenlerin özellikleri ve miktarları (Properties and quantities of volatile aromatic compounds)

Uçucu Aroma Bileşeni	Aroma	Özellikleri	% Miktar
Trans-.Beta.-Ionon-5,6-Epoksit	Tatlı çilek, ahududu, kiraz	Su (-)	1±0,03
Asetaldehit	Eterik	Su, alkol, organik çözücüler (+)	0,79±0,03
Etanol	Alkolik, yakıcı	Su (⊖)	10±0,1
Asetik asit	Keskin, kekremesi	Su, gliserin, alkol (⊖)	0,8±0,19
Etilasetat	Hoş, eterik, armut	Alkol, eter (±); Su (+)	1,22±0,17
İzobütül alkol	Hoş, eterik, tipik şarap	Alkol, eter (-); Su (+)	0,65±0,11
3-Metilbütanol	Meyvemsi, yağlı, badem	Su (+)	0,45±0,04
3-Metil-1-Bütanol	Yeşil meyve, alkolik	Alkol, su, eter (+)	2,45±0,09
2-Metil-1-Bütanol	Meyvemsi tonlarda, karemeli	Su (±); Heptan-%50(v/v) (+)	0,68±0,03
2-Metilpropanoik asit	Tereyağimsı, acı, asidik	Su (-); alkol (⊖)	7,14±0,07
3-Hekzen-1-ol	Yeşil, çimenimsi	Alkol, propilen glikol, gliserin (+)	0,63±0,01
1-Hekzanol	Yeşil, tatlı, meyvemsi	Alkol, eter (+)	41,31±2,08
1-Heptanol	Sitrus	Su (±)	0,39±0,01
Hekzanoik asit	İstenmeyen, peynirimsi, ekşi	Su (-)	1,19±0,2
Limonene	Freş, hafif tatlı, citrus	Su, propilen glikol (-); gliserin (+)	0,58±0,11
2-etil-hekzanol	Güçlü topraklı, hafif tatlı floral	Su (-)	0,39±0,02
Benzenmetanol	Çok keskin olmayan, meyvemsi	Organik çözücüler (+)	0,72±0,02
Benzenasetaldehit	Keskin yeşil floral, tatlı sümbül	Su (±); propilen glikol ve yağlar (+)	1,35±0,22
1-Oktanol	Keskin, yağlı, citrus	Su, gliserin (-); propilen glikol, yağlar (+)	0,84±0,09
Benzenetanol	Canlı, gül, bal	Su (±); propilen glikol, yağlar (+)	1,59±0,16
Benzoik asit	Zayıf çiş, badem	Sıcak su, gliserin, yağlar (+)	0,53±0,07
Benzoik asit-1-3- dimetoksi-benzen	Güçlü topraklı, fındık	Su (±)	0,37±0,02
Nerol	Freş, tatlı, gül	Su (-); klorofom, eter (+)	0,64±0,05
1-Dekanol	Floral, yapışkan, meyvemsi	Alkol, eter (+)	0,73±0,07
Etilnonanoat	Yağlı, brendi, meyvemsi	Su (-); propilen glikol (+)	0,6±0,01
2-4-diizosyanat-1-metil-Benzen	Keskin, kekremesi	Eter, aseton (+)	6,92±0,55
Propanoik asit-2-metil3-hidroksi-2,4,4-trimetilpentilester	Acı, kekremesi	Su, alkol, org. çözücüler (+)	1,06±0,32
1-Dodekanol	Yağlı, floral	Yağlar, propilen glikol (+); su, gliserin (-)	0,74±0,05
Tetradekanoik asit	Çiçeksi, odunsu	Su (-); alkol, kloroform, eter (+)	0,43±0,03
Asetofenon	Floral, alıç, mimoza, akasya	Su (±); yağlar, org. çözücüler (+)	0,4±0,04

\*\*\*(+)... ile çözünür, (-)... ile çözünmez, (±)... ile çözünür, (⊖)... ile karışabilir anlamına gelmektedir.



**Şekil 2.** Kalecik Karası şirasının GC-MS uçucu aroma bileşenleri kromatogramı (GC-MS volatile aromatic components chromatogram of Kalecik Karası must)

Darıcı ve Cabaroğlu tarafından Türkiye’de farklı coğrafi yörelerde üretilen kalite kalecik karası kırmızı şaraplarının duyuşsal tanımlayıcılarının belirlenmesi üzerine bir çalışma yapılmıştır. Duyusal değerlendirmede Tanımlayıcı Duyusal Analiz (DA) yöntemi kullanılmış ve sonuçlar Temel Bileşen Analiz (PCA) ile değerlendirilmiştir. DA ve PCA sonucunda Kalecik karası şaraplarının en baskın ortak aroma ile ilgili duyuşsal tanımlayıcıları kırmızı meyve, siyah meyve ve kuru meyve kokuları olmuştur. Ankara yöresi şaraplarında kırmızı meyve, çiçek ve baharat kokuları Denizli yöresi şaraplarına göre daha baskın bulunurken, Denizli yöresi şaraplarında kuru meyve ve marmelat kokuları daha ön plana çıkmıştır [18].

Yuan ve Qian, Kalecik Karasına benzeyen Pinot Noir üzüm çeşidinde salkım bağlamadan hasada kadarki tüm olgunluk safhalarında C<sub>13</sub>-norisoprenoidler, karotenoidler ve diğer uçucu bileşenlerin üzümdeki değişimini belirlemiş ve GC-MS ile yapılan analizler sonucunda olgunlaşmaya bağlı olarak 34 farklı uçucu aroma bileşenindeki değişim ortaya konulmuştur [19].

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Şıra, üzüm suyu, vb. için lezzet öncelikle asitlik-şeker dengesi ile ilişkilidir. Bilindiği üzere üzümler olgunlaştıkça asitliği düşerken, şeker miktarı artar. Bu bağlamda kaliteli ürün eldesi için üzümlerin hasat sırasında 22–24°C arasında, tartarik asit cinsinden titrasyon asitliği değerinin ise, 5–6 g/L arasında [5] olması gerektiği literatürde bildirilmiştir. Çalışmamızda orijinal teruarından temin edilen üzümlerin genel asitlik ve briks değerleri istenilen düzeye yakın olmakla birlikte bir miktar düşük kalmıştır. Bu durum Ülkemizin bulunduğu iklim kuşağı ve rekolte yılının özellikle yaz dönemine ait hava durumu ile açıklanabilir. Ayrıca Türk Gıda Kodeksi Şarap Tebliği’nde asitliğin tartarik asit cinsinden en az 3,5 g/L olması gerektiği bildirilmiş olup, analizi gerçekleştirilen şıra örneğinin kodekse uygun olduğu da görülmektedir [20].

Kalecik Karası üzüm çeşidine özgü olan ve çalışmamızda tespit edilen uçucu aroma bileşenlerinden; 1-hekzanol yeşil, tatlı, meyvemsi aroması, benzenetanol canlı gül, bal aroması, benzenasetaldehit çok keskin floral, tatlı sümbül aroması, limonene freş, hafif tatlı sitrus aroması, Trans-Beta-Ionon-5,6-Epoksit tatlı çilek, ahududu, kiraz aroması, 3-metil-1-bütanol meyve notalarındaki aroma ile Kalecik Karası’nın tipik meyvemsi, canlı aromatik yapısını karakterize etmişlerdir. Literatürdeki çalışmalar ile elde edilen veriler karşılaştırıldığında özellikle Kalecik Karasının aromatik yapısını karakterize eden kırmızı orman meyveleri notalarındaki aroma bileşenlerinin tüm araştırmalarla örtüştüğü net olarak görülmektedir. Ayrıca direk Kalecik Karası sırasında aromatik bileşenlerin dağılımı üzerine yapılan ve literatürde bulunabilen tek araştırma olan Selli vd.’nin [15] çalışması ile sonuçlar büyük ölçüde paralellik göstermektedir. Aroma bileşenleri bilindiği gibi uçucudur ve özellikle ısı işlem, filtrasyon gibi proses basamaklarında kayba uğramaktadır. Bu bağlamda kaliteli ürün elde etmek

için elzem olan proses koşulları optimize edilerek aroma kaybı en aza indirgenmelidir. Bu çalışma ile üzümde gelen birincil aromaların, şıra eldesi sırasında kaybını mümkün olduğunca önleyerek gerek görsel gerekse tatsal açıdan daha kaliteli üretim gerçekleştirilebileceği ortaya konulmuştur. Bu bağlamda Türkiye’nin önemli üzüm çeşitlerinden olan Kalecik Karası şirasının aromatik uçucu bileşen dağılımının belirlendiği bu araştırmanın kısıtlı literatür verileri de göz önüne alındığında oldukça özgün olduğu ve gelecek çalışmalara ışık tutacağı düşünülmektedir.

#### TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

İstatistik analizlerin gerçekleştirilmesindeki desteklerinden dolayı Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi öğretim üyesi Prof. Dr. Sıddık Keskin’e teşekkür etmeyi bir borç biliriz.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Anonim. 2020. Web sitesi: <http://www.tuik.gov.tr/PreHaberBultenleri.do?id=18704>, Erişim Tarihi: 05.03.2020.
2. Anonim. 2019. Web sitesi: [http://www.tuik.gov.tr/PreTablo.do?alt\\_id=1001](http://www.tuik.gov.tr/PreTablo.do?alt_id=1001), Erişim Tarihi: 05.03.2020
3. Anonim. 2020. Çelik H., Kunter B., Selli S., Keskin N., Akbaş B., Değirmenci K. Kalecik Karası Üzüm Çeşidinde Klon Seleksiyonu ve Seçilen Klonlara Ait Ana Damızlık Parselinin Oluşturulması. Web sitesi: <http://www.hasancelik.web.tr/Yayinlar/119.pdf>, Erişim Tarihi: 13.04.2020
4. Roullier-Gall C., Boutegrabet L., Gougeon R. D., Schmitt-Kopplin P. A grape and wine chemodiversity comparison of different appellations in Burgundy: Vintage vs terroir effects. *Food Chemistry*, 152, 100–107, 2014.
5. Selli S., Cabaroğlu T., Canbas A., Erten H., Nurgel C., Lepoutre J. P., Gunata Z. Volatile composition of red wine from cv. Kalecik Karası grown in central Anatolia, *Food Chemistry*, 85, 207-213, 2004.
6. Gómez-Míguez M., González-Miret M. L., Heredia F. J. Evolution of colour and anthocyanin composition of Syrah wines elaborated with pre-fermentative cold maceration, *Journal of Food Engineering*, 79, 271-278, 2007.
7. OIV. Compendium of International Methods of Wine and Must Analysis. International Organisation of Vine and Wine, Paris, 2006.
8. IFU. Analysen. Nr: 3. International Fruit Juice Union, Zurich, 1968.
9. Altuntaş S., Hapoğlu H., Ertunç S., Albaz M., Experimental pH advance control of the cheese whey batch kefir-type drink production with manipulated base flowrate, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 31 (3), 709-716, 2016.
10. Amerine M. A. ve Ough C. Methods for analysis of musts and wines. John Wiley and Sons, New York, 1980.
11. Singleton V. L. ve Rossi J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid

- Reagents, American Journal of Enology and Viticulture, 16, 144-153, 1965.
12. Tsiakkas O., Escott C., Loira, I., Morata, A., Rauhut D., Suárez-Lepe J. Determination of Anthocyanin and Volatile Profile of Wines from Varieties Yiannoudi and Maratheftiko from the Island of Cyprus. *Beverages*, 6 (1), 4, 2020.
  13. Sanchez-Palomo E., Diaz-Maroto M. C., Perez-Coello M. S. Rapid determination of volatile compounds in grapes by HS-SPME coupled with GC-MS, *Talanta*, 66 (5), 1152-1157, 2005.
  14. Keskin N., Çelik H., Kunter B., Keskin S. A Study On Total Phenolics And Vitamin C Contents of Kalecik Karası (*Vitis Vinifera L.*) Clones. *Pak. J. Agri. Sci.*, 51 (1), 131-135, 2014.
  15. Bayrak A. Gıda Aromaları. Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, No:32, Baran Ofset, 497 s., Ankara, 2006.
  16. Zhang S., Petersen M., Liu J., Toldam-Andersen T. Influence of Pre-Fermentation Treatments on Wine Volatile and Sensory Profile of the New Disease Tolerant Cultivar Solaris. *Molecules*, 20 (12), 21609-21625, 2015.
  17. Selli S., Cabaroğlu T., Canbaş A., Erten H., Nurgel C. Kalecik Karası Şirasında Serbest ve Bağlı Aroma Maddeleri. *Tarım Bilimleri Dergisi*, 8 (4), 333-337, 2002.
  18. Darıcı M., Cabaroğlu, T. Türkiye’de Farklı Coğrafi Yörelerde Üretilen Kalite Kalecik Karası Kırmızı Şaraplarının Duyusal Tanımlayıcılarının Belirlenmesi. *Gıda*, 42(1), 76-85, 2017.
  19. Yuan F., Qian M. C. Development of C<sub>13</sub>-Norisoprenoids, Carotenoids and Other Volatile Compounds In *Vitis Vinifera L.* Cv. Pinot Noir Grapes. *Food Chemistry*, 192, 633– 641, 2016.
  20. Anonim. 2009. Türk Gıda Kodeksi Şarap Tebliği. (Tebliğ No: 2008/67). Web sitesi: <https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2009/02/20090204-12.htm>, Erişim Tarihi: 17.06.2020.