

Türkiye, Bulgaristan, İran ve Hindistan Orijinli Gül Yağlarında Uçucu Yağ Bileşenlerinin Uluslararası Standarda Uygunluklarının Karşılaştırılması

Hasan BAYDAR¹ , Sabri ERBAŞ*¹ 

Ziraat Fakültesi Dergisi,
Cilt 16, Sayı 2,
Sayfa 280-286, 2021

Journal of the Faculty of Agriculture
Volume 16, Issue 2,
Page 280-286, 2021

Özet: Yağ gülü (*Rosa damascena* Mill.) çiçekleri kendine has floral kokusu ile kozmetik, gıda, parfüm ve ilaç endüstrileri için en kıymetli aromatik üründür. Yağ gülünün dünyada Bulgaristan, Türkiye, Hindistan ve İran başta olmak üzere birçok ülkede kültürü yapılmaktadır. Bu araştırmada, 2017 yılında Türkiye (Isparta), Bulgaristan (Kazanlık) ve İran (Darb)'dan temin edilen ve o ülkenin kendi geleneksel gül yağı üretim süreçlerine göre elde edilmiş gül yağı örneklerinde gaz kromatografisi alev iyonlaşma dedektörü (GC-FID) ile uçucu yağ bileşenleri tespit edilerek uluslararası gül yağı standardı (ISO 9842:2003) temel alarak karşılaştırılmıştır. Analiz sonuçlarına göre Türk ve Bulgar gül yağları yüksek oranda sitronellol (sırasıyla %34.05 ve %31.06), geraniol (sırasıyla %16.55 ve %21.11) ve nerol (sırasıyla %7.68 ve %10.68), İran gül yağı ise yüksek oranda nonadesan (%23.56), nonadesen (%10.26) ve heneikosan (%8.82) içerdiği tespit edilmiştir. Türk, Bulgar ve İran gül yağlarında toplam monoterpen alkoller (oleoptenler) sırasıyla %58.28, %62.85 ve %13.39 olarak, toplam alifatik hidrokarbonlar (stearoptenler) sırasıyla %17.03, %20.55 ve %44.14 olarak belirlenmiştir. Hazır kimyasal analiz sonuçları referans alınan Hindistan (Keşmir) gül yağının ise içerik olarak daha çok Bulgar ve Türk gül yağlarına benzediği gözlenmiştir. Sonuç olarak uluslararası gül yağı standardına Türk ve Bulgar gül yağları uygunluk gösterirken, İran gül yağı standartların dışında kalmış, Hint gül yağının ise kısmen uygunluk gösterdiği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yağ gülü, *Rosa damascena*, gül yağı bileşenleri, ISO 9842:2003

Comparison of Essential Oil Compounds of Turkish, Bulgarian, Iranian and Indian Rose Oils Based on International Quality Parameters

Abstract: The flower of oil-bearing rose (*Rosa damascena* Mill.) with its characteristic floral scent is the most important source for cosmetic, food, perfume and pharmaceutical industries. Oil-bearing rose is cultured in many countries of the World, especially in Turkey, Bulgaria, Iran and India. In this research, it was aimed to compare the essential oil compounds detected by GC-FID of Turkish (Isparta), Bulgarian (Kazanlak), Iranian (Darab) and Indian (Kashmiri) rose oil samples, which were produced according to distillation methods of their own countries, based on international quality parameters (ISO 9842:2003). According to the results of analysis, while Turkish and Bulgarian rose oils were high in citronellol (34.05% and 31.06%, respectively), geraniol (16.55% and %21.11, respectively), and nerol (7.68% and 10.68%, respectively), Iranian rose oil were rich in nonadecane (23.56%), nonadecene (10.26%), and heneicosane (8.82%) at high ratios. The total monoterpene alcohols (oleoptens) were determined as 58.28%, 62.85% and 13.39%, respectively, and total aliphatic hydrocarbons (stearoptens) were determined as 17.03%, 20.55%, and 44.14%, respectively in Turkish, Bulgarian and Iranian rose oils. As a result, it was determined that Turkish and Bulgarian rose oils conformed to the international rose oil standard, while Iranian rose oil remained outside the standards and Indian rose oil partially complied.

Keywords: Oil-bearing rose, *Rosa damascena*, rose oil compounds, ISO 9842:2003

*Sorumlu yazar (Corresponding author)
sabrierbas@isparta.edu.tr

Alınış (Received): 10/11/2021
Kabul (Accepted): 16/12/2021

¹Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi,
Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü
Isparta, Türkiye.

1. Giriş

Yağ gülü (*Rosa damascena* Mill.), kendine has çiçeksi kokusu ile kozmetik, gıda, parfüm ve ilaç endüstrileri için en değerli kokulu gül türüdür (Guenther, 1952; Lawrence, 1991). Yağ gülünün dünyada Bulgaristan, Türkiye, İran, Hindistan ve Fas başta olmak üzere birçok ülkede yetiştiriciliği yapılmaktadır. Ülkemizde Isparta, Burdur, Afyonkarahisar ve Denizli illerinin bulunduğu Göller yöresi yağ gülü tarımının ve endüstrisinin en yoğun yapıldığı bölgedir (Baydar ve Kazaz, 2013). On dokuzuncu yüzyılın son çeyreğinden bugüne kadar yağ gülü (Isparta gülü olarak adlandırılır) tarımı yapılan Göller yöresinde 2020 yılında yaklaşık 4.1 bin hektar alanda 18.2 bin tondan fazla gül çiçeği üretimi yapılmıştır (Anonim, 2021). Göller yöresinde rakıma (800-1500 m) bağlı olarak, çiçeklenme Mayıs ayının ilk haftasında başlar ve yaklaşık iki ay devam eder. Çiçeklenme sezonu boyunca 20'den fazla bulunan distilasyon ve ekstraksiyon tesislerinde taze çiçeklerden gül yağı, gül suyu, gül koncreti (katı gül yağı) ve gül absolütü üretilmektedir (Baydar, 2016).

Sabahın çok erken saatlerinde toplanan taze gül çiçeklerinden suyla distile edilerek "gül yağı" ve yan ürün olarak "gül suyu" üretilmektedir (Anaç, 1984; Başer, 1992; Bayrak ve Akgül, 1994). Yine taze çiçekler gölgede bir süre bekletilerek dinlendirilir ve sonrasında *n*-hekzan ekstraksiyonu ile "gül koncreti", koncretin de etanol ile tüketilmesiyle "gül absolütü" elde edilmektedir (Aydınlı ve Tutaş, 2003; Kürkçüoğlu ve Başer, 2003; Aycı ve ark., 2005; Erbaş ve Baydar, 2016). Genel olarak, üç ton taze gül çiçeğinin distile edilmesi ile 1 kg gül yağı (ortalama uçucu yağ oranı %0.03), 300 kg çiçeğin *n*-hekzan ekstraksiyonu ile 1 kg gül koncreti (ortalama koncret oranı %0.30) ve 1 kg koncretten de etanol ekstraksiyonu ile 0.5-0.6 kg gül absolütü (ortalama absolüt oranı %55) elde edilmektedir (Baydar, 2016).

Türkiye ile birlikte dünyanın en önemli yağ gülü ve gül ürünleri üreticisi olan Bulgaristan'da 17. yüzyılın ortasından günümüze kadar Osmanlı Devleti'nin girişimleriyle başlatılmış köklü bir gülcülük geleneği vardır (Kovacheva ve ark., 2010). Ülkenin "Gül vadisi" olarak adlandırılan ve Karlova ile Kazanlık arasında yer alan (ortalama 350 rakımlı) orta bölgeleri (Plovdiv, Stara Zagora ve Sliven) yağ gülü tarımı için son derece uygun ekolojik koşullara sahiptir. Bu bölgede yetişen yağ güllerinden (Kazanlık gülü olarak) su distilasyonu yöntemi ile %0.009-0.062 arasında (ortalama %0.035) uçucu yağ oranı elde edilmektedir (Georgiev ve Stoyanova, 2006). Ülke genelinde 4 bin ha kadar alanda yağ gülü üretimi yapılmakta ve yıllara göre değişmekle birlikte ortalama 1.5 ton gül yağı elde edilmektedir (Atanasova ve ark., 2016). Gül yağı üretiminden başka gül koncreti, gül absolütü ve gül suyu da üreten Bulgaristan, Türkiye ile birlikte dünyanın en önemli gül ürünleri ihracatçısı konumundadır.

Türkiye ve Bulgaristan geleneksel olarak imbik ile gül yağı ve gül suyu üretiminin yerine tamamen buharlı damıtma kazanlarından oluşan fabrika tipi distilasyon yöntemini kullanmaktadır. Taze toplanmış 500 kg taze gül çiçeği 3 tonluk damıtma kazanlarına konur ve üzerine 1.5 ton su ilave edilerek buhar kazanında üretilen sıcak su buharı ile yaklaşık 1.5 saat kaynatılır. Kaynamayla birlikte çiçeklerinden ayrılan gül yağları, kondensere doğru sürüklenerek yoğunlaştırılır. Florentin kabının cam fanusunda biriken gül yağı "birinci yağ" veya "çiçek yağı" adıyla alınır. Florentin kabında birinci yağın altında kalan yağ altı suyu kohobasyon [veronika sistemi] kazanında tekrar damıtılarak "ikinci yağ", "su yağı" veya "veronik yağı" olarak alınır. Elde edilen bütün yağlar harmanlanarak "ticari gül yağı" elde edilir (Başer, 1992; Baydar, 2016).

Türkiye ve Bulgaristan'dan daha eski yağ gülü kültürüne sahip olan İran'da 17. yüzyılın başından itibaren Fars tipi imbiklerde gül yağı ve gül suyu üretimi yapılmaktadır (Baydar ve ark., 2013). Ülke genelinde 7 bin ha alanda yağ gülü (Muhammedi gülü) üretimi yapılmakta, başta Kaşhan ve Ghamsar yöreleri olmak üzere Kerman, Şiraz, İsfahan ve Tebriz kentlerinde faaliyet gösteren binlerce gülhane (*Marasem-e-Golabgiri*)'de geleneksel yöntemlerle her yıl Mayıs ve Haziran aylarında yaklaşık 15 bin ton gül suyu üretilmektedir (Baydar ve ark., 2013). 120-150 litre kapasiteli bir imbikte yaklaşık 20-30 kg taze gül çiçeği 70-80 kg su ile beraber 4 saat damıtılması sonucunda yaklaşık 35-40 litre birinci kalite gül suyu elde edilmektedir. Şapka başlı Pers tipi imbikler odun ateşi ile kaynatılmaktadır. Kaynayan suyun buharı ile sürüklenen uçucu yağlar birbirlerine paralel olarak uzanan iki borudan geçerek soğuk su hatılının içine yerleştirilmiş cam damacanada birikmektedir. Damacanada biriken gül suyu, üzerinde biriken gül yağı ile birlikte konsantre halde bütün dünyaya pazarlanmaktadır. Ancak bazı işletmelerde gül suyunun üzerinde biriken gül yağları ayırarak "İran gül yağı" olarak satılmaktadır. Son yıllarda İran'da endüstriyel tipi distilasyon yöntemleriyle gül yağ ve gül suyu üretimi yapılmaya başladı ise de, bu ülke gül yağı ihracatında henüz Türkiye ve Bulgaristan için dikkate değer bir rakip değildir.

Dünyada geleneksel olarak gül yağı ve gül suyu üretimi yapılan diğer önemli bir ülke de Hindistan'dır. Hindistan'da Rajasthan eyaletinin Himachal Pradesh, Kashmir ve Pushkar yörelerinde, Uttar eyaletinde Hasayan, Ettah, Kanuj, Ghazipur ve Lucknow yörelerinde ve Punjab eyaletinde Pradesh ve Bihar yörelerinde yağ gülü kültürü yapılmaktadır. Hindistan'da 16 yüzyılda Babür kralı Cihangir'in eşi Nurcihan'ın gül serpilmiş havuzda gül yağını keşfetmesiyle birlikte ülkede gül tarımı giderek büyük önem kazanmıştır. Günümüzde net olarak üretim alanı bilinmemekle birlikte ağırlıklı olarak Batı Himalaya bölgesinde yer alan 2.5-3 bin ha alanda üretim yapıldığı ve yılda 200 kg kadar gül yağı ve en fazla da gül suyu üretildiği

tahmin edilmektedir (Shawl ve Adams, 2009). Hindistan'da üretilen gül yağı ve gül suyu ancak kendi ihtiyaçlarını karşılayabilecek düzeyde olduğundan ihracat yapılmamaktadır.

Yağ gülünün kendine has kokusunu veren uçucu yağlar çiçeğin başlıca pembe renkli petal yapraklarında depolanırlar ve salgılanırlar (Baydar ve ark., 2013). Yağ gülü kokusunu oluşturan terpenik yapıdaki koku molekülleri monoterpenler, seskiterpenler, aromatik alkoller, oksitler, eterler, esterler ve aldehitlerden oluşurlar (Dudareva ve Pichersky, 2000). Bu zamana kadar yapılan araştırmalarda, gül türlerinde ve çeşitlerinde 400'ün üzerinde floral koku molekülü tespit edildiği rapor edilmiştir (Omata ve ark., 1991). Türk ve Bulgar gül yağlarında yapılan GC-FID ve GC-MS analizlerine göre gül yağının en önemli koku bileşenleri monoterpenik alkoller (sitronellol, geraniol ve nerol) ile alkenler, parafinler ve stearoptenler (nonadesan, nonadesen, eikosan, heneikosan ve trikosan)'dir (Garnero ve Buil, 1976; Anaç, 1984; Kovats, 1987; Başer, 1992; Bayrak ve Akgül, 1994; Erbaş ve Baydar, 2016). Yağ gülü çiçeklerinin hem uçucu yağ içeriği hem de bileşenleri üzerine genetik (genotip) ve çevre (ekoloji) yanında, çiçek gelişme devresi, çiçek hasat zamanı ve dönemi, çiçek toplandıktan sonra damıtmaya kadar geçen süre, distilasyon süresi ve yöntemi gibi daha pek çok faktör önemli etkilere bulunmaktadır (Baydar, 2016).

Gül yağı, dünyada en değerli ve en pahalı uçucu yağlardan birisi olduğundan, "tağşiş" (katıştırma) yoluyla içine gül kokusuna benzer olup daha ucuz ve fazla elde edilebilen sardunya, karanfil, geranium, palmarosa, sitronella gibi diğer uçucu yağlar katılmaktadır (Vankar, 2003). Doğal uçucu yağlardan başka, feniletıl alkol, sitronellol, geraniol ve nerol gibi sentetik esanslar ve bitkisel sabit yağlar, monopropilen glikol (MPG), dipropilen glikol (DPG), tyranton (diaseton alkol), dietil fitalat (DEP) gibi seyrelticiler gülyacağı ve gül suyuna karıştırılmaları muhtemel tağşiş unsurlarıdır (Özkostak ve Baydar, 2015). Demiray ve ark. (2014) tarafından yapılan bir araştırmada, Antalya'da esans yağlarının satıldığı marketlerden temin edilen 11 gül yağı numunesinde %90.9 oranında tağşişe rastlandığı tespit edilmiştir.

Gül yağının saflığı ve kalitesi fiziksel, organoleptik, kimyasal, kromatografik ve spektroskopik analizlerle belirlenebilmektedir. Bilhassa gül yağı saflığı ve kalitesini ortaya koyan yoğunluk, kırılma indeksi, optik rotasyon, erime ve donma dereceleri gibi fiziksel özellikler ile GC/MS ile kolaylıkla belirlenebilen koku molekülleri (kompozisyonu ve miktarları) gibi kimyasal özellikler belirlenebilmektedir. Elde edilen fiziksel ve kimyasal değerler yardımıyla herhangi bir gül yağı numunesinin standartlara uyup uymadığı kontrol edilebilmektedir. Dünyada gül yağı standartları ISO 9842:2003, Türkiye'de TS 1040:1971 ve Bulgaristan'da BDS ISO 9842:2004 esas

alınarak belirlenmektedir. Bu araştırmada, 2017 yılında Türkiye (Isparta), Bulgaristan (Kazanlık) ve İnan (Darab)'dan temin edilen gül yağı örneklerinde GC-FID ile uçucu yağ bileşenleri tespit edilerek uluslararası gül yağı standardı (ISO 9842:2003) temel olarak karşılaştırılmıştır.

2. Materyal ve Metot

Bu araştırmada materyal olarak 2017 yılı ürünü olan Türkiye (Isparta), Bulgaristan (Kazanlık) ve İnan (Darab)'dan temin edilen ve bu ülkelerin kendi gül yağı distilasyon işlemlerine göre elde edilmiş olan ve ticari olarak satılan gül yağları kullanılmıştır. Gül yağı örnekleri, Isparta'da faaliyet gösteren Sebat Gülyacağı Ltd. Şti.'den temin edilmiştir. Gül yağı numuneleri 1/10 (v/v) oranında aseton ile seyreltildikten sonra 1 µL örnek GC-FID (gaz kromatografisi alev iyonlaşma dedektörü) cihazına (TRACE GC Ultra, Thermo Fisher Scientific, USA) yüklenmiştir. Kapiler kolon olarak TR-Wax MS (60 mm x 0.25 mm x 0.25 µm) kullanılmıştır. Fırın sıcaklık programı dakikada 6 °C artarak 80 °C'den 240 °C'ye ulaşmış ve 220 °C'de 10 dakika kadar bekleme şeklinde yapılmıştır. Cihazın enjektör ve detektör sıcaklıkları 250 °C olarak, split oranı 1/10 olarak ayarlanmıştır. Taşıyıcı gaz olarak helyum gazı (50 mL/dakika ve kolon akış hızı 3 mL/dakika), FID gazları olarak hava (350 mL/dakika) ve hidrojen gazı (35 mL/dakika) kullanılmıştır. Hindistan orijinli gül yağı temin edilemediği için Shawl ve Adams (2009) tarafından belirlenen Keşmir gül yağının GC-FID analiz sonuçları referans olarak kullanılmıştır. GC-FID ile tespit edilen uçucu yağ bileşenleri arasından uluslararası gül yağı standardı (ISO 9842:2003)'nda belirtilen kalite parametreleri esas alınarak her bir gül yağının standartlara uygunluğu belirlenmiştir: sitronellol (%20-34), nerol (%5-12), geraniol (%15-22), feniletıl alkol (maksimum %3.5), heptadesan (%1-2.5), nonadesan (%8-15) ve heneikosan (%3.0-5.5), alifatik hidrokarbonlar (stearoptenler: C17+C19+C21) (%12-23) ve monoterpen alkoller (oleoptenler: %40-78). Ayrıca Başer (1992) tarafında gül yağlarında koku kalitesini tahmin etmeye dönük olarak açıklanan Sitronellol (S) /Geraniol (G) oranları (1.25-1.30) dikkate alınmıştır (Tablo 1).

3. Bulgular ve Tartışma

Tablo 1'de Türk, Bulgar, İnan ve Hint gül yağlarının temel bileşenleri ve ISO 9842:2003 kalite standartları sunulmuştur. Türk ve Bulgar gül yağlarının oksijenli monoterpenlerden sitronellol (sırasıyla %34.05 ve %31.06), geraniol (sırasıyla %16.55 ve %21.11) ve nerol (sırasıyla %7.68 ve %10.68) bakımından, İnan gül yağının ise alifatik hidrokarbonlardan nonadesan (%23.56), nonadesen (%10.26) ve heneikosan (%8.82) bakımından daha zengin olduğu tespit edilmiştir. Türk, Bulgar ve İnan gül yağlarında toplam monoterpen alkoller sırasıyla %58.28, %62.85 ve %13.39 olarak, toplam alifatik hidrokarbonlar sırasıyla %17.03, %20.55 ve %44.14 olarak belirlenmiştir (Tablo 1).

Türk ve Bulgar gül yağlarının uçucu yağ bileşenlerine ilişkin elde edilen oranlar daha önce Anaç (1984), Başer (1992) ve Bayrak ve Akgül (1994) tarafından elde edilen değerler ile uyum göstermiştir. Gül yağında yüksek kalite için monoterpen alkollerin (uçuculuğu fazla olan ve hafif olan oleoptenler) yüksek, alifatik hidrokarbonların (oleoptenlere göre daha az uçucu ve ağır olan stearoptenler) ise düşük oranlarda bulunması istenmektedir (Başer, 1992). Yüksek oranda geraniol içeren gül yağları sitronellol, nerol ve farnesol bileşenlerinin ideal kombinasyonu ile güçlü, tatlı, taze ve floral bir karakter kazanmaktadır (Chinou, 2013).

İran'da gül yağı geleneksel olarak Fars tipi imbiklerde kohobasyon işlemi yapılmadan tek seferde elde edilen konsantre gül sularının üzerinde biriken gül yağları toplanarak üretilmektedir. Bu nedenle, İran gül yağı örneğinin sitronellol, geraniol ve nerol gibi oleoptenler bakımından zayıf, nonadesan, nonadesen ve heneikosan gibi stearoptenler bakımından ise zengin olduğu tespit edilmiştir (Tablo 1). Türk gül yağlarının damıtma sürecinde birinci aşama (sadece çiçekten gelen birinci yağ) ve ikinci aşama (yağlı sudan kohobasyonla elde edilen ikinci yağ) elde edilen gül yağlarının bileşenleri ile karşılaştırıldığında, birinci yağlar stearoptenler bakımından, ikinci yağlar ise oleoptenler bakımından daha zengindir (Başer ve ark., 1990; Baydar ve Göktürk Baydar, 2001). Bu yönüyle İran gül yağları Türk gül yağlarının birinci yağına (çiçek yağına) daha çok benzemektedir. Shawl ve Adams (2009) tarafından belirlenen Keşmir gül yağının GC-FID analiz sonuçları ise içerik olarak İran gül yağına değil, daha çok Bulgar ve Türk gül yağlarına benzediği gözlenmiştir (Tablo 1).

ISO standardına göre en fazla %3.5 olması gereken feniletil alkol oranı Türk gül yağında %1.39, Bulgar gül yağında %0.98 ve İran gül yağında %0.05 olarak tespit edilmiştir. Bir tür benzenoid olan feniletil alkol gerçekte taze gül çiçeğinin temel koku molekülüdür. Diğer taraftan feniletil alkolün (PEA) ana kaynağı olan 2-feniletil β -D-glukopiranosit damıtma boyunca kolaylıkla hidrolize olarak damıtma suyuna veya gül suyuna geçmektedir (Eikani ve ark., 2005). HS-SPME tekniği ile taze gül çiçeklerinde %44.5 oranında saptanan feniletil alkol oranı, damıtma sonucunda gül yağında ancak %1.3 oranında tespit edilebilmiştir (Baydar ve Erbaş, 2016).

Her ne kadar standartlarda geçerse de gül yağının kalitesi üzerinde belirleyici olan bileşenlerinden birisi de metil öjenoldür. Mutagenik ve alerjik reaksiyonlara sebep olduğu öne sürülen metil öjenolün (*methyl eugenol*, $C_{11}H_{14}O_2$) gül yağında ya hiç veya belirli sınırlarda bulunması istenmektedir (Harris, 2002). Halihazırda metil öjenol parfümlerde %0.3-0.8 oranında, krem ve losyonlarda % 0.01-0.05 oranında, sabun ve deterjanlarda %0.02-0.2 oranında koku verici olarak kullanıldığı rapor edilmektedir (Anonim, 2000). Bu nedenle son yıllarda fraksiyonel distilasyon yapılarak metil öjenolden arındırılmış gül yağlarının üretimi üzerinde yoğun çabalar harcanmaktadır (Kınacı, 2016). Gül yağındaki metil öjenolün asıl kaynağının petal dışındaki kısımlar ve özellikle de erkek organlar (stamenler) olduğu saptanmıştır (Rusanov ve ark., 2012; Baydar ve ark., 2013). Gül çiçeklerinin bütün olarak damıtılmasıyla elde edilen gül yağında metil öjenol %1.26 oranında bulunurken, petal yaprakların damıtılmasıyla iz düzeyde (%0.004), stamenlerin damıtılmasıyla ise yüksek düzeyde (%5.49)

Tablo 1. Türk, Bulgar, İran ve Hint gül yağlarının temel bileşenleri ve kalite standartları

Bileşenler	Yapısı	Sınıfı*	Türk Gül Yağı (Isparta)	Bulgar Gül Yağı (Kazanlık)	İran Gül Yağı (Darab)	Hint Gül Yağı (Keşmir)**	ISO (9842:2003)***
Sitronellol	$C_{10}H_{20}O$	OM	34.05	31.06	12.70	35.70	20-34
Nerol	$C_{10}H_{18}O$	OM	7.68	10.68	0.40	8.80	5-12
Geraniol	$C_{10}H_{18}O$	OM	16.55	21.11	0.29	30.20	15-22
Feniletil alkol	$C_8H_{10}O$	BB	1.39	0.98	0.05	1.10	<%3.5
Heptadesan	$C_{17}H_{34}$	AH	1.00	0.25	1.50	0.90	%1-2.5
Nonadesan	$C_{19}H_{40}$	AH	10.18	15.55	23.56	3.5	%8-15
Nonadesen	$C_{19}H_{38}$	AH	2.85	0.80	10.26	0.70	
Heneikosan	$C_{21}H_{42}$	AH	3.00	4.20	8.82	1.30	%3.0-5.5
<i>Alifatik hidrokarbonlar (stearoptenler) (C17+C19+C21)</i>			17.03	20.55	44.14	6.4	12-23
<i>Monoterpen alkoller (oleoptenler)</i>			58.28	62.85	13.39	74.70	40-78
ISO (9842:2006) standardına uygunluk gösteren parametre sayısı			9/9	8/9	2/9	4/9	9/9
S/G oranı			2.05	1.47	43.79	1.18	1.25-1.30****
Etanol	C_2H_4O	AA	1.95**	0.81	0.05	t	
Metil öjenol	$C_{11}H_{14}O_2$	FP	2.22	1.88	2.06	1.40	

*OM: Oksijenli Monoterpen; BB: Benzenoid bileşeni; AH: alifatik hidrokarbon; AA: Aromatik Aldehit, FP: Fenil Propen

**Shawl ve Adams (2009) tarafından belirlenen Keşmir gül yağının GC-FID analiz sonuçları

***ISO 9842:2003. Oil of rose (*Rosa x damascena* Miller).

****Başer (1992) tarafından açıklanan değerler

bulunmaktadır (Baydar ve Erbaş, 2016). Bu sonuç, çiçeğin sadece petal yapraklarından (ağırlıkça çiçeğin %65-75'ini oluşturur.) gül yağı damıtılarak neredeyse metil öjenolsüz gül yağı üretilebileceğini göstermesi bakımından önemlidir.

Araştırmamızda, GC-FID analiz sonuçlarına göre metil ojenol Türk gül yağında %2.22, Bulgar gül yağında %1.88, İnan gül yağında %2.06 ve Hint gül yağında %1.40 olarak tespit edilmiştir (Tablo 1). Türk gül yağında metil öjenol oranının yüksek çıkması, yağ gülü çiçeklerinin hem geç saatlere kadar toplanması hem de toplandıktan sonra geç damıtılması nedeniyle ortaya çıkan fermantasyon (mayalanma)'dan kaynaklanmaktadır. Fermantasyonun en önemli nedeni, taze toplanan çiçekler çuvallar içerisinde beklerken ortaya çıkan yüksek ısıyla birlikte uçucu yağların enzimatik olarak parçalanması ve dönüşmesiyle ilgilidir. Normalde sabah çok erken saatlerde toplanan çiçeklerden damıtılan gül yağlarında geraniol oranı sitronellol oranından fazladır. Ancak bizim araştırmamızda da kullandığımız ticari (endüstriyel) gül yağlarında sitronellol oranı genellikle geraniol oranından yüksektir (Tablo 1). Çünkü endüstriyel damıtma süreci boyunca, çiçeklerin tarladan toplanıp damıtma tesisine geç ulaşması ve tesiste çuvalların aşırı şekilde yığılması sebebiyle geç saatlere kadar sıcakta bekletilmesi fermantasyona neden olmakta ve fermantasyon boyunca da geraniol oranı azalırken sitronellol ve metil öjenol oranı artı göstermektedir (Baydar ve Göktürk Baydar, 2005; Baydar ve ark., 2007; Baydar ve ark., 2008).

Damıtma sonunda elde edilen gül yağında Sitronellol/Geraniol (S/G) oranı eğer 1'in altında çıkması gül çiçeklerinin fermentasyona uğramadan damıtıldığına işaret eder. Türk, Bulgar ve İnan gül yağlarında S/G oranı sırasıyla %2.05, %1.47 ve 43.79 olarak tespit edilmiştir (Tablo 1). Başer (1992) ideal kalitede bir gül yağında S/G oranının 1.25-1.30 düzeylerinde bulunduğunu bildirmiştir. Bu değere en yakın gül yağının 1.18 ile Hint gül yağında olduğu görülmektedir (Tablo 1). Ancak ISO gül yağı kalite standartlarına İnan gül yağından sonra en az uygunluk gösteren de Hint gül yağı olmuştur. Bu nedenle sadece S/G oranına veya başa bir parametreye uygun olması o yağın bütünüyle kaliteli olduğunu ifade etmemektedir. Ayrıca gül yağında normalin üzerinde etanol bulunması, damıtmada yüksek miktarlarda fermente gül çiçeği kullanıldığına bir diğer göstergesidir (Başer, 1992). Bizim araştırmamızda, Türk, Bulgar ve İnan gül yağlarında etanol oranları sırasıyla %1.95, %0.81 ve %0.05 olarak tespit edilmiştir (Tablo 1). Bu sonuç, Türk gül yağlarının fermente olmuş, Bulgar gül yağının kısmen fermente olmuş ve İnan gül yağının ise fermente olmamış yağ gülü çiçeklerinden damıtıldığına işaret etmektedir. İz düzeyde etanol içeren ve S/C oranı en düşük olan Hint gül yağının en az fermente olmuş çiçeklerden elde edildiği söylenebilir.

4. Sonuç

Bu araştırmada, uluslararası gül yağı standardında uçucu yağ bileşenleri için belirtilen sınır değerlerine Türk ve Bulgar gül yağı örnekleri büyük oranda uygunluk gösterirken, Hint gül yağı örneği sadece sitronellol, nerol ve feniletıl alkol bakımından, İnan gül yağı örneği ise sadece feniletıl alkol ve heptadesan bakımından sınır değerlerine uygun bulunmuşlardır. Türk gül yağlarının diğerlerine göre daha yüksek oranlarda sitronellol, metil ojenol ve etanol içermesi, fermente olmuş gül çiçeklerinden damıtma yapıldığına yorumlanmıştır. Ancak uzun yıllardır bu şekilde dünya pazarlarında yer bulduğundan, Türk gül yağları kendine özgü bir değer yaratmıştır. Diğer yandan Bulgar gül yağları, Türk gül yağlarına kıyasla nispeten daha düşük sitronellol ve daha yüksek geraniol oranı ile öne çıkmıştır. ISO 9842:2003 gül yağı standardı Bulgar, Türk ve Fas tipi gül yağlarına göre hazırlandığından, İnan ve Hindistan orijinli gül yağları ise gerek farklı damıtma yöntem ve tekniklerinden, gerekse farklı iklim ve kültürel uygulamalardan kaynaklanan nedenlerle standartlara uymamaktadır. Örneğin İnan gül yağına ilişkin GC-FID analiz sonuçları, bu yağın imbikle elde edilmiş gül sularının üzerinde biriken gül yağlarının toplanarak elde edildiği göstermektedir. Türk ve Bulgar gül yağlarının kohobasyon destekli su distilasyon yönteminde olduğu gibi, son yıllarda İnan'da endüstriyel olarak kohobasyonlu damıtma tesislerinin sayısı giderek artmaktadır. Sonuç olarak uluslararası standartlara uygun gül yağı üretmek için sadece ideal ekolojik koşullara ve kültürel uygulamalara değil, aynı zamanda endüstriyel distilasyon proseslerine de ihtiyaç duyulmaktadır. Ancak dünyada iklim, teknoloji ve tüketim alışkanlıklarında yaşanan değişimler dikkate alınarak gül yağı standartlarının da bu değişimlere göre güncellenmesi gerekmektedir.

Kaynaklar

- Anaç O (1984). Gas chromatographic analysis on Turkish rose oil, absolute and concrete. *Perfumer & Flavorist*, 9: 1-14.
- Anonim (2000). Toxicology and carcinogenesis studies of methyl eugenol (CAS No. 93-15-2) in F344/N rats and B6C3F1 mice. National Toxicology Program Technical Report Series, 491: 1-412.
- Anonim (2021). Tarım istatistikleri. TÜİK, <http://www.tuik.gov.tr> (erişim tarihi: 10 Kasım 2021).
- Atanasova T, Kakalova M, Stefanof L, Petkova M, Stoyanova A, Damyanova S, Desyk M (2016). chemical composition of essential oil from *Rosa damascena* Mill., growing in new region of Bulgaria. *Ukrainian Food Journal*, 5 (3): 492-498.

- Aycı F, Aydın M, Bozdemir OA, Tutaş M (2005). Gas chromatographic investigation of rose concrete, absolute and solid residue. *Flavour and Fragrance Journal*, 20: 481-486.
- Aydın M, Tutaş M (2003). Production of rose absolute from rose concrete. *Flavour and Fragrance Journal*, 18 (1): 26-31.
- Başer KH, Kürkçüoğlu M, Konur OZ (1990). Türk gül yağının üretimi ve özellikleri. *Anadolu Üniversitesi Tıbbi ve Aromatik Bitkiler Bülteni*, Gül Özel Sayısı 4: 13-15.
- Başer KHC (1992). Turkish rose oil. *Perfumer & Flavorist* 17: 45-52.
- Baydar H (2016). Yağ gülü tarımı ve endüstrisi. *Tıbbi ve Aromatik Bitkiler Bilimi ve Teknolojisi (Genişletilmiş 5. Baskı)*. Süleyman Demirel Üniversitesi Yayın No: 51, pp. 290-325.
- Baydar H, Kazaz S, Erbaş S (2013). Yağ gülünde (*Rosa damascena* Mill.) morfolojik, ontogenetik ve diurnal varyabiliteler. *Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 8 (1): 1-11.
- Baydar H, Erbaş S (2016). Yağ gülü (*Rosa damascena* Mill.)'nde tepe boşluğu katı faz mikro ekstraksiyonu (HS-SPME) ve konvansiyonel su distilasyonu yöntemleri ile elde edilen uçucu bileşenlerin karşılaştırılması. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 20 (1): 27-36.
- Baydar H, Erbaş S, Kineci S, Kazaz S (2007). Yağ gülü (*Rosa damascena* Mill.) damıtma suyuna katılan Tween-20'nin taze ve fermente olmuş çiçeklerin gül yağı verimi ve kalitesi üzerine etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 2 (1): 15-20.
- Baydar H, Göktürk Baydar N (2005). The effects of harvest date, fermentation duration and Tween 20 treatment on essential oil content and composition of industrial oil rose (*Rosa damascena* Mill.). *Industrial Crops and Products*, 21: 251-255.
- Baydar H, Göktürk Baydar N (2001). Yağ gülü (*Rosa damascena* Mill.)'nde verim ve kalite üzerine hasat dönemi, distilasyon için bekleme süresi ve distilasyon aşamalarının etkisi. IV. Tarla Bitkileri Kongresi, 17-21 Eylül, pp. 117-122, Tekirdağ.
- Baydar H, Kazaz S (2013). Yağ gülü ve İsparta gülcülüğü. *Gül Birlik Yayın No: 1, Isparta*.
- Baydar H, Schulz H, Kruger H, Erbaş S, Kineci S (2008). Influences of fermentation time, hydro-distillation time and fractions on essential oil composition of damask rose (*Rosa damascena* Mill.). *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 11 (3): 224-232.
- Bayrak A, Akgül A (1994). Volatile oil composition of Turkish rose oil (*Rosa damascena*). *Journal of The Science of Food and Agriculture*, 64: 441-448.
- Chinou I (2013). Assessment report on *Rosa gallica* L., *Rosa centifolia* L., *Rosa damascena* Mill., European Medicines Agency, Committee on Herbal Medicinal Products (HMPC).
- Demiray K, Çınar O, Tanrıseven M, Tuğrul Ay S, Gölükçü M (2014). Bazı ticari tıbbi ve aromatik bitki yağlarının kalite özelliklerinin araştırılması. *TAGEM Projesi*, Ankara.
- Dudareva N, Pichersky E (2000). Biochemical and molecular genetic aspects of floral scents. *Plant Physiology*, 122: 627-633.
- Eikani MH, Golmohammad F, Rowshanzamir S, Mirza M (2005). Recovery of water-soluble constituents of rose oil using simultaneous distillation-extraction. *Flavour & Fragrance Journal*, 20 (6): 555-558.
- Erbaş S, Baydar H (2016). Variation in scent compounds of oil-bearing rose (*Rosa damascena* Mill.) produced by headspace solid phase microextraction, hydrodistillation and solvent extraction. *Records of Natural Products*, 10 (5): 555-565.
- Garnero J, Buil P (1976). Evolution of the composition of the rose essential oils and concrete during the production campaign. *Aerosol*, 58: 537-540.
- Georgiev E, Stoyanova A (2006). A guide for the specialist in aromatic industry, Plovdiv, Bulgaria.
- Guenther E (1952). Oil of rose. in: the essential oils. Florida, USA. pp. 3-48.
- Harris B (2002). Methyl eugenol – the current bete noir of aromatherapy. *International Journal of Aromatherapy*, 12 (4): 193-201.
- Kınacı S (2016). Çeşitli ayırma teknikleri uygulayarak gülyağından metil öjenolün izolasyonu. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Doktora Tezi*.
- Kovacheva N, Rusanov K, Atanassov I (2010). Industrial cultivation of oil bearing rose and rose oil production in Bulgaria during 21st century directions and challenges. *Biotechnology & Biotechnology Equipment*, 24 (2): 1793-1789.
- Kovats E (1987). Composition of essential oils. Bulgarian oil of rose (*Rosa damascena* Mill.). *Journal of Chromatography*, 406: 185-222.
- Kürkçüoğlu M, Başer KHC (2003). Studies on Turkish rose concrete, absolute and hydrosol. *Chemistry of Natural Compounds*, 39 (5): 457-464.

- Lawrence BM (1991). Progress in essential oils: Rose oil and extracts. *Perfumer & Flavorist*, 16: 43-77.
- Omata A, Yomogida K, Nakamura S, Ota T, Toyoda T, Amano A, Muraki S (1991). New sulphur components of rose oil. *Flavour and Fragrance Journal*, 6: 149-152.
- Özkostak B, Baydar H (2015). Organik ve konvansiyonel gül yağlarının uçucu yağ bileşenleri ve pestisit kalıntısı yönüyle karşılaştırılması. Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi, TÜBİTAK 2209/A, pp. 11, Isparta.
- Rusanov K, Kovacheva N, Rusanova M, Atanassov I (2012). Reducing methyl eugenol content in *Rosa damascena* Mill. rose oil by changing the traditional rose flower harvesting practices. *Journal of European Food Research and Technology*, 234: 921–926.
- Shawl AS, Adams R (2009). Rose oil in Kashmiri India. *Perfumer and Flavorist*, 34: 22-25.
- Vankar S (2003). Adulteration in rose oil. *Natural Product Radiance*, 2 (4): 180-181.