

Meyve Ürünlerinde Otantisite Tespiti ve Kullanılan Metotlar

Tamer ARSLAN

Malatya Turgut Özal Üniversitesi, Darende Bekir Ilıcak Meslek Yüksekokulu, Malatya, Türkiye

tamer.arslan@ozal.edu.tr (Sorumlu Yazar)

Özet

Meyve ürünleri insanlar tarafından sevilerek tüketilen Dünyada popüler bir ürün haline gelmiştir. Ancak meyvelerin her mevsim bulunmaması, bazı meyvelerin ekonomik değerinin yüksek olması ve bunun sonucunda meyve ürünlerinde yapılan tağşiş kaliteli meyve endüstrisini sekteye uğratmaktadır. Meyve ürünlerinin orijinallliği aynı zamanda kalite güvenliğinin göstergesi olarak kabul edilmektedir. Bu noktada meyve ürünlerinin otantisite tespitinde çeşitli bileşikler ve farklı metotlar kullanılmaktadır. Bu derlemenin amacı meyve ürünlerinde otantisite tespiti, bu tespitte kullanılan bazı bileşikler ve kromatografi, spektroskopi başta olmak üzere uygulanan bazı teknikleri açıklamaktır.

Anahtar Kelimeler: Meyve, Meyve ürünü, Otantisite, Tağşiş, Kromatografi

Authentication of Fruit Products and Methods Used

Abstract

Fruit products have become a popular product enjoyed worldwide. However, the unavailability of fruits throughout the year, the high economic value of some fruits, and the resulting adulteration of fruit products are disrupting the quality fruit industry. The authenticity of fruit products is also considered an indicator of quality assurance. Various compounds and different methods are used to determine the authenticity of fruit products. The purpose of this review is to explain the determination of authenticity in fruit products, some of the compounds used in this determination, and some of the techniques employed, particularly chromatography and spectroscopy.

Keywords: Fruit, Fruit products, Authenticity, Adulteration, Chromatography

Giriş

Meyve suları, sağlıklı, olgun ve taze meyvelerin veya sağlıklı koşullarda muhafaza edilen meyvelerin yenilebilir kısımlarından, hasat sonrası yüzey işlemleri de dahil olmak üzere uygun yöntemlerle, Gıda Kodeksi Komisyonu'nun ilgili hükümlerine uygun olarak uygulanan fermente edilmemiş ancak fermente edilebilir sıvıdır. Sadece lezzeti ve aroması için değil, aynı zamanda sağlığa faydalı etkileri nedeniyle de dünya çapında tüketilmektedir (Zielinski vd., 2014). Birçok çalışma; meyve bileşenlerinin insanlar üzerinde kronik inflamatuvar hastalıkları, bazı kanserleri, kardiyovasküler hastalıkları önlemenin yanı sıra antimikrobiyal ve antikaryojenik etkiler gibi etkileri olduğunu ileri sürmüştür (de Pascual-Teresa ve Sanchez-Ballesta 2008; Diaz-Garcia vd., 2013; Pan vd., 2010). Küresel Gıda Güvenliği Girişimi'ne göre, gıda sahtekarlığı, "gıda ürünü iddiaları ile gerçek gıda ürünü özellikleri arasında kasıtlı olarak uyumsuzluk

yaratan, iddiaların kasıtlı olarak yanlış olduğunu bildiren veya yapılması gereken iddiaları kasıtlı olarak ihmal eden" bir eylemdir (Morin ve Lees 2018). Tağşiş; ikame, seyreltme, gizleme ve yanlış etiketleme gibi unsurlardan oluşur. Meyve ürünleri, genellikle sahtecilik hedefi olan bir tür gıda ürünüdür (Moore vd., 2012). Ekonomik amaçlı sahtecilik, gıda sahtekarlığının bir alt kümesidir ve maddi kazanç sağlama potansiyeline sahiptir ve aslında tüketicilerin haklarını ve çıkarlarını zedeler (Asadpoor vd., 2014). Ürünlerin gerçekliği, elde edildiği meyvenin/meyvelerin temel fiziksel, kimyasal, organoleptik ve besinsel özelliklerinin korunmasıdır. Gıda orijinallığının doğrulanması, gıda güvenliği için önemlidir ve küreselleşme nedeniyle daha da önemli hale gelmiştir (Koda vd., 2012). Bu derlemenin amacı meyve ürünlerinde otantisite tespiti, bu tespitte kullanılan bazı bileşikler ve kromatografi, spektroskopi başta olmak üzere uygulanan bazı teknikleri açıklamaktır.

Ayrıca, gelecekteki zorluklar ve eğilimler de önerilmektedir.

Otantisiteyi Gösteren Bazı Bileşikler Stabil izotoplar

Kararlı izotoplar, gıdalarda otantisite doğrulaması için uygun bileşiklerdir, çünkü oranları iklim koşullarına, coğrafi kökene, toprak yapısına ve gıda bileşenlerinin kökeninin bulunduğu yerin jeolojisine, meyve verenin buharlaşma yoğunluğuna göre değişir. İzotop oranlarını değiştirmek ekonomik olarak mümkün olmadığından, bu durumdan kaçınmak zordur (Bong vd., 2008). Birincil gösterge olarak, gıdalardaki H ve O izotopik verileri genellikle coğrafi değişkenliğe sahip kaynak bölgedeki suyla bağlantılıdır; N ve C izotopları iklim ve tarımsal uygulamalarla ilişkilidir ve S izotopları jeoloji, volkanizma, denizden uzaklık ve bazı antropojenik etkilere etkilendir (Drivelos ve Georgiou, 2012). Ayrıca, gerçek meyve ürünlerindeki izotop oranlarındaki değişimler mevsimle de bağlantılı olabilir. Meyvelerin kökenine bağlı olarak, özellikle meyvelerde izotop oranları değişkenlik gösterebilir. Bu değişimler kinetik veya termodinamik izotop etkilerinden kaynaklanır ve bu nedenle fiziksel veya biyokimyasal süreçlerin gerçekleştiği koşulları yansıtır (Rummel vd., 2010). Ağır izotop oranlarının bölgesel farklılıkları, ana nükleitlerin radyoaktif bozunması ve yavru nükleitlerin radyojenik artışı nedeniyle oluşur ve jeolojik süreçler sırasında evrimleşir. Biyojen dokudaki ağır elementlerin izotopik özellikleri, jeolojik ortamdan miras alınır ve bu nedenle bölgesel geo-, lito- ve pedolojik duruma bağlı olarak mekansal olarak değişir (Horn vd., 1993). Meyve orijinallliğini tespit etmek için bir araç olarak izotop oranı analizinin etkinliği, numunelerin izotop oranı verilerinin orijinal meyve verileriyle karşılaştırılmasıyla artırılabilir. Ancak, belki de tüm izotop oranları mevsimle ilişkili değildir. Avustralya portakal suları üzerinde yapılan çalışma sırasında C izotop oranında önemli bir mevsimsel değişiklik gözlemlenmemiştir. (Antolovich vd., 2001).

Fenolik bileşikler

Fenolik asitler, flavonoidler, stilbenler, kumarinler, lignanlar ve tanenler dahil olmak üzere fenolikler, meyvelerin önemli bileşenleridir. Bu bileşikler in vitro olarak geniş bir antioksidan aktivite yelpazesi gösterir ve kanser ve kardiyovasküler hastalıklar gibi önemli hastalıklara karşı koruyucu etkilere sahip oldukları düşünülmektedir (Shahidi ve Ambigaipalan, 2015). Bazı meyve ürünlerinde, karakteristik fenolikler, diğer meyve ürünlerindeki sahteciliği tespit etmek için başarıyla kullanılmıştır (Abad-Garcia vd., 2014). Bununla birlikte, meyve çeşidine, olgunluk aşamasına, büyüme sırasındaki çevresel koşullara, depolama koşullarına, hasat sonrası işlemlere, meyve bazlı ürünlerde kabuğun

varlığına ve ekstraksiyon sistemine bağlı olarak niceliksel farklılıklar meydana gelebilir (Abad-Garcia vd., 2012).

Floridzin (floretilin 20-O-b-D-glukozit), elmanın karakteristik bir fenolik bileşiğidir ve elmadaki suda çözünür fenolik bileşiklerin %90'ından fazlasını temsil eden bir dihidrokalkon glikozit fenolik bileşiğidir (Fromm vd., 2012). Floridzin, portakal, mor üzüm, çilek gibi otuzdan fazla bitki familyasında da bulunur; ancak elma, diğer meyvelerle karşılaştırıldığında en yüksek miktara sahiptir (Fromm vd., 2012). Birçok araştırma, yüksek miktarda floridzin'in elma suyunda bulunduğunu kanıtlamıştır (Hilt vd., 2003). Meyveler arasında, Obón vd. (2011), kırmızı meyvelerdeki antosiyaninleri ve betasiyaninleri tanımladılar ve her kırmızı meyve suyunun, tespiti için yararlı olan bir veya daha fazla spesifik antosiyanin içerdiğini belirttiler. Mesela meyve suyu karışımındaki çilek, pelargonidin 3-glukozit, kırmızı ahududu suyu siyanidin 3-sophorozit ve vişne suyu siyanidin 3-glukozil-rutinozit varlığıyla tespit edilebilir. Ancak, bu meyvelerin karışımı, tanımlanmasında zorluklara neden olabilir. Pelargonidin 3-sophorozitin tespiti, kırmızı ahududu varlığını gösterirken, yaban mersini delfinidin 3-arabinozit varlığıyla karakterize edilir.

Karbohidratlar

Meyve ürünlerinin büyük çoğunluğunda toplam çözünür katıların %95'inden fazlasını karbohidratların oluşturması nedeniyle, yaygın taşıyıcı yöntemlerinden biri; ürüne suyun yanı sıra, kolaylıkla temin edilebilen ve daha düşük maliyetli tatlandırıcıların eklenmesidir (Willems ve Low, 2014). Genellikle sakaroz (kamuş veya pancardan), invert şeker (toplam invert şeker) ve orta invert şeker, yüksek fruktozlu şuruplar, hidrolize inülin şurubu ve nişasta hidrolizatları kullanılır. Bu konularda, karbohidrat profili, içerikleri ve oranları hakkında doğru bilgi, meyve ürünlerinin gerçekliğini belirlemek için faydalı bir araç olabilir (Nikolaou vd., 2017). Ticari tatlandırıcıların sahteciliğini tespit etme prensibi, normalde meyve ürünlerinde bulunmayan ve tatlandırıcı üretimi sırasında asit/enzimatik hidroliz veya izomerizasyon yoluyla oluşan bu spesifik eser belirteçlerin varlığıdır. Dolayısıyla, bu belirteçler (bilinen bileşikler veya bilinmeyen pikler olabilir) meyve sularında tespit edilirse, ilgili ticari tatlandırıcıların sahte olduğu sonucuna varılabilir. Örneğin sakkarozun doğrudan eklenmesi nispeten kolay tespit edilir. Sakkaroz eklenmesi, başlıca turuncu karbohidratların yaklaşık eşit mol oranını değiştirerek, sakkarozun kılcal bölge elektroforezi ile tespit edilen pik alanını %70 oranında artırmıştır (Idkova ve Chmelik 2001). Yapılan başka bir çalışmada, elma sularındaki şekerlerin doğrudan tahmini için en az numune hazırlama gerektiren,

güvenilir, hızlı ve tahribatsız bir yöntem sunulmaktadır. Tek bir ölçümde birden fazla şekerin belirlenmesine olanak tanıyan bir teknik geliştirilmiştir (Dhaulaniya vd., 2024). Şeker içeriğinin asitlik, organik asitler ve katyon içerikleri gibi diğer parametrelerle birleşmesi de sahteciliği tespit etmede etkili olabilir. Altı katyon (lityum, sodyum, amonyum, potasyum, magnezyum ve kalsiyum) ve dört karbonhidrat (fruktoz, glikoz, sakaroz ve maltoz), tatlandırılmış ve tatlandırılmamış meyve ürünlerini ayırt etmek için kullanılmıştır (Muntean, 2010). Sorbitol ve bazı fenolik bileşikler, sakkarit profilleriyle birleşerek, sahteciliği tespit için hızlı tarama hedefleri olarak kullanılabilir.

Organik asitler

Organik asitler meyvelerde yaygın olarak bulunur ve meyveli ürünlerin üretiminde gıda asitlendirici olarak yaygın olarak kullanılır. Meyve ürünlerindeki organik asit içeriği, sadece lezzetlerini değil, aynı zamanda stabilitelelerini, besin değerlerini, kabul edilebilirliklerini ve kalite korumalarını da etkiler (Shui ve Leong, 2002). Organik asitlerdeki farklılıklar, otantisite tespitinde hedef olarak kullanılabilir (Saavedra vd., 2000). Meyvelerde en yaygın bulunan organik asitler sitrik, malik, tartarik ve süksinik asitlerdir (Türkyılmaz, 2013). Başlıca asitleri karşılaştırmak için yöntemler geliştirilmiştir. Ancak, bu çoğu otantisite vakasında sınırlı bir değere sahiptir, çünkü sahte meyve ürününü saf meyve ürünüyle tutarlı hale getirmek için sentetik organik asitler eklemek kolaydır. Daha düşük değişkenliğe sahip bazı minör asitlerin analizi daha güçlü bir teknik olabilir, çünkü tüm asit bileşenlerinin seviyelerini ayarlamak ekonomik olarak mümkün değildir (Kvasnicka vd., 2002). Ancak daha ileri araştırmalarla, belirli meyve ürünlerindeki minör organik asit oranlarının kullanılması daha hassas bir gösterge olabilir.

Uçucu bileşenler

Alkoller, aldehytler, esterler, ketonlar, hidrokarbonlar ve bazı terpenler dahil olmak üzere uçucu bileşenlerin, meyve ürünlerinin hoş aromasına katkıda bulunduğu ve bu nedenle tazelik, kalite ve özgünlük için iyi hedefler olarak hizmet edebileceği bildirilmektedir (Socaci vd., 2013). Uçucu bileşen içerikleri, farklı işleme yöntemlerine sahip meyve ürünlerini ayırt etmeye yardımcı olabilir. Bazı raporlar kapsamlı uçucu bileşen eşik değerlerini belirlemiş ve taze ve işlenmiş ananas ve portakal sularının uçucu aroma bileşenlerini karşılaştırmıştır. Pastörize edilmemiş ve pastörize edilmiş meyve sularının, taze meyve suyuyla karşılaştırıldığında belirgin bir değişiklik göstermediğini bulmuşlardır. Buna karşılık, konsantreden pastörize edilmiş uçucu bileşen sularında asetaldehit, metil asetat, metil bütirat ve

etil bütirat içeriklerinde azalma, dekanal, oktanal ve linalool içeriklerinde ise artış görülmüştür. Ancak, birçok meyve suyunun konsantrasyon sırasında oluşan kayıpları telafi etmek için aromalarının geri kazanılacağından, burada dikkatli olunmalıdır. Aroma ve tatların eklenmesi, bu bileşenlerin seviyesini aynı tür meyvede elde edilen normal seviyeye getirmek için kullanılabilir. Uçucu bileşen miktarları, meyve suyu malzemelerinin çeşitlerini de ayırt edebilir. Allegrone vd. (2006), dört İtalyan çeşidinden elde edilen taze limon sularının uçucu bileşen içeriklerini karşılaştırmış ve önemli farklılıklar gözlemlemiştir. Ayrıca, ilave gıda aromalarıyla üretilen veya üretilmeyen portakal sularında, koku yoğunluğunun taze sıkılmış meyve suyuna göre sırasıyla 2 kat daha yüksek veya 1,5-2,5 kat daha düşük olduğu bulunmuştur (Bocharova vd., 2017).

Proteinler ve amino asitler

Amino asitler, meyve sularının gerçekliğini belirlemek için de uygun belirteçler olabilir; çünkü suyla basit seyreltme, diğer meyve türlerinden daha ucuz meyve suları ekleme veya ucuz amino asitler ekleme gibi birçok sahtecilik, amino asit profilini değiştirebilir. Tüm bu sahtekarlıkları tespit etme yaklaşımları, belirli amino asitlerin ölçümünü içerir. Serin, valin ve metiyonin, ahududu suyuna çilek suyu; ahududu suyuna kırmızı frenk üzümü suyu eklenmesi için aspartik asit ve serin; siyah frenk üzümü suyuna çilek suyu eklenmesi için aspartik asit ve metiyonin gibi göstergeler olabilir (Stoj ve Targonski, 2006). Gomez-Ariza vd. (2005), taze elle sıkılmış ve ticari portakal sularındaki yirmi amino asidi karşılaştırmış ve toplam amino asit içeriğinin yanı sıra prolin konsantrasyonunun da suyla seyreltme veya şeker şurubu eklemeyi gösterebileceğini bulmuşlardır. Portakal suyuna elma suyu eklenmesi, aspartik asit ve arginin seviyelerinde bir azalma ile tespit edilebilir. Genel olarak; amino asit miktarını belirlemek ve standart değerlerle karşılaştırmak, kalite kontrolü için etkili bir yöntemdir. Bu, düzenleyici kurumlara kalite kontrolünde yardımcı olacak bir araç sağlayabilir. Proteinler, meyve suyu materyallerinin çeşitlerini belirlemek için hedef olarak kullanılabilir. Hayasaka vd (2001), 19 farklı üzüm suyu çeşidindeki patogeneze ilişkili (PR) proteinleri belirlemek için kromatografi ve protein tuzaklı kütle spektroskopisine dayalı yöntemler geliştirmiştir. PR proteinleri oldukça korunmuş olsa da, farklı çeşitlerle karşılaştırıldığında moleküler kütlelerde küçük ve tutarlı farklılıklar gözlemlenmiştir.

Karotenoidler

Karotenoidler, kapsamlı olarak araştırılan doğal pigmentlerin ana sınıflarından biridir ve aynı zamanda tüketici için cazip olan organoleptik ve fonksiyonel özellikler sağlarlar (Giuffrida vd., 2010).

Bazı karotenoidler, serbest formda veya mono- ve polihidroksillenmiş ksantofillerde olduğu gibi yağ asidi esterlenmiş formda bulunabilir. Karotenoid ester bileşiminin incelenmesi, meyve ürünlerinin özgünlüğünü değerlendirmek için önerilmiştir. Giuffrida vd (2010), sekiz farklı portakal çeşidinden elde edilen portakal sularındaki doğal (karotenoid esterleri ve serbest karotenoidler) karotenoidleri incelemiş ve çeşitler arasında bazı farklılıklar bulmuştur. Bu karotenoidlerin, potansiyel olarak sahteciliği önlemek ve portakal çeşitleri arasında özgünlük belirteçleri oluşturmak için kullanılabileceği bildirilmiştir.

Otantisite Tespitinde Kullanılan Metotlar

Otantisite tespitinde çeşitli kromatografik, spektroskopik ve elektronik metotlar kullanılmaktadır. Bu metotlar Çizelge 1'de verilmiş ve ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır.

Son yıllarda, sıvı ve gaz kromatografisi de dahil olmak üzere kromatografiye eklenen kütle spektroskopisi, meyve ürünlerinin kimlik doğrulaması için daha ucuz ve daha hassas bir alternatif yaklaşım olarak ortaya çıkmaktadır. Modern analizörler kullanıldığında çok etkilidir (Dunn ve Ellis, 2005). Kromatografideki daha geniş ayırma mekanizması yelpazesi, profil yöntemlerinin geliştirilmesini ve uygulanabilirliğin orta polariteli bileşiklerden yüksek polariteli bileşiklere kadar genişletilmesini daha uygun hale getirir. (Diaz vd., 2014). Meyve ürünlerinin sahteciliğini tespit etmek için bazı ilgili profil çalışmaları yapılmıştır. Vaclavik vd. (2012) tarafından pahalı (portakal) meyve sularından nispeten düşük fiyatlı (elma ve greyfurt) meyve sularına kadar çeşitli meyve sularının kapsamlı metabolik parmak izi sıvı kromatografisi ile belirlenmiştir. Oluşturulan model ile, pahalı meyve sularına %15 oranında düşük fiyatlı meyve suyu eklendiğini güvenilir bir şekilde tespit edebilmiştir.

Sıvı kromatografi (LC)

Çizelge 1. Otantisite Tespitinde Kullanılan Metotlar

Table 1. Methods Used in Authenticity Determination

Yöntem	Çalışma Prensipleri	Uygun Örnekler	Duyarlılık	Avantajlar	Sınırlamalar
Sıvı Kromatografisi (LC / HPLC)	Bileşiklerin sıvı mobil fazda kolon içinde ayrılması	Sıvı, çözeltiler, termal olarak kararsız maddeler	Yüksek	Geniş uygulama alanı, termal stabilite gerektirmez	Bazı bileşiklerde dedeksiyon sınırlı, çözücü maliyeti yüksek
GC-MS	Uçucu bileşiklerin gaz fazında ayrılması + kütle tayini	Uçucu veya uçucu hâle getirilebilen maddeler	Çok yüksek	Yapısal tanımlama güçlü, son derece duyarlı	Uçucu olmayan veya termal olarak kararsız örnekler için uygun değil
IR Spektroskopisi (FTIR)	Moleküllerin IR ışığı absorpsiyonu fonksiyonel grup analizi	Katı, sıvı, gaz	Orta	Hızlı, örnek hazırlığı kolay, tahribatsız	Karışımlarda yorumlama zor, sınırlı kantifikasyon
Floresans Spektroskopisi	Moleküllerin uyarılıp floresans yayması	Doğal veya işaretli floresan bileşikler	Çok yüksek	Çok duyarlı, düşük derişimleri belirleyebilir	Her molekül floresan vermez, ortam koşullarına hassas
NMR Spektroskopisi	Atom çekirdeklerinin manyetik alan etkisiyle sinyal vermesi	Çoğu organik bileşik	Orta	Yapı tayini için en güçlü tekniklerden biri, tahribatsız	Cihaz maliyeti yüksek, duyarlılığı diğer tekniklere göre düşük
Elektronik Burun (E-nose)	Sensör dizilerinin uçucu bileşiklere karşı yanıt profilleri	Uçucu bileşikler, aroma profili	Orta	Hızlı tarama, aroma/tağış analizine uygun	Kesin kimyasal tanımlama yapamaz, sensör yaşlanması sorunu

Başka bir çalışmada ananas, portakal, greyfurt, elma, klementin ve pomelo sularında, orijinal meyve sularını %1'e kadar sahte karışımlarından ayırt

edebilen daha iyi sonuçlar elde edilmiştir (Jandric vd., 2014). Benzer bir metabolik yaklaşımın, elma ve kırmızı üzüm suyunda %1'e kadar nar suyu

bulunduğunu ayırt ettiği kanıtlanmıştır (Dasenaki vd., 2019). Kromatografi tabanlı sistem, çeşit ve coğrafi köken ayrımı için de kullanılmıştır. Diaz vd. (2014) İspanya Valensiya portakallarının yabancı (Arjantin, Brezilya ve Güney Afrika) portakallarından sıvı kromatografi yöntemiyle %100 doğrulukla özgünlüğünü belirlemek için bu yöntemi kullanmışlardır. Ayrıca, aynı kategorideki meyve suları ile gerçek ve sahte meyve sularını ayırt etmek için Jandric vd. (2017) da turuncgil sularının belirlenmesi için araştırma yapmış ve sonuçlar, temel bileşen analizi metodu (PCA) yardımıyla, benzer türdeki meyve sularıyla çok düşük seviyelerde (%1'e kadar) yapılan sahte narenciye sularının tespit edilebileceğini gösterdi.

Gaz kromatografisi- Kütle spektroskopisi (GC-MS)

GC'nin ayırma gücünün modern MS cihazlarının yetenekleriyle birleşimi, onu her türlü karmaşık kimyasal ve biyolojik numunenin analizi için daha iyi bir seçenek haline getirir (Hurtado-Fernandez vd., 2013). LC-MS'nin aksine, bütün meyve ve meyve suyu numunelerinin uçucu profillerinin parmak izleri analizinde GC-MS'de için ön işlemlerin daha basit olabileceği bildirilmiştir (Socaci vd., 2013). Sahtecilik, meyve sularının uçucu profilini etkileyebilir. Ticari noni sularının gerçekliğini değerlendirmek için GC-MS kullanan yöntemler geliştirilmiş ve bu da PCA kullanılarak gerçek ve sahte ürünler arasında ayırım yapılmasına olanak sağlamıştır. Bu yöntem ayrıca, ürünlerde etikette belirtilmeyen benzoik asit ve sorbik asit koruyucularının eklenmesinin tespit edilmesine de olanak sağlamıştır (Lachenmeier vd., 2006). Başka bir çalışmada farklı çeşitlerden ve coğrafi kökenlerden gelen deniz iğdesi suları üzerinde hızlı ve etkili bir GC-MS yöntemi geliştirilmiştir. PCA, farklı kökenlerden gelen örneklerin yabancı ve kültüre alınmış meyvelerden gelen örneklerin iyi bir şekilde ayırt edilebildiğini göstermiştir (Socaci vd., 2013). Meyve sularındaki uçucu aroma bileşiklerinin içeriği farklı işleme koşullarından sonra değiştiğinden, GC-MS, meyve sularını işleme yöntemlerine göre ayırt etme potansiyeline sahiptir. Yüksek hidrostatik basınç (HHP) ve pastörizasyonun portakal suyu üzerindeki etkileri incelenmiştir. İşleme, çoğu terpen ve esterin içeriğini azaltırken, alkol ve aldehytlerin içeriğini artırmıştır. D-karvon ve b-terpineol bileşikler, sırasıyla HHP ile işlenmiş ve pastörize edilmiş portakal suyunun yeni belirteçleri olarak kullanılabilmektedir. (Bi vd., 2020). Ancak, özgünlükleri kesin olarak belirleyebilmek için, özgün örneklerin sürekli ölçümlerine ve ilgili veri tabanlarının güncellenmesine ek çaba sarf edilmesi gerekmektedir (Medina vd., 2019).

İnfrared spektroskopisi (IR)

IR, bileşime dayalı istatistiksel sınıflandırmaya olanak tanıyan tekrarlanabilir biyokimyasal desenleri hızla elde etme yeteneği kazanmıştır ve meyve ürünlerinde kimlik doğrulaması için etkili bir araç haline gelebilir. Bu tahribatsız teknik, minimum numune hazırlama, düşük numune hacmi gerektirir ve çevre dostudur. Neredeyse gerçek zamanlı ölçüm, minimum işletme maliyetiyle anında tahmin sayesinde mümkün olmuştur (He vd., 2007). Sahteciliğin birçok çeşidinden biri, ticari tatlandırıcı çözeltileriyle veya doğal meyve şekerlerini taklit eden diğer meyve veya sebzelerden elde edilen meyve sularıyla gizlenebilen seyreltmedir ve IR, bu tür sahteciliğin ayırt edilmesine ve miktarının belirlenmesine olanak tanıyan bilgileri içerir (Ellis vd., 2016). Fourier Transform (FT)-IR, meyve suyundaki tatlandırıcı sahteciliğinin içerik tahmini için de kullanılabilir. FTIR, taze hazırlanmış portakal suyunda bulunan glikoz, fruktoz veya sakarozun tek tek, hatta bu üç şekerin uygun konsantrasyonlardaki ilave içeriklerini mükemmel bir doğrulukla (tipik %1,7 hata payıyla) tahmin edebilmiştir (Ellis vd., 2016). Katı faz ekstraksiyonu, fenol bileşiklerini zenginleştirmiş ve imza benzeri spektral bilgi sağlayarak, tüm meyve suyu veya şeker açısından zengin fraksiyon modelleri üzerindeki modelleme gücünü önemli ölçüde artırmıştır. Bu sayede farklı kökenlere sahip meyve sularının ayırt edilmesine olanak sağlamıştır (Roussel vd., 2003).

Floresans spektroskopisi (FS)

Numunedeki tüm floresan bileşiklerle ilgili bilgi içeren bir sinyal üretebilen FS, gıda numunesinin gerçekliğini belirlemek için kullanılmaktadır (Lenhardt vd., 2015). Son zamanlarda, farklı meyve türlerinden (ahududu, frenk üzümü, ahududu ve çilek) elde edilen ürünleri karakterize etmek için, toplam FS modeli oluşturulmuştur (Sikorska vd., 2020). Meyve ürünlerinde yabancı maddelerin tespiti için FS 'nin uygulanabilirliği değerlendirilmiş, portakal suyunda sakaroz şurubu ve yapay meyve tozu tespiti için çift kuantum noktalı bir floresan prob tekniği geliştirilmiştir. Saf ve sahte portakal suları, çift kuantum noktaları tarafından üretilen iki ayrı ve güçlü floresan pikinin farklı sönümlene noktalarıyla karakterize edilmiştir (Xu vd., 2019).

Nükleer manyetik rezonans (NMR)

Geleneksel olarak NMR, yapı doğrulama, aydınlatma ve saflık analizi için bir araç olarak kullanılmıştır (Raman vd., 2010). Ancak, ortaya çıkan metabolomik alanına duyulan ihtiyaç nedeniyle NMR hızla kantitatif kompozisyonel analiz ve profil tarama alanlarına genişletilmiştir (Arana vd. 2015). İkincisi, karmaşık spektrumlardan gelen verileri analiz etmek için kemometrik yöntemler kullansa

da, spektrumun belirli bölümlerini tespit etmek ve bir örneğin neden diğerlerinden farklı olduğu konusunda makul varsayımlarda bulunmak genellikle mümkündür (Cuny vd., 2007). Çeşit ve coğrafi kökenden kaynaklanan farklar NMR profiliyle tespit edilebilir. Yapılan bir çalışmada (Lehnert vd., 2017) limon sularında portakal, kan portakalı, mandalina, klementinin taşımasını tespit etmek için NMR parmak izi kullanılmıştır. Limon sularında 0,015 mg. L⁻¹ den yüksek sinensetin (portakal yağında bulunan uçucu bir bileşen) tespit edilmiştir. Vigneau ve Thomas (2012), portakal sularındaki klementin sularının sahteliğini başarıyla ayırt etmek için NMR profilini incelemiştir. Koda vd. (2012), beş farklı mango çeşidini ayırt etmek için NMR ile metabolik analiz kullanmış, arjinin, histidin, fenilalanin, glutamin, şikimik asit ve trigonellinin sınıflandırma için önemli olduğunu belirtmiştir. İşleme koşullarının da NMR profillerini etkilediği gösterilmiştir. Kemometriyle birleştirilmiş NMR, sakaroz, pancar invert şeker ve sodyum benzoat gibi basit ilaveleri kolayca tespit edebilmiştir. (Vogels vd., 1996). Karbonhidrat, amino asit ve birincil metabolit profilleri gibi NMR tarama profilinin bir kısmı, çeşit/kültür ayırımında yardımcı olabilir. Cuny vd. (2008), portakal suyunun greyluft suyuyla karıştırılmasının NMR ile belirlenmesini araştırırken, flavonoid glikozit belirteçlerini ve sakaroz, alfa-glikoz ve diğer bileşen sinyallerini içeren belirli bölümleri tespit etmişlerdir. Ardından, seçilen üç farklı bölge grubuna bağımsız bileşen analizi uygulanmış ve sinyallerin hem ayırımı hem de yorumlanması açısından iyi sonuçlar elde edilmiş ve meyve sularının %97,8'ine kadar doğru şekilde belirlenmiştir.

Elektronik burun metodu (EN)

EN, uçucu bileşiklerin bağlandığı birkaç hassas elementin birleşimini kullanır; bu adsorpsiyon, bu elementlerin elektrik sinyalinde bir değişikliğe neden olur. Bu temel dedektörler tarafından üretilen çıktılar, kemometrik yöntemler kullanılarak işlenebilir (Roussel vd. 2003). EN'nin uygulanması, gıda örneklerindeki uçucu bileşiklerin hızlı bir şekilde analiz edilmesini sağlar. EN, doğal ürünlerin kimyasal profilini çıkardığı için, kemometrik yöntemlerle birlikte kullanıldığında kimlik doğrulama için güçlü bir araç olabilir (Rozanska vd., 2018). Genellikle uçucu bileşik karışımını bir bütün olarak analiz etmek için kullanılır ve ayrıca ayırma yeteneğini geliştirmek için GC ile birleştirilebilir (Wu vd., 2018). Farklı tür ve çeşitlerden meyve sularının ayırt edilmesinde EN araştırmaları yürütülmüştür. %100 portakal ve elma sularının sınıflandırılması için, ultra hızlı GC'ye dayalı EN, denetlenen istatistiksel yöntemlerle birleştirilmiş, birbirleriyle yalnızca %1,0 oranında taşıyıcı içeren meyve suyu örneklerini ayırt etmeyi mümkün kılmıştır (Rozanska vd., 2018). Bazı

melezler de dahil olmak üzere, biyolojik olarak benzer birçok meyve türü ve çeşidi bulunmaktadır. Alerjen içerikleri ve kalite kontrol gereksinimi nedeniyle meyvelerin botanik kökeninin hızlı bir şekilde ayırt edilmesi mümkündür (Wu vd., 2018). Üç narenciye meyvesi, ultra hızlı GC'ye dayalı EN kullanılarak analiz edilmiştir. Sonuçlar, botanik kökenleri nedeniyle melez meyvelerin sınıflandırılması için yeni bir analitik araç olabileceğini göstermiştir (Lubinska-Szczygeł vd., 2018). EN ayrıca elma sularını çeşide göre karakterize etmek ve sınıflandırmak için de kullanılmış, 8 farklı çeşit tarafından hazırlanan meyve sularını tespit edebilmiştir. Doğrusal ayırıcı analiz (LDA) yardımıyla, sonuç elma sularının çeşide göre mükemmel bir şekilde ayırt edilebildiğini gösterdi (Wu vd., 2017). Ancak, oluşturulan modelde %41,3'lük kalibrasyon hata oranıyla EN'nin beyaz üzüm suyu çeşidi sınıflandırmasına pek uygun olmadığını gösteren bir araştırma mevcuttur (Roussel vd., 2003).

Sonuç

Sonuç olarak, meyve ürünlerinin gerçekliğini belirlemek için çeşitli araştırmalar yapılmış ve iyi sonuçlar elde edilmiştir. Meyve ürünlerinin kararlı izotoplar, fenolikler, karbonhidratlar, organik asitler, uçucu bileşenler, amino asitler ve proteinler ile karotenoidler dahil olmak üzere çok sayıda spesifik bileşen içeriğini belirlemek için muazzam çabalar sarf edilmiştir. Uygulanan yöntemlere gelince, kromatografik yöntemler ve spektroskopik yöntemler orijinaliğin belirlenmesinde kullanılmıştır. Tüm bu çalışmalar, tüketici haklarının ve çıkarlarının korunması için çok önemlidir. Otantisite tespit yöntemlerindeki bu gelişmeler, meyve endüstrisinin sağlıklı gelişimini destekler. Ancak güvenilebilecek sınırlı sayıda yöntem veya hedeflenmiş belirteç bulunmaktadır. Sahtecilik yöntemlerinin gerisinde kalmamak için farklı teknikler kullanılabilir; bu sayede meyve endüstrisi gelişebilir. Bir meyve ürününün tam olarak beyan edildiği gibi olup olmadığını belirlemek kolay değildir. Her analitik yaklaşımın, uygulanabilirliğini kısıtlayan sınırlamaları vardır. Analizlerden elde edilen profillere, mevcut veri tabanlarından ve yayınlanmış literatürden elde edilen bilgileri birleştirilerek, meyve ürünleri için uluslararası kapsamlı bir spesifikasyon oluşturmaları ve entegre edilmelidir. Bu; meyve ürününün güvenilirliğini etkili bir şekilde doğrulamak için kullanılabilir. Bu nedenle, yeni analitik yaklaşımların geliştirilmesi, kapsamlı spesifikasyonların oluşturulması ve bunlara karşılık gelen cezai önlemlerle, meyve ürünü sahtekarlığı için gereken maliyetin, sahtekarlığı son derece riskli ve giderek daha ekonomik olmayan bir düzeye çıkaracağı umulmaktadır. Böylece, sağlıklı bir meyve pazarı oluşturulabilir ve sürdürülebilir.

Kaynaklar

- Abad-Garcia BS, Garmon-Lobato MB, Sanchez-Illarduya LA, Berrueta B, Gallo F, Vicente, RM, 2014. Polyphenolic Contents in Citrus Fruit Juices: Authenticity Assessment. *European Food Research and Technology* 238(5): 803–18. doi: 10.1007/s00217-014-2160-9.
- Abad-Garcia, BLA, Berrueta S, Garmon-Lobato A, Urkaregi BG, Vicente F, 2012. Chemometric Characterization of Fruit Juices from Spanish Cultivars According to Their Phenolic Compound Contents: I. Citrus Fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 60(14): 3635–44. doi: 10.1021/jf300022u.
- Allegrone G, Belliardo F, Cabella P, 2006. Comparison of Volatile Concentrations in Hand-Squeezed Juices of Four Different Lemon Varieties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 54(5): 1844–8. doi:10.1021/jf051206s
- Antolovich M, Li X, Robards K, 2001. Detection of Adulteration in Australian Orange Juices by Stable Carbon Isotope Ratio Analysis (SCIRA). *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 49(5): 2623–6. doi: 10.1021/jf001384f.
- Arana VA, Medina J, Alarcon R, Moreno E, Heintz L, Schafer H, Wist J, 2015. Coffee's Country of Origin Determined by NMR: The Colombian Case. *Food Chemistry* 175: 500–6. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.11.160.
- Asadpoor M, Ansarin M, Nemati M, 2014. Amino Acid Profile as A Feasible Tool for Determination of the Authenticity of Fruit Juices. *Advanced Pharmaceutical Bulletin* 4(4): 359–62. doi: 10.5681/apb.2014.052.
- Bi S, Sun S, Lao F, Liao X, Wu J, 2020. Gas Chromatography-mass Spectrometry Combined with Multivariate Data Analysis as A Tool For Differentiating Between Processed Orange Juice Samples on The Basis of Their Volatile Markers. *Food Chemistry* 311: 125913. doi: 10.1016/j.foodchem.2019.125913.
- Bocharova O, Reshta S, Bocharova M, Eshtokin V, 2017. Evaluation of Orange Juice Authenticity in Respect of Added Food Flavors Using Dilution Index. *Journal of Food Processing and Preservation* 41(6): e13221. doi: 10.1111/jfpp.13221.
- Bong YS, Lee KS, Shin WJ, Ryu, JS, 2008. Comparison of The Oxygen and Hydrogen Isotopes in The Juices of Fast-Growing Vegetables and Slow-Growing Fruits. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* 22(18): 2809–12. doi: 10.1002/rcm.3663
- Cuny M, Vigneau E, Gall GL, Colquhoun I, Lees M, Rutledge DN, 2008. Fruit Juice Authentication by 1H NMR Spectroscopy in Combination with Different Chemometrics Tools. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 390(1): 419–27. doi: 10.1007/s00216-007-1708-y.
- Cuny M, Gall GL, Colquhoun IJ, Lees M, Rutledge DN, 2007. Evolving Window Zone Selection Method Followed by Independent Component Analysis as Useful Chemometric Tools to Discriminate Between Grapefruit Juice, Orange Juice And Blends. *Analytica Chimica Acta* 597(2): 203–13. doi: 10.1016/j.aca.2007.07.018.
- Dasenaki ME, Drakopoulou SK, Aalizadeh R, Thomaidis NS, 2019. Targeted and Untargeted Metabolomics as An Enhanced Tool for The Detection of Pomegranate Juice Adulteration. *Foods* 8(6): 212. doi: 10.3390/foods8060212.
- De Pascual-Teresa S, Sanchez-Ballesta MT, 2008. Anthocyanins: From plant to health. *Phytochemistry Reviews* 7(2): 281–99. doi: 10.1007/s11101-007-9074-0.
- Dhaulaniya AS, Balan B, Singh DK, 2024. Development of a Quantification Method for The Analysis of Sugars in Apple Fruit Juice Using Attenuated Totalreflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopycoupled With Multivariate Regression Modeling, *SFA Reports* 4:72–77.wileyonlinelibrary.com/journal/jsf2
- Diaz R, Pozo OJ, Vancho J, Hernandez F, 2014. Metabolomic Approaches for Orange Origin Discrimination by Ultrahigh Performance Liquid Chromatography Coupled To Quadrupole Time-of-Flight Mass Spectrometry. *Food Chemistry* 157: 84–93. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.02.009.
- Diaz-Garcia MC, Obon JM, Castellar MR, Collado J, Alacid M, 2013. Quantification by UHPLC of Total Individual Polyphenols in Fruit Juices. *Food Chemistry* 138(2-3): 938–49. doi: 10.1016/j.foodchem.2012.11.061.
- Drivelos SA, Georgiou CA, 2012. Multi-Element and Multi-isotope-ratio Analysis to Determine The Geographical Origin of Foods in the European Union. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 40: 38–51. doi: 10.1016/j.trac.2012.08.003.
- Dunn WB, Ellis DI, 2005. Metabolomics: Current Analytical Platforms and Methodologies. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 24: 285–94.

- Ellis DI, Ellis H, Muhamadali Y, Xu AB, Goodacre R, 2016. Rapid, High-throughput, and Quantitative Determination of Orange Juice Adulteration by Fourier-Transform infrared Spectroscopy. *Analytical Methods* 8(28): 5581–6. doi: 10.1039/C6AY01480A.
- Fromm M, Bayha S, Carle R, Kammerer DR, 2012. Characterization and Quantitation of Low and High Molecular Weight Phenolic Compounds in Apple Seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 60(5): 1232–42. doi: 10.1021/jf204623d.
- Giuffrida D, Dugo P, Salvo A, Saitta M, Dugo G, 2010. Free Carotenoid and Carotenoid Ester Composition in Native Orange Juices of Different Varieties. *Fruits* 65 (5):277–84. doi: 10.1051/fruits/2010023.
- Gomez-Ariza JL, Villegas-Portero MJ, Bernal-Daza V, 2005. Characterization and Analysis of Amino Acids in Orange Juice by HPLC-MS/MS for Authenticity Assessment. *Analytica Chimica Acta* 540(1): 221–30. doi: 10.1016/j.aca.2004.08.048.
- Hayasaka Y, Adams KS, Pocock KF, Baldock GA, Waters EJ, Høj PB, 2001. Use of Electrospray Mass Spectrometry for Mass Determination of Grape (*Vitis vinifera*) Juice Pathogenesis-Related Proteins: A Potential Tool For Varietal Differentiation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 49(4): 1830–9. doi: 10.1021/jf001163ş.
- He J, Rodriguez-Saona LE, Giusti MM, 2007. Midinfrared Spectroscopy for Juice Authentication-Rapid Differentiation of Commercial Juices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 55(11): 4443–52. doi: 10.1021/jf062715c.
- Hilt P, Schieber A, Yildirim C, Arnold G, Klaiber I, Conrad J, Beifuss U, Carle R, 2003. Detection of Phloridzin in Strawberries (*Fragaria x ananassa* Duch.) by HPLC-PDA-MS/MS and NMR spectroscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 51(10): 2896–9. doi: 10.1021/jf021115k.
- Hurtado-Fernandez E, Pacchiarotta T, Longueira-Suarez E, Mayboroda OA, Fernandez-Gutierrez A, Carrasco-Pancorbo A, 2013. Evaluation of Gas Chromatography-Atmospheric Pressure Chemical Ionization-Mass Spectrometry as An Alternative to Gas Chromatography-Electron Ionization-Mass Spectrometry: Avocado Fruit As Example. *Journal of Chromatography A* 1313: 228–44. doi: 10.1016/j.chroma.2013.08.084
- Idkova J, Chmelík J, 2001. Determination of Saccharides in Fruit Juices by Capillary Electrophoresis and Matrix-Assisted Laser Desorption/ Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometry. *Journal of Mass Spectrometry* 36(4): 417–21. doi: 10.1002/jms.144.
- Jandric Z, Islam M, Singh DK, Cannavan A, 2017. Authentication of Indian Citrus Fruit/fruit Juices by Untargeted and Targeted Metabolomics. *Food Control* 72: 181–8. doi: 10.1016/j.foodcont. 2015.10.044
- Jandric Z, Roberts D, Rathor MN, Abraham A, Islam M, Cannavan A, 2014. Assessment of Fruit Juice Authenticity Using UPLCQToF MS: A Metabolomics Approach. *Food Chemistry* 148: 7–17. doi: 10.1016/j.foodchem.2013.10.014.
- Koda M, Furihata K, Wei F, Miyakawa T, Tanokura M, 2012. Metabolic Discrimination of Mango Juice From Various Cultivars by Band-Selective NMR Spectroscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 60(5): 1158–66. doi: 10.1021/jf2041438
- Kvasnicka F, Voldrich M, Pys P, Vins I, 2002. Determination of isocitric acid in citrus juice—A comparison of HPLC, enzyme set and capillary isotachophoresis methods. *Journal of Food Composition and Analysis* 15(6): 685–91. doi: 10.1006/jfca.2002.1101.
- Lachenmeier K, Mußhoff F, Madea B, Reusch H, Lachenmeier DW, 2006. Authentication of Noni (*Morinda citrifolia*) juice. *Deutsche Lebensmittel-Rundschau* 102: 58–61.
- Lenhardt L, Bro R, Zekovic I, Dramicanin T, Dramicanin MD, 2015. Fluorescence Spectroscopy Coupled with PARAFAC and PLS DA for Characterization and Classification of Honey. *Food Chemistry* 175: 284–91. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.11. 162.
- Lubinska-Szczygeł M, Pudlak D, Dymerski T, Namiesnik J, 2018. Rapid Assessment of The Authenticity of Limequat Fruit Using The Electronic Nose and Gas Chromatography Coupled with Mass Spectrometry. *Monatshefte fur Chemie* 149 (9): 1605–14. doi: 10.1007/s00706-018-2242-7.
- Medina S, Perestrelo R, Santos R, Pereira R, Camara JS, 2019. Differential Volatile Organic Compounds Signatures of Apple Juices from Madeira Island According to Variety and Geographical Origin. *Microchemical Journal* 150: 104094. doi: 10.1016/j.microc.2019. 104094.
- Moore JC, Spink J, Lipp M, 2012. Development and Application of a Database of Food Ingredient Fraud and Economically Motivated Adulteration from 1980 to 2010. *Journal of Food Science* 77(4): R118–R26. doi: 10.1111/j.1750-3841.2012.02657.x.

- Morin JF, Lees M, 2018. FoodIntegrity Handbook. Nantes, France: Eurofins Analytics France.
- Muntean E, 2010. Simultaneous Carbohydrate Chromatography and Unsuppressed Ion Chromatography in Detecting Fruit Juices Adulteration. *Chromatographia* 71(S1): 69–74. doi: 10.1365/s10337-010-1598-6.
- Nikolaou C, Karabagias IK, Gatzias I, Kontakos S, Badeka A, Kontominas MG, 2017. Differentiation of Fresh Greek Orange Juice of The Merlin Cultivar According to Geographical Origin Based on The Combination of Organic Acid and Sugar Content as Well as Physicochemical Parameters Using Chemometrics. *Food Analytical Methods* 10(7): 2217–28. doi: 10.1007/s12161-016-0757-2.
- Obon JM, Diaz-Garcia MC, Castellar MR, 2011. Red Fruit Juice Quality and Authenticity Control by HPLC. *Journal of Food Composition and Analysis* 24(6): 760–71. doi: 10.1016/j.jfca.2011.03.012.
- Pan MH, Lai CS, Ho CT, 2010. Anti-inflammatory activity of natural dietary flavonoids. *Food & Function* 1(1): 15–31. doi: 10.1039/c0fo00103a.
- Raman S, Lange OF, Rossi P, Tyka M, Wang X, Aramini J, Liu G, Ramelot TA, Eletskey A, Szyperski T, 2010. NMR Structure Determination for Larger Proteins Using Backbone-Only Data. *Science* 327(5968): 1014–8. doi: 10.1126/science.1183649.
- Roussel S, Bellon-Maurel V, Roger JM, Grenier P. 2003. Authenticating White Grape Must Variety With Classification Models Based on Aroma Sensors, FT-IR and UV Spectrometry. *Journal of Food Engineering* 60(4): 407–19. doi: 10.1016/S0260-8774(03)00064-5.
- Rozanska A, Dymerski T, Namiesnik J, 2018. Novel Analytical Method For Detection of Orange Juice Adulteration Based on Ultra-Fast Gas Chromatography. *Monatshefte fur Chemie* 149(9):1615–21. doi: 10.1007/s00706-018-2233-8.
- Rummel S, Hoelzl S, Horn P, Rossmann A, Schlicht C. 2010 The combination of stable isotope abundance ratios of H, C, N and S with 87Sr/86Sr for geographical origin assignment of orange juices. *Food Chemistry* 118 (4):890–900. doi: 10.1016/j.foodchem.2008.05.115.
- Saavedra L, Garcia A, Barbas C, 2000. Development and Validation of A Capillary Electrophoresis Method For Direct Measurement of Isocitric, Citric, Tartaric and Malic Acids as Adulteration Markers in Orange Juice. *Journal of Chromatography A* 881(1-2): 395–401. doi: 10.1016/S0021-9673(00)00258-2.
- Shahidi F, Ambigaipalan P, 2015. Phenolics and Polyphenolics in Foods, Beverages and Spices: Antioxidant Activity and Health Effects— A review. *Journal of Functional Foods* 18: 820–97. doi: 10.1016/j.jff.2015.06.018.
- Shui G, Leong LP, 2002. Separation and Determination of Organic Acids and Phenolic Compounds in Fruit Juices and Drinks by High-Performance Liquid Chromatography. *Journal of Chromatography A* 977(1): 89–96. doi: 10.1016/S0021-9673(02)01345-6.
- Sikorska E, Włodarska K, Khmelinskii I, 2020. Application of Multidimensional and Conventional Fluorescence Techniques for Classification of Beverages Originating from Various Berry Fruit. *Methods and Applications in Fluorescence* 8(1): 015006. doi: 10.1088/2050-6120/ab6367.
- Socaci SA, Socaci C, Tofana M, Rati IV, Pintea A, 2013. In-Tube Extraction and GC-MS Analysis of Volatile Components From Wild and Cultivated Sea Buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L. ssp. *Carpatica*) Berry Varieties and Juice. *Phytochemical Analysis* 24(4): 319–28. doi: 10.1002/pca.2413.
- Stoj A, Targonski Z, 2006. Use of amino acid analysis for estimation of berry juice authenticity. *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria* 5: 61–72.
- Türkyilmaz M, 2013. Anthocyanin and Organic Acid Profiles of Pomegranate (*Punica granatum* L.) Juices From Registered Varieties in Turkey. *International Journal of Food Science and Technology* 48: 2086–95.
- Vaclavik L, Schreiber A, Lacina O, Cajka T, Hajslova J, 2012. Liquid Chromatography-Mass Spectrometry-Based Metabolomics for Authenticity Assessment Of Fruit Juices. *Metabolomics* 8(5): 793–803. doi: 10.1007/s11306-011-0371-7.
- Vigneau E, Thomas F, 2012. Model Calibration and Feature Selection for Orange Juice Authentication by 1H NMR Spectroscopy. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 117: 22–30. doi: 10.1016/j.chemolab.2011.05.006.
- Vogels JTWE, Terwel L, Tas AC, Van den Berg G, Dukel F, Van der Greef , 1996. Detection of Adulteration in Orange Juices by a New Screening Method Using Proton NMR Spectroscopy in Combination with Pattern Recognition Techniques. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 44(1): 175–80. doi: 10.1021/jf950062m.

Willems JL, Low NH, 2014. Authenticity Analysis of Pear Juice Employing Chromatographic Fingerprinting. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 62(48): 11737–47. doi: 10.1021/jf5043618.

Wu H, Yue T, Yuan Y, 2018. Authenticity Tracing of Apples According to variety and Geographical Origin Based on Electronic Nose and Electronic Tongue. *Food Analytical Methods* 11(2): 522–32. doi: 10.1007/s12161-017-1023-y.

Wu H, Wang J, Yue T, Yuan Y, 2017. Variety-Based Discrimination of Apple Juices by An Electronic Nose and Gas Chromatographymass Spectrometry. *International Journal of Food Science &Technology* 52(11): 2324–33. doi: 10.1111/ijfs.13514.

Xu L, Wei L, Shi Q, Cai C, Fu HY, She YB, 2019. Non-Targeted Detection of Multiple Frauds in Orange Juice Using Double Watersoluble Fluorescence Quantum Dots and Chemometrics. *Food Analytical Methods* 12(11): 2614–22. doi: 10.1007/s12161-019-01570-z.

Zielinski AAF, Haminiuk CWI, Nunes CA, Schnitzler E, Van Ruth SM, Granato D, 2014. Chemical Composition, Sensory Properties, Provenance, and Bioactivity of Fruit Juices as Assessed by Chemometrics: A Critical Review and Guideline. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 13(3): 300–16. doi: 10.1111/1541-4337.12060.

