



**KARADENİZ İHRACATÇI BİRLİKLERİ
GENEL SEKRETERLİĞİ**

Sayı : 35649853-TİM.KİB.GSK.TEŞVİK.2023/2010-4089

Giresun, 26/12/2023

Konu : Yemeklik Zeytinyağı Standart Tasarısı

E-POSTA

**KARADENİZ İHRACATÇI BİRLİKLERİ ÜYELERİNE SİRKÜLER
2023 /735**

Sayın üyemiz,

T.C. Ticaret Bakanlığı İhracat Genel Müdürlüğünden alınan 25/12/2023 tarih 92266348 sayılı yazıda,

Türk Standartları Enstitüsü tarafından hazırlanan "Tst 341 Yemeklik Zeytin Yağı" standart tasarısunun görüşe açıldığı belirtilmekte olup, sözkonusu tasarıya ilişkin olabilecek görüş ve önerilerimiz talep edilmektedir.

Bu çerçevede, verilecek cevaba esas teşkil etmek üzere, bir örneği ekte yer alan söz konusu tasarıya ilişkin olabilecek görüş ve önerilerinizin **en geç 18 Ocak 2024 Perşembe günü saat 15:00'e kadar** Genel Sekreterliğimize iletilmesi gerektiği hususunu bilgilerinize sunarız.

e-imzalıdır
Şahin KURUL
Genel Sekreter a.
Şube Müdürü

EKLER:

EkI: Yemeklik Zeytinyağı Standart Tasarısı (17 sayfa)

EkII: Görüş tablosu (1 Sayfa)

TÜRK STANDARDI TASARISI

tst 341

TS 341:2011 **yerine**

ICS 67.200.10

Yemeklik zeytinyağı

Edible olive oil

Kaynak: [TÜRK STANDARDI TASARIŞ](#) [TÜRK STANDARDI TASARIŞ](#)

İş Program Numarası: [2023/1602492023/160249](#)

Doküman Tipi: [Standart](#) [Standart](#)

Birimlendirildi: Yazı tipi rengi: Mavi

Birimlendirildi: Yazı tipi rengi: Mavi

Birimlendirildi: Yazı tipi rengi: Mavi

MÜTALAA SAYFASI



TÜRK
STANDARDLARI
ENSTITÜSÜ

Türk Standardı

tst 341

TS 341:2011 yerine

ICS 67.200.10

Yemeklik zeytinyağı

Edible olive oil

© TSE - Tüm hakları saklıdır.



TELİF HAKKI KORUMALI DOKÜMAN

© TSE 2023

Tüm hakları saklıdır. Aksi belirtilmedikçe bu yayının herhangi bir bölümü veya tamamı, TSE'nin yazılı izni olmaksızın fotokopi ve mikrofilm dâhil, elektronik ya da mekanik herhangi bir yolla çoğaltılamaz ya da kopyalanamaz.

TSE Standard Hazırlama Merkezi Başkanlığı

Necatibey Caddesi No: 112
06100 Bakanlıklar * ANKARA

Tel: + 90 312 416 68 30

Faks: + 90 312 416 64 39

E-posta: dokumansatis@tse.org.tr

Web: www.tse.org.tr

Önsöz

Bu standart, Türk Standardları Enstitüsü Gıda, Tarım ve Hayvancılık İhtisas Kurulu'na bağlı TK15 Gıda ve Ziraat Teknik Komitesi'nce TS 341:2011'nin revizyonu olarak hazırlanmış ve TSE Teknik Kurulu'nuntaraklı toplantılarında kabul edilerek yayımıma karar verilmiştir.

Bu standart yayıldığında TS 341:2011'nin yerini alır.

Bu standardın hazırlanmasında, milli ihtiyaç ve imkanlarımız ön planda olmak üzere, milletlerarası standardlar ve ekonomik ilişkilerimiz bulunan yabancı ülkelerin standartlarındaki esaslar da göz önünde bulundurularak; yarar görülen hallerde, olabilecek yakınlık ve benzerliklerin sağlanmasına ve bu esasların, ülkemiz şartları ile bağdaştırılmasına çalışılmıştır.

Bu standart son şeklini almadan önce; üretici, imalatçı ve tüketici durumundaki konunun ilgilileri ile gerekli işbirliği yapılmış ve alınan görüşlere göre revize edilmiştir.

Bu standartta kullanılan bazı kelime ve/veya ifadeler patent haklarına konu olabilir. Böyle bir patent hakkının belirlenmesi durumunda TSE sorumlu tutulamaz.

İçindekiler

	Sayfa
Önsöz	iii
1 Kapsam	1
2 Bağlayıcı atıflar	1
3 Terimler ve tanımlar	2
4 Sınıflandırma ve özellikler	3
4.1 Sınıflandırma	3
4.2 Naturel zeytinyağı türleri	3
4.3 Özellikler	3
4.4 Özellik, muayene ve deney madde numaraları	6
5 Numune alma, muayene ve deneyler	7
5.1 Numune alma	7
5.2 Muayeneler	7
5.3 Deneyler	7
5.4 Değerlendirme	17
5.5 Muayene ve deney raporu	17
6 Piyasaya arz	17
6.1 Ambalajlama	17
6.2 İşaretleme	17
7 Çeşitli hükümler	18
Kaynaklar	19
Ek A (Bilgi için) Tüketime sunulma şekillerine göre zeytinyağı türleri ve yabancı dil karşılıkları	20
Ek B (Bilgi için) Naturel zeytinyağının ait lezzet özellikleri ve tespiti	21
B.1 Amaç ve kapsam	21
B.2 Uygulama alanı	21
B.3 Özel terimler	21
B.4 Panel	22
B.5 İşlem	23

1 Kapsam

Bu standart yemeklik zeytinyağını kapsar. Ham zeytinyağını kapsamaz.

Not - Bu standart metninde bundan sonra "yemeklik zeytinyağı" terimi yerine "zeytinyağı" terimi kullanılmıştır.

2 Bağlayıcı atıflar

Bu standartta, diğer standart ve/veya dokümanlara atıf yapılmaktadır. Bu atıflar metin içerisinde uygun yerlerde belirtilmiş ve aşağıda liste hâlinde verilmiştir. Tarihli atıflarda, yalnızca alıntı yapılan baskı geçerlidir. Tarihli olmayan dokümanlar için, atıf yapılan dokümanın (tüm tadiller dâhil) son baskısı geçerlidir. * İşareti olanlar bu standardın basıldığı tarihte İngilizce metin olarak yayımlanmış olan Türk Standartlarıdır.

TS No	Türkçe Adı	İngilizce Adı
TS 342	Yemeklik Zeytinyağı-Muayene ve Deney Yöntemleri	Methods of analysis for edible olive oils
TS 545	Ayarlı çözeltilerin hazırlanması	Preparation of standard solutions for volumetric analysis
TS EN ISO 661	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Analiz numunesinin hazırlanması	Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample
TS EN SO 662*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar- Rutubet ve uçucu madde tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of moisture and volatile matter content
TS EN ISO 663*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Çözünmeyen safsızlık muhtevasının tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of insoluble impurities content
TS 2104	Belirteçler - Belirteç çözeltileri hazırlama yöntemleri	Indicators - Methods of preparation of indicator solutions
TS EN ISO 3656*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar- Mor ötesi absorbansının özgün uv sönümlenmesi cinsinden tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of ultraviolet absorbance expressed as specific UV extinction
TS EN ISO 3696	Su - Analitik laboratuuarında kullanılan - Özellikler ve deney metodları	Water for analytical laboratory use - Specification and test methods
TS 4963	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Sabunlaşmayan maddelerin tayini	Animal and vegetable oils and fats - Determination of unsaponifiable matter
TS EN ISO 3960*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Peroksit değeri tayini - İdiyometrik (görsel) son nokta tayini	Animal and vegetable fats and oils-Determination of peroxide value- Iodometric (visual) endpoint determination
TS 5036	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Tokoferollerin (vitamin E) tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of tocopherols (vitamin E) content

TS 5038	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Sabun miktarının tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of soap content
TS 7060 EN ISO 5555	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Numune alma	Animal and vegetable fats and oils - Sampling
TS EN ISO 12193	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Doğrudan grafit fırınlu atomik absorpsiyon spektroskopisi ile kurşun tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of lead by direct graphite furnace atomic absorption spectroscopy
TS EN ISO 12228-2*	Tek tek ve toplam sterol içeriğinin tayini-Gaz kromatografik yöntem-Bölüm 2:Zeytin ve prina yağı	Determination of individual and total sterols contents - Gas chromatographic method - Part 2: Olive and olive pomace oils
TS EN ISO 12966-1*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Yağ asidi metil esterlerinin gaz kromatografisi - Bölüm 1: Yağ asidi metil esterlerinin modern gaz kromatografisine ilişkin kılavuz bilgiler	Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 1: Guidelines on modern gas chromatography of fatty acid methyl esters
TS EN ISO 12966-2*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar-Yağ asitleri metil esterlerinin gaz kromatografisi-Bölüm 2:Yağ asitleri metil esterlerinin hazırlanması	Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 2: Preparation of methyl esters of fatty acids (ISO 12966-2:2017)
TS EN ISO 12966-4*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar-Yağ asitleri metil esterlerinin gaz kromatografisi -Bölüm 4: Kapiler gaz kromatografisi ile tayin	Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 4: Determination by capillary gas chromatography
TS EN ISO 15788-1	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Bitkisel sıvı yağlarda stigmastadienlerin tayini - Bölüm 1 : Kılcal kolonlu gaz kromatografi yöntemi (Referans yöntem)	Animal and vegetable fats and oils - Determination of stigmastadienes in vegetable oils - Part 1: Method using capillary-column gas chromatography (Reference method)

3 Terimler ve tanımlar

3.1

zeytinyağı

zeytin ağacı, (*Olea europaea sativa* Hoffm. et Link) meyvesinden teknikine uygun olarak üretilen yağı

3.2

naturel zeytinyağı

zeytin ağacı meyvesinden doğal niteliklerinde değişikliğe neden olmayacak bir ısıl ortamda, sadece yıkama, dekantasyon, santrifüj ve filtrasyon gibi mekanik veya fiziksel işlemler uygulanarak elde edilen yağı,

Not: Naturel sizma yağına hiçbir katkı maddesi ilave edilmemelidir.

3.3**rafine zeytinyağı**

zeytinyağının, doğal trigliserit yapısında değişiklikle yol açmayan yöntemlerle rafine edilmesi sonucu elde edilen, rafinasyon artığı madde etmeyen yağı.

3.4**riviera zeytinyağı**

naturel zeytinyağı ile rafine zeytinyağı karışımından meydana gelen ve özellikleri naturel zeytinyağı ile rafine zeytinyağı arasında değişen yağı

3.5**çeşnili zeytinyağı**

zeytinyağına değişik baharat, bitki, meyve ve sebzeler ve bunların doğal aroma maddeleri katılarak çeşnilendirilmesi ile elde edilen yağı

3.6**katkı maddeleri**

Gıda Katkı Maddeleri mevzuatına uygun zeytinyağına katılmasına müsaade edilen gıda katkı maddeleri

3.7**yabancı madde**

zeytinyağında kendisinden başka bulunan gözle görülebilir her türlü madde.

4 Sınıflandırma ve özellikler**4.1 Sınıflandırma**

Zeytinyağı, üretimde uygulanan yöntemlere göre;

- Naturel zeytinyağı,
- Rafine zeytinyağı,
- Riviera zeytinyağı

olmak üzere üç sınıfa ayrılır.

Not - Zeytinyagina kalite ve saflık kriterlerinin değişmemesi şartıyla, çeşni maddeleri katılabilir.

4.2 Naturel zeytinyağı türleri

Naturel zeytinyağı, duyusal, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre;

- Naturel sızma zeytinyağı,
- Naturel birinci zeytinyağı,

olmak üzere iki tipe ayrılır.

4.3 Özellikler**4.3.1 Duyusal ve fiziksel özellikler**

Zeytinyağının duyusal ve fiziksel özellikleri, Çizelge 1'de verilen değerlere uygun olmalıdır.

Çizelge 1 — Zeytinyağının duyusal ve fiziksel özelliklerini

Özellik	Değer
Tat ve koku	Naturel, Rafine ve Riviera zeytinyağları, kendine özgü tat ve koku içermelidir. Naturel sizma zeytinyağında acılaşma, topraksi, küflü, ekşimsi gibi kusurlu koku ve tat bulunmamalıdır. Çeşnili zeytinyağında katılan çesnili maddesinin kendine has aroması hissedilmelidir.
Renk ve görünüş	Naturel zeytinyağı; koyu yeşilden açık sarı renge kadar değişebilen, kendine özgü renk ve görünüşte olmalıdır.
	Rafine ve Riviera zeytinyağları; açık sarıdan koyu sarıya kadar değişebilen renkte ve berrak görünüşte olmalıdır.
Yabancı madde	Bulunmamalıdır.
Not -	Zeytinyağının lezzet özellikleri ve buna ilişkin muayene yöntemi isteğe bağlı olarak uygulanmak üzere EK B'de verilmiştir.

4.3.2 Kimyasal özellikler

Zeytinyağının kimyasal özelliklerini Çizelge 2'de verilen değerlere uygun olmalıdır.

Çizelge 2 — Zeytinyağının kimyasal özelliklerini

Özellik	Değer			
	Naturel		Rafine	Riviera
	Sizma	Birinci		
Sabunlaşmayan madde, g/kg, en çok	15	15	15	15
Yağ asitleri bileşimi (toplam metil esterleri cinsinden), % (m/m)				
- Miristik asit (C14:0), en çok	0,03	0,03	0,03	0,03
- Palmitik asit (C16:0)	7,0-20,0	7,0-20,0	7,0-20,0	7,0-20,0
- Palmitoleik asit (C16:1)	0,3 – 3,5	0,3 – 3,5	0,3 – 3,5	0,3 – 3,5
- Heptadecanoik asit (Margarik) (C17:0), en çok	0,4	0,4	0,4	0,4
- Heptadesanoik asit (C17:1), en çok (Margoloik asit)	0,6	0,6	0,6	0,6
- Stearik asit (C18:0)	0,5 – 5,0	0,5 – 5,0	0,5 – 5,0	0,5 – 5,0
- Oleik asit (C18:1)	55,0 – 85,0	55,0 – 85,0	55,0 – 85,0	55,0 – 85,0
- Linoleik asit (C18:2)	2,5 – 21,0	2,5 – 21,0	2,5 – 21,0	2,5 – 21,0
- Linolenik asit (C18:3), en çok	1,0	1,0	1,0	1,0
- Araçlıdik asit (C20:0), en çok	0,6	0,6	0,6	0,6
- Gadoleik asit (Eykosenoik) (C20:1), en çok	0,5	0,5	0,5	0,5
- Behenik asit (C22:0), en çok	0,2	0,2	0,2	0,2
- Lignoserik asit (C24:0), en çok	0,2	0,2	0,03	0,2
Trans yağ asitleri (metil esterleri cinsinden), % (m/m)				
- Toplam transoleik izomerler C 18:1 T, en çok	0,05	0,05	0,20	0,20

- Toplam transolinoleik + Translinoleik izomerler C 18:2T + C 18:3T, en çok	0,05	0,05	0,30	0,30
¹⁾ Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki azami fark (Tohum Yağlarının Tespiti)	0,2	0,2	0,3	0,3
²⁾ 2-gliceril monopalmitat miktarı				
- Toplam palmitik asit ≤ % 14 en çok	% 0,9	% 0,9	% 0,9	% 0,9
- Toplam palmitik asit > % 14 en çok	% 1,0	% 1,0	% 1,1	% 1,0
Sterol bileşimi (Toplam sterol cinsinden), % (m/m)				
- Kolesterol, en çok	0,5	0,5	0,5	0,5
- Brassikasterol, en çok	0,1	0,1	0,1	0,1
³⁾ Kampesterol, en çok	4,0	4,0	4,0	4,0
- Stigmasterol	Kampesterol değerinden küçük olmalıdır			
- ⁴⁾⁵⁾ Delta-7-stigmasterol, en çok	0,5	0,5	0,5	0,5
- Beta-sitosterol + delta-5 avenasterol + delta-5,23-stigmastadienol + klerosterol + sitostanol +delta 5,24-stigmastadienol, en az	93	93	93	93
- Eritrodiol + uvaol (toplaml steroller içerisinde), % (m/m), en çok	4,5	4,5	4,5 ⁷⁾	4,5
- ⁴⁾ Toplam sterol, mg/kg, en az	1000	1000	1000	1000
³⁾ Stigmastadienler, mg/kg, en çok	0,05	0,05	Aranmaz	Aranmaz
Mumsu maddeler, mg/kg	(C42+C44+C46) ≤150	(C42+C44+C46) ≤150	(C40+C42+C44+C46) ≤350	(C40+C42+C44+C46) ≤350
Serbest asitlik (oleik asit cinsinden), % (m/m), en çok	0,8	2,0	0,3	1,0
Peroksit sayısı, milieşdeğer O ₂ /kg, en çok	20,0	20,0	5,0	15,0
UV ışığında özgül soğurma,				
- 232 nm'de, en çok	2,5	2,6	Aranmaz	Aranmaz
- ⁴⁾ 270 nm'de, en çok	0,22	0,25	1,25	1,15
- ⁴⁾ Delta E, en çok	0,01	0,01	0,16	0,15
Yağ Asidi Etil Esterleri (FAEE), (mg/kg), en çok	35	Aranmaz	Aranmaz	Aranmaz
Rutubet ve uçucu madde, % (m/m), en çok	0,2	0,2	0,1	0,1
Halojene çözücü, mg/kg, en çok	0,1	0,1	0,1	0,1
Halojene çözücülerin toplam konsantrasyonu, mg/kg, en çok	0,2	0,2	0,2	0,2
Sabun	Bulunmamalı			
Çözünmeyen safsızlıklar, %(m/m), en çok	0,1	0,1	0,05	0,05
²⁾ Tokoferol, mg/kg, en çok	Aranmaz		200	200
²⁾ Kurşun (Pb) mg/kg, en çok	0,1	0,1	0,1	0,1

¹⁾ Eş değer karbon sayısı 42 olan trigliserit²⁾ İhracatta aranmayabilir.

³⁾ Kapilar kolonda ayrılabilen ve ayrılamayan toplam izomerler

⁴⁾ Yurt içinde üretilen yemeklik zeytinyağının klimatolojik ve agronomik koşullara göre özelliklerinde olusabilecek değişiklikler, zeytinyağı komisyonu tarafından zeytin üretim bölgelerinden gelen izleme çalışmalarının değerlendirilmesi ile belirlenir. Özel hükümler ithalatta uygulanmaz.

⁵⁾ ECN 42 ≤ 0,1, Kampesterol ≤ %3,3, Toplam Beta-sitosterol / (Kampesterol + Delta-7-Stigmastenol) ≥ 25, Stigmasterol ≤ %1,4 şartlarının sağlanması durumunda Natürel Sızma ve Natürel Birinci Zeytinyağında Delta-7- stigmastenol limiti en çok % 0,8 olarak uygulanabilir.

⁶⁾ Stigmasterol ≤ %1,4 ve Delta-7-Stigmastenol ≤ % 0,3 şartlarının sağlanması durumunda Natürel Sızma ve Natürel Birinci Zeytinyağında Kampesterol limiti en çok % 4,5 (hariç) olarak uygulanabilir.

⁷⁾ Eritrodiol ve uvaol toplamı %4,5 ile %6 arasında olduğunda Eritrodiol içeriği ≤ 75 mg/kg olur.

4.4 Özellik, muayene ve deney madde numaraları

Zeytinyağının özellikleri ile bunların muayene ve deneylerine ait madde numaraları Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3 — Özellik, muayene ve deney madde numaraları

Özellik	Özellik madde no	Muayene ve deney madde no
Ambalaj muayenesi	6.1	5.2.2
Duyusal ve fiziksel özellikler muayenesi	4.3.1	5.2.1
Sabunlaşmayan madde tayini	4.3.2	5.3.2
Yağ asitleri bileşimi tayini	4.3.2	5.3.3
Trans yağ asitleri tayini	4.3.2	5.3.4
2-Gliceril monopalmitat tayini	4.3.2	5.3.5
Steroller	4.3.2	5.3.6
Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki farkın tayini	4.3.2	5.3.7
Serbest asitlik tayini	4.3.2	5.3.8
Peroksit sayısı	4.3.2	5.3.9
UV ışığında özgül soğurma tayini	4.3.2	5.3.10
Rutubet ve uçucu madde tayini	4.3.2	5.3.11
Çözünmeyen safsızlıklar tayini	4.3.2	5.3.12
Sabun tayini	4.3.2	5.3.13
Tokoferol tayini	4.3.2	5.3.14
Kurşun tayini	4.3.2	5.3.15
Stigmastadien tayini	4.3.2	5.3.16
Mumsu maddeler, yağ asidi etil ve metil esterleri tayini	4.3.2	5.3.17
Uçucu halojene çözücüler tayini	4.3.2	5.3.18

5 Numune alma, muayene ve deneyler

5.1 Numune alma

Ambalajı, hacmi, sınıfı, türü, parti veya seri kod numarası aynı olan ve bir seferde muayeneye sunulan zeytinyağı bir parti sayılır. Partiden numune TS 7060 EN ISO 5555'e göre alınır.

5.2 Muayeneler

5.2.1 Duyusal ve fiziksel muayene

Zeytinyağının renk, görünüş ve berraklısı oda sıcaklığında bakılarak, tadı ve kokusu ise tadılarak ve koklanarak muayene edilir ve sonucun Madde 4.3.1'e uygun olup olmadığına bakılır.

5.2.2 Ambalaj muayenesi

Ambalaj muayenesi gözle ve elle incelenerek, tartılarak ve gerekirse ölçülerek yapılır. Sonucun Madde 6.1'e ve Madde 6.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3 Deneyler

Deneylerde TS EN ISO 3696'ya uygun damıtık su veya buna eş değer saflikta su kullanılmalıdır. Kullanılan reaktiflerin tümü analitik saflıkta olmalı, ayarlı çözeltiler TS 545'e, belirteç çözeltiler TS 2104'e göre hazırlanmalıdır.

5.3.1 Analiz için deney numunesinin hazırlanması

Analiz numunesi TS EN ISO 661'e göre hazırlanır.

5.3.2 Sabunlaşmayan madde tayini

Sabunlaşmayan madde tayini, TS 4963'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.3 Yağ asitleri bileşimi tayini

Yağ asitleri bileşimi tayini, TS EN ISO 12966-1 ve TS EN ISO 12966-2'ye göre hazırlanan numunelerde TS EN ISO 12966-4'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.2.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.4 Trans yağ asitleri tayini

Trans yağ asitleri tayini, TS EN ISO 12966-4'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.5 Gliceril monopalmitat tayini

5.3.5.1 Prensip

Yağ numunesi hazırlanıktan sonra, pankreatik lipaz etkisiyle gerçekleşen 1- ve 3- konumundaki trigliserit moleküllerinin kısmi ve spesifik hidrolizlenmesi sonucu görünür durumdaki 2 pozisyonlu mono gliceritler ayrılır. 2-glicerit mono palmitat elde edildikten sonra kapiller kolonlu gaz kromatografî ile monoglycerit fraksiyonu içindeki 2-gliceril monopalmitat yüzdesinin silillendirilmesi sonucunda tayin edilir.

5.3.5.2 Cihaz ve malzemeler

- 25 mL'lik erlen,
- 100 mL, 250 mL ve 300 mL'lik beherler,
- İç çapı 21 mm-23 mm, uzunluğu 400 mm olan, musluklu kromatografî cam kolon,
- 10 mL, 50 mL, 100 mL ve 200 mL'lik dereceli silindirler,
- 100 mL ve 250 mL'lik balonlar,
- Vakumlu döner buharlaştırıcı

- 10 mL'lik, konik dipli, kapaklı cam santrifüj tüpleri,
- 10 mL ve 100 mL'lik tüpler için santrifüj cihazı,
- $40^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ 'a ayarlanabilen su banyosu,
- 1 mL ve 2 mL'lik dereceli pipetler,
- 1 mL'lik plastik enjektör (tıbbi enjektör),
- 100 $\mu\text{L}'lik$ mikro enjektör,
- 1000 mL'lik ayırma hunisi,
- Kolona doğrudan enjeksiyon sistemi, $\pm 1^{\circ}\text{C}$ hassasiyetli termostat kontrollü fırın ile donanımlı kapiler kolonla çalışmaya uygun gaz kromatografi cihazı,
- Kolonun içine doğrudan giriş için soğuk enjektör,
- Alev iyonizasyon detektörü,
- PC ile bağlantılı gaz kromatografi verilerini saklayabilecek bilgisayar sistemi ve yazıcı,
- Uzunluğu 8 m -12 m, iç çapı 0,25 mm -0,32 mm, film kalınlığı 0,10 μm - 0,30 μm olan cam ya da eritilmiş silisten metilpolisilosan ya da % 5 fenil metilpolisilosan ile kaplanmış, 370°C sıcaklıkta kullanıma uygun kapiler kolon,
- En az 7,5 cm uzunlığında sertleştirilmiş iğnesi olan enjeksiyon sisteminde kullanıma uygun 10 $\mu\text{L}'lik$ enjektör,
- 500 mg silikajel içeren SPE kartuş.

5.3.5.3 Reaktifler

Tanecik boyutu 0,063 mm - 0,200 mm olan (70/280 göz açıklığı) Silika jel

Hazırlanışı: 160°C 'luk etüvde 4 saat kurutulur, desikatörde oda sıcaklığına soğutulur. % 5 oranında su ekenir (152 g silika jel + 8 g saf su) ağızı kapatılmış dikkatlice homojenize edilir. Kullanmadan en az 12 saat önce hazırlanmalıdır.

- Kromatografik saflıkta n-hekzan,
- İzopropanol,
- İzopropanolun 1:1 lik (v/v) sulu çözeltisi,
- Lipaz aktivitesi 2.0-10 mg/birim olan pankreatik lipaz enzimi,
- pH'sı 1:1 seyreltilmiş HCl çözeltisi ile 8'e ayarlanmış 1 M'lik tris(hidroksimetil)aminometanın sulu tampon çözeltisi,
- Enzimatik saflıkta % 0,1'lik sodyum kolat çözeltisi. Bu çözelti hazırlandıktan sonra 2 hafta içinde kullanılmalıdır.
- % 22'lik sulu kalsiyum klorür çözeltisi,
- Kromatografik saflıkta dietil eter,
- Taşıma çözeltisi; n-hekzan:dietil eter (87:13, v/v)
- % 12'lik (m/m) Sodyum hidroksit çözeltisi,
- Fenolftalein (% 1'lik etanolü çözeltisi),
- Taşıyıcı gazlar: kromatografik saflıkta hidrojen veya helyum,

- Yardımcı gazlar:
 - Kromotografik saflikta hidrojen,
 - Kromotografik saflikta kuru hava,
- 9:3:1 (v/v/v) oranında piridin/heksametil disilazan/trimetil klorosilan karışımından oluşan silillendirme reaktifi. Piyasada kullanıma hazır silillendirme reaktifi bulunmaktadır (örneğin, bis-trimetilsilik, triflor asetamid + % 1 trimetil klorosilan). Bunlar kullanıldığında eşit miktarda susuz piridin ilave edilir.
- Referans numune: saf monoglyceriterler ve buna benzer karışımındaki yüzde bileşimi bilinen numuneler

5.3.5.4 İşlem

5.3.5.4.1 Numunenin hazırlanması

Numunenin serbest yağ asitliği oleik asit cinsinden % 3'ün altındaysa silika jel kolondan önce nötrleştirme işlemine gerek yoktur. % 3'ün üzerinde ise aşağıdaki işlem uygulanır; 1000 mL'lik ayırma hunisine 50 g numune eklenir ve 200 mL n-hekzanda çözünür. 100 mL propan-2-ol ve yağın serbest asitliğinin % 5 fazlası olacak şekilde % 12'lik NaOH çözeltisi eklenir. 1 dakika kuvvetlice çalkalanır. 100 mL saf su ilave edilerek tekrar çalkalanır. Faz ayrımı beklenir. Altta bulunan sabun fazı uzaklaştırıldıktan sonra tekrar oluşan çözünmeyeş safsızlıklar da uzaklaştırılır. Hekzan fazı fenoltalein ile pembe renk vermeyinceye kadar 50 mL - 60 mL propan-2-ol/su karışımı ile birkaç kez yıkınır. Hekzan, tamamen uzaklaşana kadar vakumlu döner buharlaştırıcıda uçurulur. Bu uygulamanın sonunda yağın serbest asitliği % 0,5'in altına düşer.

Yukarıda bahsedilen şekilde hazırlanan yağ numunesinden 1g 25 mL'lik erlene tartılır. 10 mL taşıma çözeltisi içinde çözünür. Kolon kromatografisinden önce en az 15 dakika bekletilir. Çözelti bulanıksa santrifüj edilir. Bu şartta uygun kromatografi kolonu temin edilir (500 mg silika jel içeren SPE kartuşlar kullanılabilir).

5.3.5.4.2 Kolonun hazırlanması

Kolonun dibine cam pipetle bir parça cam yünü oturtulur. Kolona yaklaşık 30 mL taşıma çözeltisi eklenir. Havayı uzaklaştırmak için basılır.

Bir beherde 80 mL taşıma çözeltisi içinde 25 g silika jel ile süspansiyon hazırlanır. Huni yardımıyla kolona aktarılır. Bütün silikanın kolona aktarılması için taşıma çözeltisi ile defalarca yıkınır ve kolona eklenir. Musluk açılarak çözücü seviyesi silika jelin 2 mm üstüne gelinceye kadar akıtilır.

5.3.5.4.3 Kolon kromatografisi

25 mL'lik erlene hassas olarak tartılan 1,0 g yağ numunesi 10 mL taşıma çözeltisi içinde çözülür ve hazırlanan kolona aktarılır. Musluk açılır, numune silika jel seviyesine gelene kadar akıtilır. 150 mL taşıma çözeltisi ile taşınır. Debi 2 mL/dakika'ya ayarlanır. Böylece numune ortalama (60-70) dakikada kolondan geçer. Toplanan çözelti tartımı alınmış 250 mL'lik balona aktarılır. Vakumlu döner buharlaştırıcıda çözücü uçurulur. Son kalıntılar da azot gazı altında uçurulur. Balon tartılır ve geri alınan miktar hesaplanır.

Kullanıma hazır SPE kartuşlar kullanıldığında, kartuşa 3 mL n-hekzan ve 1 mL taşıma çözeltisi eklenir. Çözelti geçirildikten sonra 4 mL taşıma çözeltisi [n-hekzan:dietil eter/9:1 (v/v)] ile yıkınır. Toplanan çözelti 10 mL'lik tüpe alınarak azot gazı altında uçurulur. Kuru kalıntı pankreatik lipaz ile parçalanır. SPE'den önce ve sonra numunenin yağ asidi bileşiminin kontrol edilmesi gereklidir.

5.3.5.4.4 Pankreatik lipaz ile hidroliz

Santrifüj tüpüne hazırlanan numunededen 0,1 g tartılır. Her bir eklemenin sonra iyi bir şekilde karıştırılarak 2 mL tampon çözelti, 0,5 mL sodyum kolat çözeltisi ve 0,2 mL kalsiyum klorür çözeltisi sırasıyla eklenir. Tüpün ağzı kapatılır ve 40 °C ± 0,5 °C su banyosunda tutulur. 20 mg lipaz eklenir.

Dikkatlice karıştırılır. Kapığın ıslanmaması gereklidir. Su banyosunda tam olarak 2 dakika tutulur. Sonra kuvvetlice 1 dakika çalkalanır ve soğutulur.

1 mL dietil eter eklenir, kapığı kapatılmış kuvvetlice çalkalanır, ardından santrifüjlenir. Eter fazı temiz kuru bir tüpe mikro enjektörle alınır.

5.3.5.4.5 Silil türevlerinin hazırlanması ve gaz kromatografisi

Yukarıda hazırlanan çözeltiden 100 μL mikro enjektör yardımıyla 10 mL'lik konik dipli bir tüpe alınır.

Çözücü hafif azot akımında uçurulur, 200 μL silillendirme reaktifinden eklenir. Kapığı kapatılır ve ayrılması için 20 dakika bekletilir. 20 dakikanın sonunda kromatografi koşullarına göre 1 mL - 5 mL n-hekzan eklenir. Elde edilen çözelti gaz kromatografisi için hazırlıdır.

5.3.5.4.6 Gaz kromatografisi çalışma şartları

- Enjektör sıcaklığı çözücüün kaynama noktasının altında olmalıdır (68°C).
- Dedektör sıcaklığı 350°C olmalıdır.
- Firm sıcaklığı: 60°C başlangıç sıcaklığında 1 dakika bekletildikten sonra $15^\circ\text{C}/\text{dakika}$ sıcaklık artışı ile 180°C 'a çıkarılır. Daha sonra $5^\circ\text{C}/\text{dakika}$ sıcaklık artışı ile 340°C 'a çıkarılır ve 13 dakika bekletilir.
- Taşıyıcı gaz: Hidrojen ya da helyum kullanılmalıdır.

Alikonulma süresi trigliseritlerin C54 pik (40 ± 5) dakikada çıkacak şekilde ayarlanmalıdır. (2-giseril monopalmitat pikinin yüksekliği tüm skalanın en az % 10'u kadar olmalıdır.)

- Enjeksiyon miktarı: (0,5-1) μL numunenin 5 ml n-hekzandaki çözeltisi

5.3.5.4.7 Piklerin tanımlanması

Pik tanımlaması, alikonulma süresi bilinen monogiserit karışımının aynı şartlarda analiz edilmesiyle elde edilen tanımlanmış piklerle yapılır.

5.3.5.4.8 Miktarın hesaplanması

Bilgisayar programı yardımı ile pik alanları hesaplanır.

5.3.5.5 Sonuçların gösterilmesi

2-Giseril monopalmitatın yüzdesi, ilgili pik alanının toplam pik alanına oranından aşağıdaki şekilde hesaplanır:

$$\% \text{ 2 - Gliseril monopalmitat} = 100 \times \frac{A_x}{\sum A}$$

Burada;

A_x : Gliseril monopalmitat pikinin alanı

$\sum A$: Monogiserit piklerinin toplam alanıdır.

Sonuçlar bir ondalık olarak gösterilir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.6 Sterollerin tayini

Sterollerin tayini, TS EN ISO 12228-2'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.7 Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki farkın tayini

Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki farkın tayini, TS 342'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.8 Serbest asitlik tayini

Serbest asitlik tayini, TS 342'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.9 Peroksit sayısı tayini

Peroksit sayısı tayini, TS EN ISO 3960'a göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.10 UV ışığında özgül soğurma tayini

UV ışığında özgül soğurma tayini, TS EN ISO 3656'ya göre veya Delta E hesaplamasının da yer aldığı aşağıdaki yönteme göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.10.1 Cihaz ve malzemeler

- Spektrofotometre (220-360 nm arasındaki dalga boylarında okuma yapabilen),
- Kuvartz küvetler (Kapakları ile birlikte 1 cm'lik ışık yoluna sahip ve su veya kromatografik saflikta uygun başka bir çözücü ile doldurulduğunda soğurma değerleri arasındaki fark 0,01'den büyük olmayan),
- 25 mL'lik ölçüllü balonlar,
- 45 cm uzunluğunda ve 35 mm çapında 10 mm'lik musluk çapına sahip kromatografik kolon.

5.3.10.2 Reaktifler

- Spektrofotometrik saflikta izo-oktan (2.2.4-trimetilpentan) (Saf suya karşı spektorofotometrede 220 nm'de % 60'tan, 250 nm'de % 95'ten az olmayacağı bir geçirgenliğe sahip) veya
- Spektrofotometrik saflikta siklohekzan (Saf suya karşı spektorofotometrede 220 nm'de % 40'tan, 250 nm'de % 95'ten az olmayacağı bir geçirgenliğe sahip),
- Bazik alüminyum oksit,
- Kromatografik saflikta n-hekzan.

5.3.10.3 İşlem

Numune homojen olmalı ve herhangi bir safsızlık içermemelidir. Ortam sıcaklığında sıvı olan yağlar yaklaşık 30 °C'ta süzgeç kâğıdından süzülmelidir.

Yaklaşık 0,25 g numune hassas bir şekilde 25 mL'lik balon jojeye tartılır. Belirtilen çözücü ile 25 mL'ye tamamlanır ve homojenize edilir. Elde edilen çözelti tamamen berrak olmalıdır. Çözeltide opaklık veya bulanıklık varsa, tekrar filtre edilmelidir.

Elde edilen bu çözelti küvette doldurulur ve yağ içeren bu çözeltinin soğurmaları spektrofotometrede 232-276 nm arasında uygun dalga boylarında saf çözücüye karşı ölçülür.

Ölçülen özgül soğurma değerleri 0,1-0,8 aralığında olmalıdır. Aksi takdirde, daha derişik veya daha seyreltik çözeltiler kullanılarak ölçümlerin mutlaka tekrarlanması gereklidir.

Numunenin bazik alüminyum oksit kolonundan geçirilmesi gerekiyorsa (naturel zeytinyağlarında saptanan özgül soğurma değeri sınır değerinin üzerinde ise), numunedeki özgül soğurmanın belirlenmesi için aşağıdaki işlemler uygulanır.

Hekzan içinde hazırlanan 30 g bazik alüminyum oksit kromatografi kolonuna boşaltılır. Bazik alüminyum oksit kolonun içerisinde çökeldikten sonra, hekzan fazı alüminyum oksit fazının 1 cm üzerinde olacak şekilde alttaki musluk yardımıyla ayarlanır.

5.3.10.4 Sonuçların gösterilmesi

Çeşitli dalga boylarında aşağıdaki eşitlikle hesaplanan özgül soğurmalar (soğurma katsayıları) kaydedilir:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{c \times s}$$

Burada;

K_{λ} : λ dalga boyundaki özgül soğurma,

E_{λ} : λ dalga boyunda ölçülen soğurma,

c : Yağ çözeltisinin konsantrasyonu (g/100 mL),

s : Kuvartz küvetin kalınlığıdır (cm).

ΔK aşağıdaki eşitlikle hesaplanır:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

Burada K_m ; m dalga boyunda özgül soğurmadır.

Not- En yüksek özgül soğurma (K_m) için; izo-oktan kullanılıyorsa 268 nm'de, siklo-hekzan kullanılıyorsa 270 nm'de ölçüm yapılmalıdır. ΔE hesaplanmasımda ΔK ve diğer K sembollerini E olarak alınacaktır.

Sonuçlar iki ondalıklı olarak ifade edilmelidir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.11 Rutubet ve uçucu madde tayini

Rutubet ve uçucu madde tayini, TS EN ISO 662'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.12 Çözünmeyen safsızlıklar tayini

Çözünmeyen safsızlıklar tayini, TS EN ISO 663'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.13 Sabun tayini

Sabun tayini, TS 5038'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.14 Tokoferol tayini

Tokoferol tayini, TS 5036'ya göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.15 Kurşun tayini

Kurşun tayini TS EN ISO 12193'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.16 Stigmastadien tayini

Stigmastadien tayini, TS EN ISO 15788-1'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.17 Mumsu maddeler, yağ asidi etil ve metil esterleri tayini

5.3.17.1 Prensip

Analiz, yağa uygun bir iç standart ilavesi ve silikajel kolonda kromatografik olarak ayrılmasına dayanmaktadır. Deney koşullarında (triglyceridlerden daha düşük polaritede olanlar) ayrılan maddeler doğrudan kapiler gaz kromatografisiyle analiz edilir.

5.3.17.2 Cihaz ve Malzemeler

- 25 mL erlenmayer,
- Sıvı kromatografi için cam kolon. İç çapı 15 mm, uzunluğu 30 cm - 40 cm, uygun bir musluk takılmış,
- Doğrudan kolon üzerinden enjeksiyona olanak tanıyan bir sistemle donatılmış kapiler kolon için uygun bir gaz kromatografisi,
- Termostat kontrollü sıcaklık programı,
- Doğrudan kolon üzerinden enjeksiyon için soğuk enjektör,
- Alev iyonizasyon dedektörü ve çevrimci-kuvvetlendirici,
- Yazıcı-hesaplayıcı¹⁾: 1 s ve a deşiken kağıt hızından daha fazla olmayan tepki süresi ve çevrimci-kuvvetlendirici ile birlikte kullanım için,
- Silika kaplanmış kapiler kolon (mumsu maddeler, metil ve etil ester analizleri için). Uzunluk (8-12) m, iç çap (0,25 – 0,32) mm, içten sıvı faz ile kaplanmış olarak²⁾. 10 µm - 30 µm düzgün kalınlıkta,
- Mikrosırıngı. 10 µL, doğrudan kolon üzeri enjeksiyon için sertleştirilmiş iğnesi olan,
- Elektrikli çalkar,
- Döner buharlaştırıcı,
- Kül fırını,
- Analitik terazi, ± 0,1 mg duyarlılıkta,
- Diğer laboratuvar cam malzemeleri.

5.3.17.3 Reaktifler

- Silika jel, 60 µm - 200 µm meşlik. Silika jel kül fırınına yerleştirilir ve en az dört saat boyunca 500 °C'ta tutulur. Soğutulduktan sonra kullanılan miktarla göre % 2 su ilave edilir. Homojen bir karışım elde edilinceye kadar dikkatle karıştırılır, kullanmadan önce en az 12 saat boyunca desikatörde tutulur.
- Kromatografik ya da kalıntı kalitesi düzeyinde (Saflık kontrol edilmiş olmalıdır),
- Etil eter, kromatografik derecede,
- n-Heptan, kromatografik derecede ya da iso-oktan,
- Lauril araşıdat standart çözeltisi³⁾, mumsu maddelerin iç standard olarak heptan içindeki % 0,05 (m/V)
- Metil heptadekonat standart çözeltisi, metil ve etil esterlerinin iç standardı olarak % 0,02 (m/V) Sudan 1 (1-Fenilazo-2-Naftol),
- Taşıyıcı gaz. Hidrojen ya da helyum. Saf, gaz kromatografik derecede,
- Taşıyıcı gaz. Hidrojen ya da hava. Saf, gaz kromatografik derecede.

¹⁾ Gaz kromatografi verilerinin PC'ye aktarılmasıyla bilgisayar sistemleri de kullanılabilir.

²⁾ SE52, SE54, vb gibi amaca uygun ticari sıvı fazlar bulunmaktadır.

³⁾ Palmitil palmitat, miristik stearat ya da araştıdil laurat da kullanılabilir.

5.3.17.4 İşlemler

5.3.17.4.1 Kromatografi kolonunun hazırlanması

n-Hekzan içinde askıda duran 15 g silikajel tanıtlan kolonun içine aktarılır ve bir süre kendi hâline bırakılır. Daha sonra elektrikli çalkar yardımıyla daha homojen bir kromatografik yatak elde edilir. 30 mL n-hekzan olabilecek safsızlıklarını almak amacıyla kolondon geçirilir. Analitik terazi ile tam olarak 500 mg örnek 25 mL'lik balon içine tırtılır ve üzerine beklenen mumsu madde miktarına bağlı olarak (zeytinyağının durumuna göre 0,1 mg loril araşışat, 0,05 mg metil heptadekanat) yeterli miktarda iç standart ilave edilir.

Hazırlanan örnek 2 mL n-hekzan yardımıyla kromatografi kolonuna aktarılır. Çözüğün, absorbansın 1 mm üzerine kadar akışına izin verilir. 10 saniyede 15 damla akış oranı ayarlanarak kolondon n-hekzan/etil eter karışımı geçirilerek 220 mL süzüntü toplanır (Bu kısım metil ve etil esterleri ile mumsu madde içerir).

Not - n-Hekzan/etil eter (99:1) karışımı günlük olarak hazırlanmalıdır.

Mumsu maddelerin tam olarak ayrıldığını görebilmek amacıyla yıkama karışımına 100 μ L Sudan I boyası katılabilir. Boyanın alikonulma süresi mumsu maddeler ile trigliserollerin arasındadır. Bu nedenle boyanın altına kadar geldiğinde bütün mumsu maddenin süzüldüğü anlaşılır.

Bütün çözüğün hemen hemen tamamı alınıcaya kadar süzüntü döner buharlaştırıcıda buharlaştırılır. Kalan son 2 mL de zayıf azot akımıyla alınır. Metil ve etil esterlerinden oluşan kalıntı, 2 mL - 4 mL kadar n-heptan ya da izo-oktan ile seyreltilir.

5.3.17.4.2 Gaz kromatografi analizi

5.3.17.4.2.1 Ön işlemler

Kolon girişi kolon üstü sisteme, çıkışı da dedektöre olacak biçimde gaz kromatografisine takılır. Gaz kromatografisinin düzenekleri kontrol edilir (Gaz tutucusunun işlerliği, dedektör ve yazıcıların etkinliği vb.)

Mumsu maddeler, metil ve etil esterler için çalışma koşulları seçilir.

Çalışma koşulları genel olarak aşağıdaki gibidir:

Kolon sıcaklığı 20°C/dakika 5°C/dakika
80 °C başlangıç (1 dakika) -----> 140 °C -----> 335 °C (20 dakika)

Dedektör sıcaklığı : 350 °C

Enjeksiyon hacmi: 1 μ L n-heptan çözeltisi (2 mL - 4 mL)

Taşıyıcı gaz : En uygun düzgün hızda helyum ya da hidrojen

Not - Analiz sonunda yüksek sıcaklıklara ulaşıldığından pozitif sürüklenemeye izin verilebilir; ancak bu durum, toplam değerin % 10'unu geçemez.

Bu koşullar, mumsu maddelerin, yağ asitleri metil ve etil esterleri ile alikonulma süresi (18 ± 3) dakika olan loril araşışat iç standardının çok iyi bir şekilde ayrıldığı yeterli pikler elde edilebilmesi için kolon ve gaz kromatografisinin özelliklerine bağlı olarak değiştirilebilir. Genelde, metil ve etil esterleri iç standardı metil heptadekonat piki tam olarak elde edildiğinde mumsu maddelere ait piklerin de % 60 oranında görülebilmesi gerekmektedir. Pik entegrasyon parametreleri, pik alanlarından istenilen doğru değerlendirmenin yapılabilmesi amacıyla, değişik biçimlerde hesaplanabilir.

5.3.17.4.3 Analizin performansı

10 μL lik mikro şırınga ile 10 μL çözelti alınır, iğne kısmı tamamen boşalıncaya kadar piston geri çekilir. Şırınga enjeksiyon bölümüne yerleştirilir, (1-2) saniye içinde enjeksiyon yapılır, 5 saniye kadar beklenip şırınga yavaşça dışarı çekilir.

Analizi yapılan kısımlara bağlı olarak, mumsu maddelerin ya da stigmadienlerin tamamı alınıncaya kadar kayıtlar sürdürülür.

Temel çizgi her zaman istenen koşulları karşılamalıdır.

5.3.17.4.4 Piklerin belirlenmesi

Aynı koşullarda bilinen maddelerin alikonulma süreleri ile mumsu madde karışımının alikonulma sürelerinin karşılaştırılmasıyla pikler belirlenir. Zeytinyağının ana yağ asitleri (palmitik ve oleik) metil ve etil esterleri karışımından alkil esterleri belirlenir.

5.3.17.5 Mumsu madde miktarının analizi

Bir hesaplayıcı yardımıyla, loril araşidat iç standart ile C40-C46 alifatik esterleriyle ilgili pikler hesaplanır. Aşağıdaki eşitlik ile toplam mumsu maddeleri oluşturan tüm mumsu maddeler tek tek hesaplanır:

$$\text{Mumsu maddeler (mg/kg)} = \frac{(\sum A_x) \times m_s \times 1000}{A_s \times m}$$

Burada;

A_x : Her bir ester pikinin bilgisayarda bulunan pik alanı,

A_s : İç standart loril araşidatın pik alanı,

m_s : İç standart olarak ilave edilen loril araşidat miktarı (mg),

m : Alınan örnek miktarıdır (g).

5.3.17.6 Metil ve etil esteri miktarlarının analizi

Metil heptadekonat iç standart ile C16-C18 yağ asitleri metil ve etil esterleriyle ilgili pikler hesaplanır. Aşağıdaki eşitlik ile toplam mumsu maddeleri oluşturan tüm mumsu maddeler tek tek hesaplanır:

$$\text{Ester (mg/kg)} = \frac{A_x \times m_s \times 1000}{A_s \times m}$$

Burada;

A_x : C16 ve C18 esterlerinin ayrı ayrı pik alanı,

A_s : İç standart olarak ilave edilen metil heptadekanatın pik alanı,

m_s : İç standart olarak ilave edilen metil heptadekanat'ın kütlesi (mg),

m : Analiz için alınan örnek miktarıdır (g).

5.3.17.7 Sonuçların gösterilmesi

C40'dan C46'ya kadar değişik mumsu maddelerin miktarları yoğun her kilogramı için miligram olarak rapora yazılır. Raporla, C16'dan C18'e kadar metil ve etil esterlerinin miktarları ve her ikisinin toplamı yazılır. Sonuçlar en yakın mg/kg'a yuvarlanabilir. Etil ve metil esterleri arasındaki oran belirlenir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.18 Uçucu halojene çözücülerin tayini**5.3.18.1 Cihaz ve malzemeler**

- Elektron yakalama detektörlü (ECD) gaz kromatografi cihazı,
- Head space cihazı,
- Kapiler kolon, uzunluğu 25-50 m iç çapı 0,25-0,35 mm (SE 52/54 veya eşdeğeri),
- Taşıyıcı ve yardımcı gaz: Kromatografik saflikta azot,
- 10-15 mL'lik cam balon, teflon kaplanmış ve enjektör girişine uygun aluminyum tıpa,
- Hermetik mühürleme aleti,
- 0,5-2 mL'lik enjektör,
- 20 mL'lik HS vialeri,
- 1 μ L ve 5 μ L'lik enjektör,
- 40 μ L'lik pipet veya enjektör.

5.3.18.2 Reaktifler

- Kromatografik saflikta halojene çözücü standartları: tetra kloretilen, kloroform, karbon tetra klorür, dikloretilen, diklorometan, 1,2 dikloretan'dır.
- Standart çözeltilerin hazırlanışı; Belirli miktarlarda (1-2 g) alınan halojen standartları 100mL balon joje içinde karışım standardı olarak DMA (dimetilamin) ile 1/20 ve 1/100'lük seyreltilerek analize uygun stok konsantrasyonlar elde edilir. Kalibrasyon eğrisini çizmek için halojen içermeyen 2 g rafine zeytinyağı (kör) üzerine konsantrasyonları 0,05-0,1-0,2 ppm olacak şekilde stok halojen standartlar eklendir. Cihaza tek tek enjekte edilen ve göreceli alikonma zamanları tespit edilmiş halojen bileşiklerin konsantrasyonları yardımıyla numunedede bulunan pikler tespit edilir.

5.3.18.3 İşlem

- Cam balona yaklaşık 2 g yağ tartılır ve hermetik olarak kapatılır. 70 °C'da 1 saat ısıtılır. Bir enjektör kullanılarak 0,2-0,5 mL dikkatlice head space'e verilir. Gaz kromatografi cihazı aşağıdaki koşullara ayarlanır:
- Enjektör sıcaklığı: 150 °C
- Fırın sıcaklığı : 65 °C'da 8 dakika bekletilir ve daha sonra 3 °C /dakika hızla 85 °C'ye getirilir.
- Detektör sıcaklığı: 350 °C(Sıcaklıklar, elde edilen sonuçlara göre ayarlanabilir.)
- Refereans çözelti: Rafine zeytinyağı, kalıntı bulunmayan çözücü ile 0,05-1ppm konsantrasyonunda (numunedede tahmin edilen kalıntı dikkate alınarak) hazırlanır.

5.3.18.4 Kantitatif değerlendirme

Numunedeki pik yüksekliği, standart çözeltideki pik yüksekliği ile karşılaştırılır. Eğer sapma %10'dan büyüğse standart sapma %10'u geçmeyecek şekilde standart yeniden hazırlanarak tekrar numune enjekte edilmeli ve ortalaması alınmalıdır.

5.3.18.5 Sonuçların gösterilmesi

Halojene çözücülerin toplamı ppm(mg/kg) olarak ifade edilir. Bu metodun tespit limiti; 0,01mg/kg'dır.

Sonuç iki ondalık olarak gösterilir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.4 Değerlendirme

Madde 5.1'e göre alınan numuneler üzerinde bu standart kapsamında bulunan muayene ve deneylerin sonuçları standarda uygunsa parti standarda uygun sayılır.

5.5 Muayene ve deney raporu

Muayene ve deney raporunda en az aşağıdaki bilgiler bulunmalıdır:

- Firmanın adı ve adresi,
- Muayenenin yapıldığı yerin adı,
- Muayeneyi yapanın ve/veya raporu imzalayan yetkililerin adları, görev ve meslekleri,
- Numunenin alındığı tarih ile muayene tarihi,
- Numunenin tanıtılması,
- Muayenede uygulanan standardların numaraları,
- Sonuçların değerlendirilmesi,
- Muayene sonuçlarını değiştirebilecek faktörlerin mahsurlarını gidermek üzere alınan tedbirler,
- Uygulanan muayene metodlarında belirtilmeyen veya mecburi görülmeyen, fakat muayenede yer almış olan işlemler,
- Numunenin standarda uygun olup olmadığı,
- Rapora ait seri numarası ve tarih, her sayfanın numarası ve toplam sayfa sayısı.

6 Piyasaya arz

6.1 Ambalajlama

Yemeklik zeytinyağı mevzuatına uygun ambalajlarda piyasaya arz edilir.

6.2 İşaretleme

Yemeklik zeytinyağının piyasaya arz edildiği ambalajların üzerine en az aşağıdaki bilgiler, silinmeyecek ve bozulmayacak şekilde etiket hâlinde veya baskı (litograf) olarak bulunmalı, ayrıca bu kapların içinde bulunduğu büyük ambalajların üzerine okunabilecek ve silinmeyecek şekilde aynı bilgiler yazılmalıdır:

- İmalatçı, ihracatçı, imalatçı-ihracatçı, ithalatçı firmalardan en az birinin ticari unvanı veya kısa adı ve adresi, varsa tescilli markası, (sadece ithalatçı firmanın ticari unvanı veya kısa adının yazılması durumunda, ambalaj üzerine "Türk Malı" ifadesi eklenmelidir),
- Bu standardın işaret ve numarası (TS 341 şeklinde, ihracatta isteğe bağlıdır),
- Mamülün adı,
- Sınıfı,
- Türü,
- Parti kod numarası ile seri veya kod numaralarından en az biri (5 L'den büyük ve dış ambalajlarda parti numarası zorunludur),
- Net dolum hacmi ve/veya net kütlesi (en az mL, L, g veya kg olarak) (ihracatta sadece o ülkede geçerli ölçü birimi yazılabilir),
- Varsa katkı maddelerinin adı ve içeriği (Naturel sızma yağı hariç),
- Firmaca tavsiye edilen son tüketim tarihi,

- Çeşni maddesi eklenmişse, çeşni maddesinin adı (örneğin, kekikli naturel sızma zeytinyağı)

Not - İhracatta parti, seri veya kod numaralarından birinin yazılması, 5 L dâhil iç ambalajlar için istege bağlıdır.

Naturel zeytinyağları hariç zeytinyağı ambalajlarına yörensel menšeî adı yazılmamalıdır.

Gerektiğinde bu bilgiler ithalatçı ülkenin istediği yabancı dillerde de yazılabilir.

Not: Zeytinyağı türlerinin bazı yabancı dillerdeki karşılıkları Ek A'da verilmiştir.

7 Çeşitli hükümler

İmalatçı veya satıcı bu standarda uygun olarak imal edildiğini beyan ettiği zeytinyağı için istendiğinde standarda uygunluk beyannamesi vermek veya göstermek zorundadır. Zeytinyağı, hiçbir bitkisel ya da hayvansal yağ ile karıştırılamaz. Bu beyannamede satış konusu mamulün;

- Madde 4'teki özelliklere uygun olduğunu,
- Madde 5'teki muayene ve deneylerin yapılmış ve uygun sonuç alınmış bulunduğuunu belirtmesi gereklidir.

Kaynaklar

- [1] Codex Alimentarius 2001. Fats, Oils and Related Products, Sec. Ed.
- [2] COI/T.15/NC no. 3/Rev. 3 November 2008l
- [3] Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği (29.12.2011, Sayı: 28157, 3. Mükerrer Resmi Gazete)
- [4] Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Prina yağı Tebliği (08.04.2023 tarih, 32157 sayılı Resmi Gazete Tebliği No: 2023/23)

Ek A**(Bilgi için)****Tüketime sunulma şekillerine göre zeytinyağı türleri ve yabancı dil karşılıkları**

Türkçe	Fransızca	İngilizce	Italianca	Ispanyolca
Naturel sizma zeytinyağı	Huile d'olive vierge extra	Extra virgin olive oil	Olio d'oliva extra vergine	Aceite de oliva virgen extra
Naturel birinci zeytinyağı	Huile d'olive vierge	Virgin olive oil	Olio d'oliva vergine	Aceite de oliva virgen
Rafine zeytinyağı	Huile d'olive raffinée	Refined olive oil	Olio d'oliva raffinato	Aceite de oliva refinado
Riviera zeytinyağı	Huile d'olive	Olive oil or pure olive oil	Olio d'oliva	Aceite de oliva

Ek B

(Bilgi için)

Naturel zeytinyağına ait lezzet özellikleri ve tespiti

B.1 Amaç ve kapsam

Bu yöntemin amacı, naturel zeytinyağının lezzet özelliklerini değerlendirmek için ihtiyaç duyulan kriterleri saptamak ve sınıflandırma için bir metodoloji geliştirmektir.

B.2 Uygulama alanı

Yöntem; bir panelde seçilen bir tadımcı grubuna naturel zeytinyağının sınıflandırılması ve zeytinyağının kusurlarının şiddetine, aromasına (meyvemsilik) ve diğer pozitif özelliklerine göre derecelendirilmesinin belirlenmesinde ne tür uygulamalar yapılacağını tarif eder.

Tadım panelistlerinin seçimi ve eğitimi ile tadım odaları ve tadım bardaklarının seçiminde ilgili uluslararası standardlar kullanılmalıdır.

B.3 Özel terimler

B.3.1 Pozitif özellikler

- Meyvemsilik:* Zeytinin çeşidine bağlı olarak sağlıklı, taze, yeşil ya da olgun meyveden elde edilen yağın algılanan karakteristik meyvemi aromasıdır.

Yağ yeşil zeytinden elde edilmiş ise aroma yeşil meyveyi anımsatır.

Yağ olgun zeytinden elde edilmiş ise aroma yeşil ve olgun meyveyi birlikte anımsatır.

- Açılık:* Yeşil zeytinden veya rengi dönük zeytinlerden üretilmiş yağın karakteristik ilk tadıdır.

- Yakıcılık:* Yağın lezzet karakteristiği olan yakma hissidiir.

Çoğunlukla mevsimin başlangıcında hâlâ yeşil olan zeytinlerden üretilen yaqlarda bu tat hissedilir. Bu his, tüm ağız boşluğununda algılanabilir, özellikle boğazda hissedilir.

B.3.2 Kusurlar

- Kızışma-çamurlu tortu/posa:*

Kızışma; yiğin olarak saklanan veya depolanan zeytinlerden üretilen yaqların, anaerobik fermantasyonun ileri safhalarındaki zeytinlerden üretilen yaqların,

Çamurlu tortu; depolama tanklarının ya da fiçoların dibinde biriken tortuyla temas eden yaqların karakteristik tat ve kokusunu tanımlar.

- Küflü-rutubetli:* Nemli koşullarda uzun süreli depolama sonucunda çok sayıda küf ve mayanın gelişmiş olduğu meyvelerden üretilen yağın karakteristik tat ve kokusu.

- Şarabımsı-sirkemsi/asidik-ekşimsi:* Belirli yaqların şarap veya sirkeyi hatırlatan karakteristik tat ve kokusu.

Bu tat ve koku, esas olarak zeytinlerdeki, asetik asit, etil asetat ve etanol oluşumuna yol açan fermantasyon sürecinden kaynaklanır. Bu tat ve koku zeytinlerin veya zeytin hamurunun bastırılmasında kullanılan hasırların iyi temizlenmemesi nedeniyle, elde edilen yağın aerobik fermantasyonundan kaynaklanır.

- Metalik: Metal tadı

Bu tat zeytinin ya da yağın; ezme, karıştırma, presleme veya depolama esnasında metal yüzeylerle uzun süreli temasla bulunmasından kaynaklanır.

- **Ransid:** Şiddetli bir oksidasyon sürecine maruz kalan yağın karakteristik tat ve kokusudur.
- **Isıtılmış veya yanmış :** Isıtma işleminin yüksek sıcaklıkta ve/veya uzun süreli uygulanması sonucu oluşan karakteristik tat ve koku. Bu durum, özellikle karıştırma sırasında hamur sıcaklığının yüksek olması sonucu oluşur.
- **Samansi-odunsu:** Kurumuş zeytinlerden üretilmiş yağıların karakteristik tadı.
- **Kaba:** Bazı eski yağıların ağızda yarattığı kalın, macunsu his.
- **Makine yağı:** Yağın, mazot, makine yağı veya mineral yağı animsatan tadı.
- **Karasu:** Yağın, karasu ile uzun süreli teması sonucu ferment olmasından kaynaklanan tat.
- **Salamura:** Salamura zeytinlerden elde edilmiş yağın tadı.
- **Hasırımsı:** Yeni hasırlara bastırılmış zeytinlerden elde edilen yağın karakteristik tadı. Bu tat, hasırların yeşil veya kurutulmuş ottan yapılmış olmasına bağlı olarak değişebilir.
- **Topraksi:** Topraklı veya çamurlu olarak toplanmış ve uygun şekilde yıkamamış zeytinlerden elde edilmiş yağın tadı.
- **Kurtlu:** Zeytin sineği (*Bactrocera oleae*) kurtlarının yoğun zararına uğramış zeytinlerden elde edilen yağın tadı.
- **Salatalık:** Yağın, özellikle hava geçirmez teneke kaplarda çok uzun süre depolanması sonucu oluşan 2-6 nonadienalden kaynaklanan tat.
- **Islak odun:** Don zararına uğramış zeytinlerden elde edilmiş yağın tadı.

B.3.3 Etiketleme terimleri

Panel başkanı, talep edildiğinde yoğunluk ve hissedilen özelliklere göre aşağıdaki sıfatlara karşılık gelen tanım ve aralıklara uyan yağıları sertifikalandırabilir.

a) Madde B.3.1'de verilen her bir pozitif özellik (meyvemiş-yeşil veya olgun-yakıcı veya acı):

- i) **Yoğun:** ortanca değeri 6'dan büyük olduğunda kullanılabilir.
- ii) **Orta:** ortanca değeri 3-6 olduğunda kullanılabilir.
- iii) **Hafif:** ortanca değeri 3'ten az olduğunda kullanılabilir.

Sorgulanan özelliğin yukarıdaki sıfatlarla ifade edilemediği ve ortanca değeri 3 veya daha fazla olması durumunda (i), (ii), (iii) maddelerindeki sıfatlar olmadan ifade edilebilir.

b) **Dengeli:** Yağın verdiği koku, tat ve his özellikleri bakımdan acı ve/veya yakıcı özelliği ortancası, meyvemiş özelliği ortancasının 2 puan üstünde olduğu durumda kullanılabilir.

c) **Yumuşak yağ:** Acı ve yakıcılık özellikleri ortancalarının 2 veya daha az olması durumunda kullanılır.

B.4 Panel

Bir panel, panel başkanı ve 8-12 tadımcıdan oluşur.

Panel başkanı; yağ türleri konusunda uygun eğitim almış bir uzman olmalıdır; panelin organizasyonundan ve işleyişinden (numunelerin hazırlanması, kodlanması, tadımcılara sunulması, verilerin toplanması ve işlenmesi) sorumludur. Panel başkanı, lezzet analizlerinde temel eğitimi almış tadımcılar arasından panel grubunu oluşturur performanslarının standartlara uygunluğunu değerlendirir.

© TSE – Tüm hakları saklıdır.

Tadımcılar benzer numuneler arasındaki farkları ayırt edebilme becerilerine göre değerlendirilmeli ve ulusal veya uluslararası kabul görmüş yöntemlere göre eğitilmiş ve sertifika almış olmalıdır.

B.5 İşlem

B.5.1 Profil kağıdının tadımcılar tarafından kullanımı

Tadımcılar tarafından kullanımı amaçlanan profil kağıdı Şekil B.1'de yer almaktadır.

- Paneldeki her bir tadımcı, tadım bardağındaki yağı, önce koklar⁴⁾, daha sonra tadar, sonra negatif ve pozitif özelliklerin her biri için algıladığı yoğunluğu profil kağıdındaki 10 cm'lik skalaya işaretler. Tadımcı meyvemsiliği yeşil veya olgun olarak algılandığında, profil kağıdındaki ilgili kutucuğu işaretler.
- Tadımcı, profil kağıdında verilmemiş herhangi bir kusur algılayacak olursa, bunları "diğerleri" başlığı altına, Madde B.3.2'de tanımlananlar arasından özellikleri en doğru tarif eden terim veya terimleri kullanarak kaydedir.

B.5.2 Verilerin panel başkanı tarafından işlenmesi

- Panel başkanı, her bir tadımcı tarafından doldurulan profil kağıdını toplar ve kaydedilen yoğunlukları gözden geçirir. Herhangi bir anormallik gözlemlendiğinde, tadımcıyı profil kağıdını revize etmeye ve gerekliyse, deneyi tekrar etmeye davet eder.
- Panel başkanı her bir tadımcının verilerini, bilgi/açıklama bölümünde belirtilen hesaplamaları yapmak amacıyla bilgisayar programına kaydeder. Belirli bir numunelarındaki veriler kullanılarak, 9 lezzet özelliğini temsil eden 9 sütündan ve her bir tadımcı için bir satırdan oluşan tablo oluşturulur.
- Bir kusur, panelin en azından % 50'si tarafından "diğerleri" başlığı altına girilmişse, panel başkanı negatif özelliğin ortancasını hesaplar ve karşılık gelen sınıflandırmayı belirler.
- İncelenen yağı Madde B.3.3(a)'daki meyvemişi özelliği yeşil ve olgun terimlerinin tadımcıların en az % 50'si tarafından tespit edilmesi sonucunda yağı özelliği panel başkanı tarafından onaylanır.
- Normal koşullarda lezzet analizinin bir defa yapılması yeterlidir; ancak, çelişkili değerlendirmeler olduğu takdirde panel başkanı lezzet analizini tekrarlatmalıdır. Çelişkili değerlendirmeyi doğrulamak için üçüncü kez lezzet analizi yapılmalıdır. Bu durumda özelliğin ortancası, ortancaların ortalamalarından hesaplanmalıdır. Tekrarlanan deneyler farklı oturumlarda yapılmalıdır.

B.5.3 Yağın derecelendirilmesi

Yağ, kusurların ortancası ve meyvemsiliğin ortancası ile birlikte aşağıdaki gibi derecelendirilir. En yoğun şekilde hissedilen kusurun ortancası, kusurların ortancası olarak belirlenir. Kusurların ve meyvemsiliğin ortancası bir ondalık sayı şeklinde verilir ve belirlenen standart sapma % 20' den daha büyük olmamalıdır.

Yağ aşağıda verilen referans aralıklara göre kusurların ortancası ve meyvemsiliğin ortancaları karşılaştırılarak derecelendirilir. Bu aralıkların sınır değerleri belirlenirken hesaplanan yöntem hatası, sonucun kesin olması için dikkate alınmalıdır. İstatistiksel bir tablo veya bir grafik kullanılan bilgisayar programları derecelendirmenin görsel hâle gelmesini sağlar.

⁴⁾ Tadımcı yağı kokladığında aşırı derecede yoğun bir kusur tespit ederse tadıma devam etmeyebilir; ancak bunu profil kağıdına not etmelidir.

- a) Sızma zeytinyağı: Kusurların ortancası 0' dır ve meyvemzsiliğin ortancası 0'in üzerindedir.
 b) Naturel birinci zeytinyağı: Kusurların ortancası 0-3,5 arasındadır ve meyvemzsiliğin ortancası 0'in üzerindedir.

Çizelge B.1 - Naturel zeytinyağlarına ait lezzet özellikleri

	Kusurların ortancası / Medyani (Md)	Meyvemsi özellik ortancası / Medyani (Mf)
Naturel sızma zeytinyağı	Md= 0	Mf > 0
Naturel birinci zeytinyağı	0< Md ≤3,5	Mf > 0

B.5.4 Özel durum

Diğer pozitif özelliklerin ortancası meyvemzsiliğin ortancası olan 5'ten büyükse, Panel başkanı bu değeri analiz sertifikasında belirtmelidir.

KUSURLARIN ALGILANMA YOĞUNLUĞU:

Kızışma/çamurlu tortu -----
 Küflü-rutubetli -----
 Şarabımsı-sirkemsi/asidik-ekşimsi -----
 Metalik -----
 Ransid -----
 Diğerleri (belirtiniz) -----

POZİTİF ÖZELLİKLERİN ALGILANMA YOĞUNLUĞU:

Meyvemsi -----
 yeşil olgun
 Açılk -----
 Yakıcılık -----
Tadımcının adı: -----
Numune kodu: -----
Tarih: -----
Yorumlar: -----

Şekil B.1 - Profil kâğıdı

GÖRÜŞ FORMU

TİCARET BAKANLIĞI

Taslağın Geneli Üzerindeki Görüş ve Değerlendirme

Taslak Maddesi	Görüş ve Değerlendirme	Teklif