Tarım ve Orman Bakanlığından:

TÜRK GIDA KODEKSİ
ZEYTİNYAĞI VE PİRİNA YAĞI ANALİZ METOTLARI TEBLİĞİ
(TEBLİĞ NO: 2023/20)

Amaç

MADDE 1 – (1) Bu Tebliğin amacı, zeytinyağı ve pirina yağının resmi kontrolleri için analiz metotlarını belirlemektir.

Kapsam

MADDE 2 – (1) Bu Tebliğ, 17/9/2017 tarihli ve 30183 sayılı Resmî Gazete'de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği (Tebliğ No: 2017/26)'nde tanımlanan zeytinyağları ve pirina yağlarının analiz metotlarını kapsar.

Dayanak

MADDE 3 – (1) Bu Tebliğ, 29/12/2011 tarihli ve 28157 (3 üncü mükerrer) sayılı Resmî Gazete'de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliğine dayanılarak hazırlanmıştır.

Tanımlar

MADDE 4 – (1) Bu Tebliğde geçen;

a) Analiz karar ağacı: Bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerin özelliklerini tespit etmek için kullanılabilen sistematik işlemler dizinini,

b) Bakanlık: Tarım ve Orman Bakanlığını,

c) UZK: Uluslararası Zeytin Konseyi'ni (IOC),

ifade eder.

Analiz karar ağaçları

MADDE 5 – (1) Bu Tebliğ kapsamındaki ürünlerin değerlendirilmesinde Ek-2'de yer alan analiz karar ağaçları kullanılır.

(2) Analiz karar ağacının kullanılmadığı durumlarda analizler Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliğinde yer alan kriterler dikkate alınarak uygun bir sıralamada gerçekleştirilebilir.

Analiz metotları

MADDE 6 – (1) Bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerin resmi kontrolü için analiz metotları Ek-1'de yer almaktadır.

(2) Pirinada yağ miktarının belirlenmesi için Ek-3'te yer alan metot kullanılır.

Avrupa Birliği mevzuatına uyum

MADDE 7 – (1) Bu Tebliğin hazırlanmasında, Zeytinyağının ve Pirina Yağının Pazarlama Standartlarının Uygunluk Kontrolleri ve Analiz Metotlarına İlişkin 29/7/2022 tarihli ve (AB) 2022/2105 sayılı Komisyon Uygulama Tüzüğü dikkate alınmıştır.

Yürürlükten kaldırılan tebliğ

MADDE 8 – (1) 20/11/2014 tarihli ve 29181 sayılı Resmî Gazete'de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Analiz Metotları Tebliği (Tebliğ No:2014/53) yürürlükten kaldırılmıştır.

Uyum zorunluluğu

GEÇİCİ MADDE 1 – (1) Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında resmi kontroller için gıdalarda analiz yapan kurum ve kuruluşlar 01/06/2024 tarihine kadar bu Tebliğ hükümlerine uyum sağlamak zorundadır. Bu Tebliğ hükümlerine uyum sağlayıncaya kadar, yürürlükten kaldırılan Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Analiz Metotları Tebliği (Tebliğ No: 2014/53) hükümlerinin uygulanmasına devam olunur.

Yürürlük

MADDE 9 – (1) Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

MADDE 10 – (1) Bu Tebliğ hükümlerini Tarım ve Orman Bakanı yürütür.

Ek-1

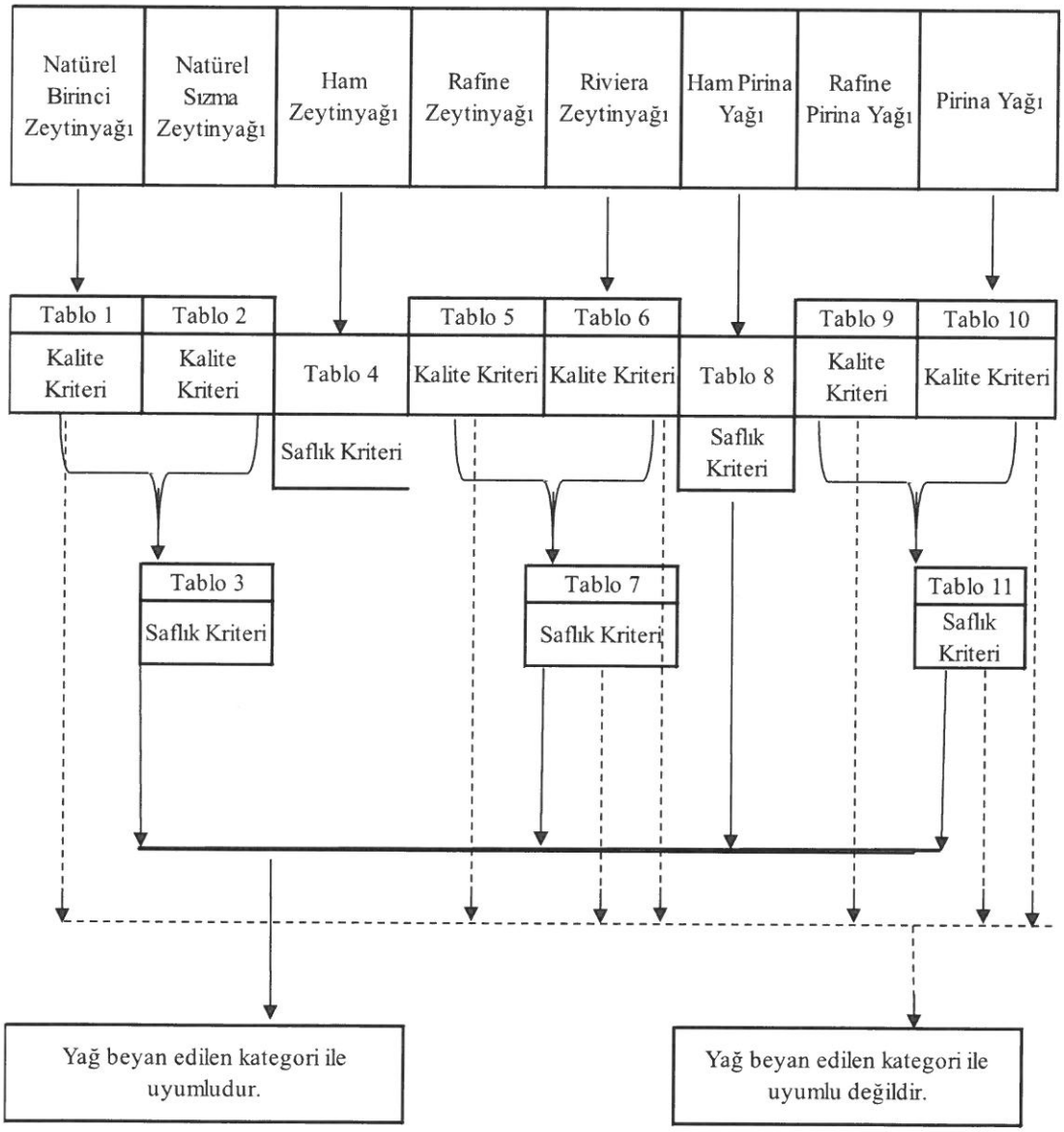
Zeytinyağı ve Pirina Yağının Özelliklerinin Belirlenmesi İçin Kullanılacak Analiz

	Özellikler	**Kullanılacak UZK Metodu**
1	Asitlik	Serbest Yağ Asitliği Tayini, Soğuk Metot (COI/T.20/Doc. No 34)
2	Peroksit Sayısı	Peroksit Değeri Tayini (COI/T.20/Doc. No 35)
3	2-Gliseril Monopalmitat	2-gliseril Monopalmitat Tayini (COI/T.20/Doc. No 23)
4	E232, E270, Delta E	Ultraviyole Işığında Spektrometrik Analizler (COI/T.20/Doc. No 19)
5	Duyusal Özellikler	Natürel Zeytinyağlarına Ait Duyusal Özelliklerin Tespiti (COI/T.20/Doc. No 15) (Sensory analysis of olive oil – Method for the organoleptic assessment of virgin olive oil – except for its points 4.4 and 10.4)
6	Yağ Asiti Kompozisyonu (Trans İzomerler Dahil)	Gaz Kromatografisi ile Yağ Asitleri Metil Esterlerinin Tayini (COI/T.20/Doc. No 33) (Determination of fatty acid methyl esters by gas chromatography)
7	Yağ Asiti Etil Esterleri / Mumsu Maddeler	Kapiler Kolonlu Gaz Kromatografisi ile Mumsu Maddelerin, Yağ Asitleri Metil Esterleri ve Yağ Asitleri Etil Esterlerinin Tayini (COI/T.20/Doc. No 28)
8	Toplam Steroller, Sterol Kompozisyonu, Eritrodiol, uvaol ve alifatik alkoller	Kapiler Kolonlu Gaz Kromatografisi ile Steroller, Triterpenik Dialkoller ve Alifatik Alkollerin Bileşiminin ve Miktarının Tayini (COI/T.20/Doc. No 26)
9	Stigmastadienler	Stigmastadienlerin Tayini (COI/T-20/Doc. No 11)
10	ECN42 farkı	Gerçek ve Teorik ECN 42 Trigliserid İçeriği Arasındaki Maksimum Farkın Tayini (COI/T.20/Doc. No 20)

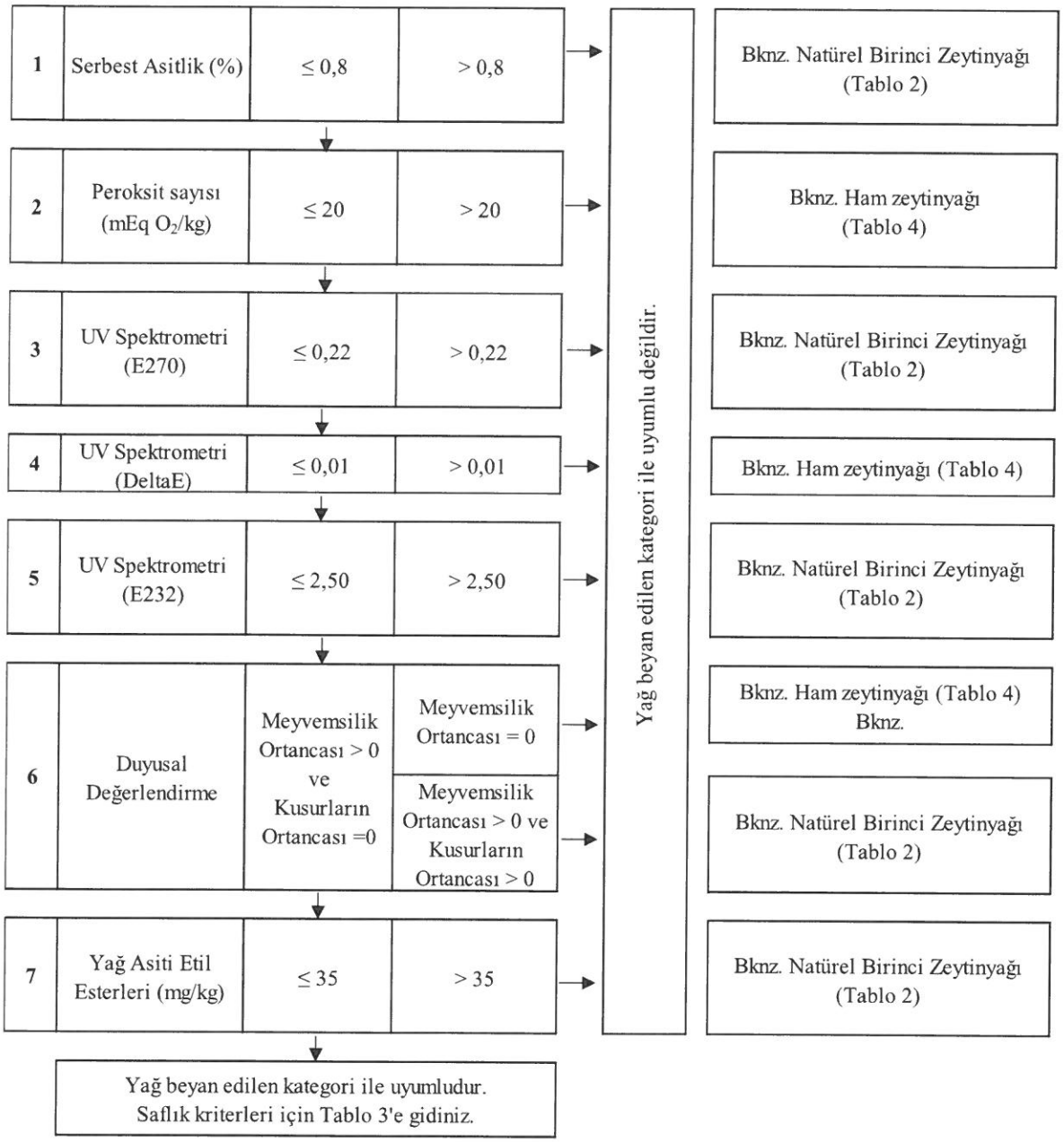
Metotları

Ek-2
Analiz Karar Ağaçları

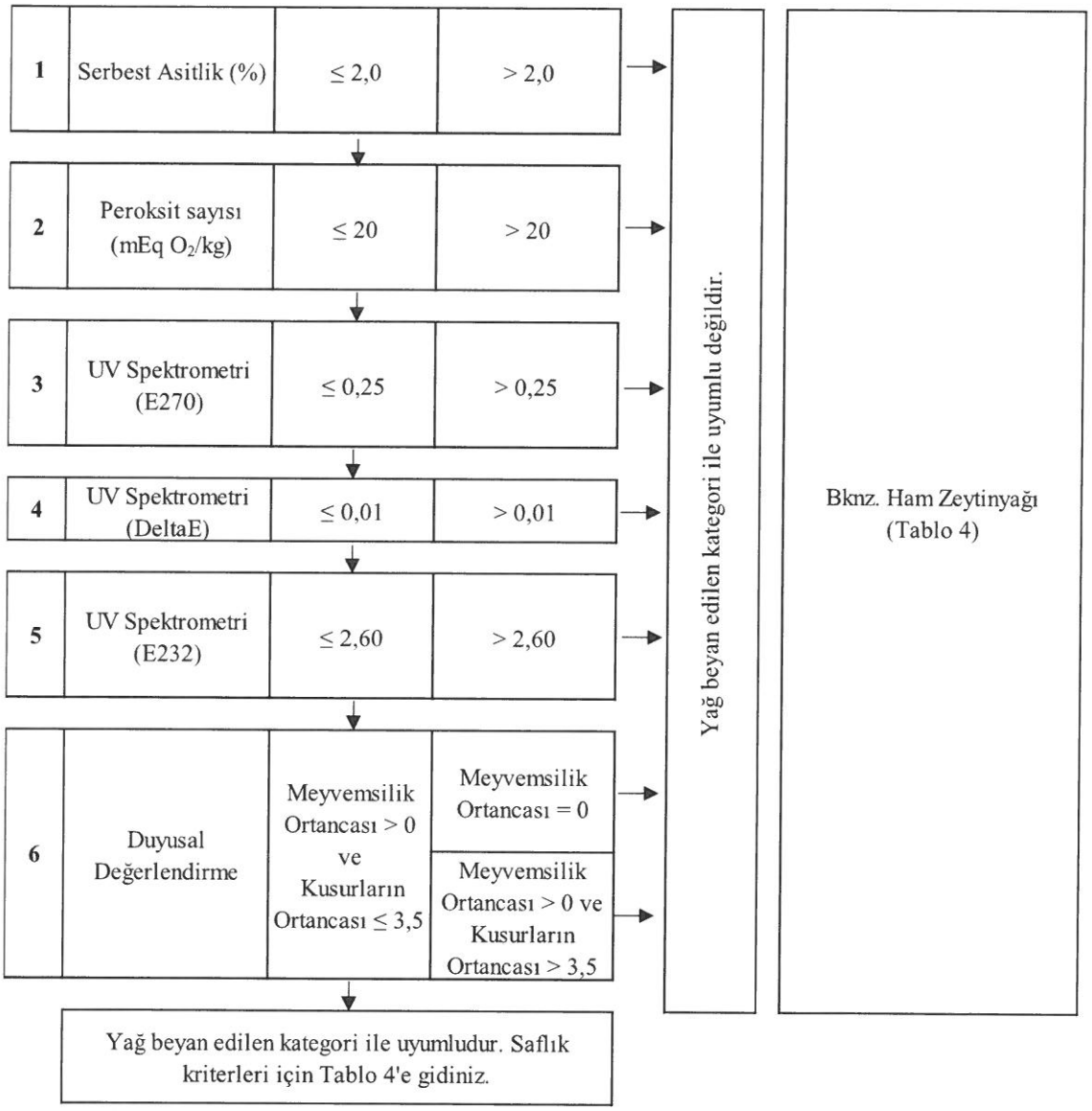
Genel Tablo



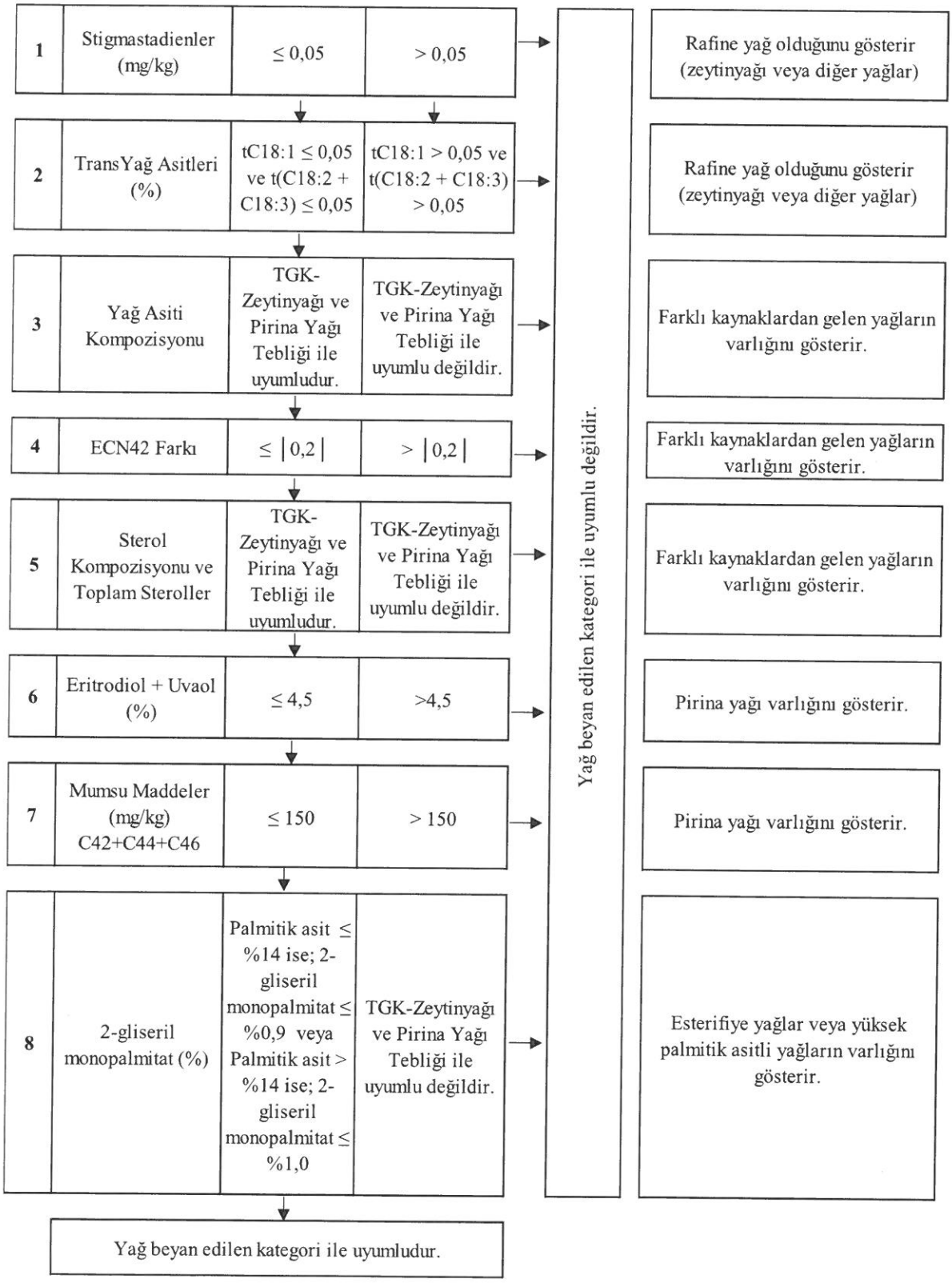
Tablo 1 - Natürel Sızma Zeytinyağı - Kalite Kriterleri



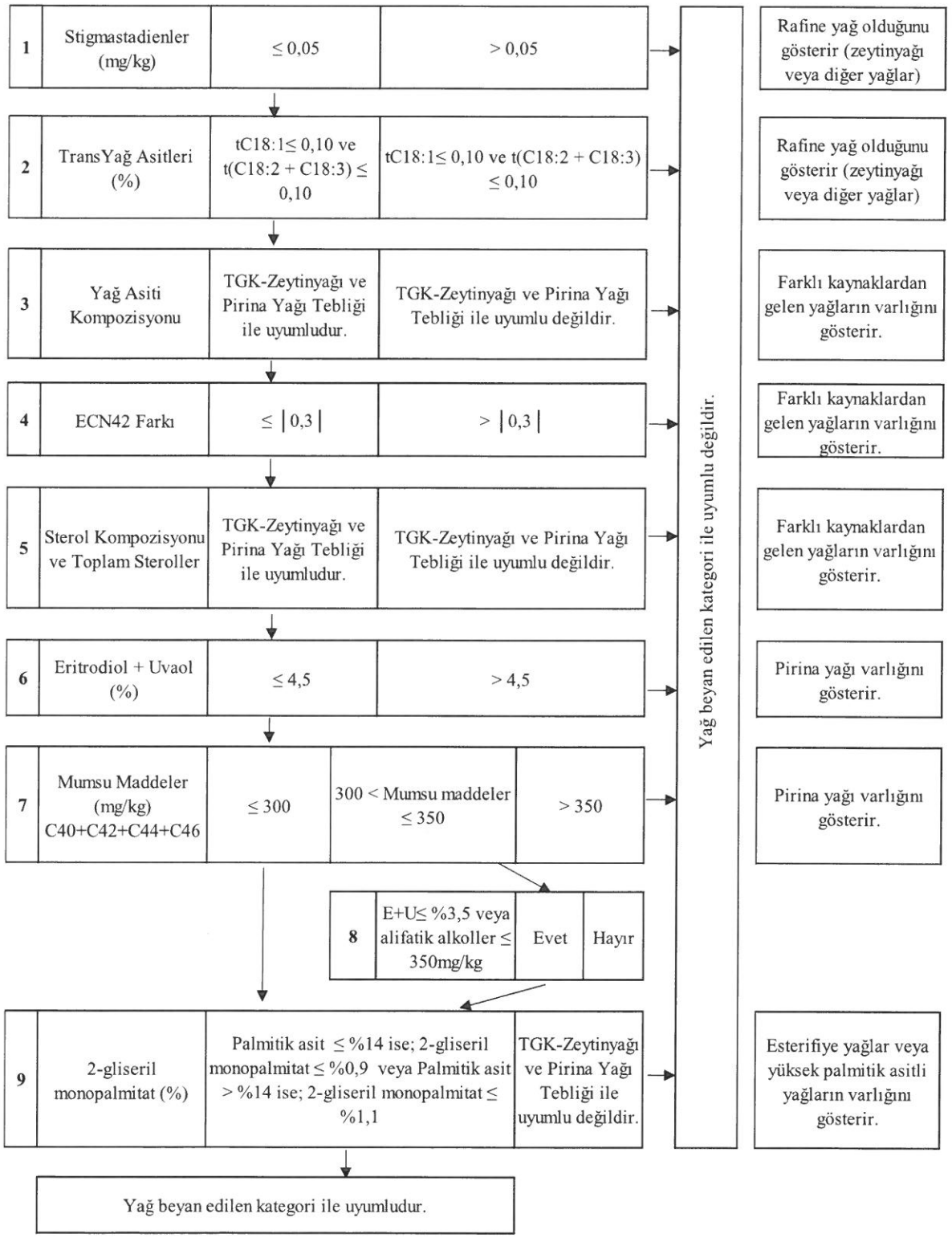
Tablo 2 - Natürel Birinci Zeytinyağı - Kalite Kriterleri



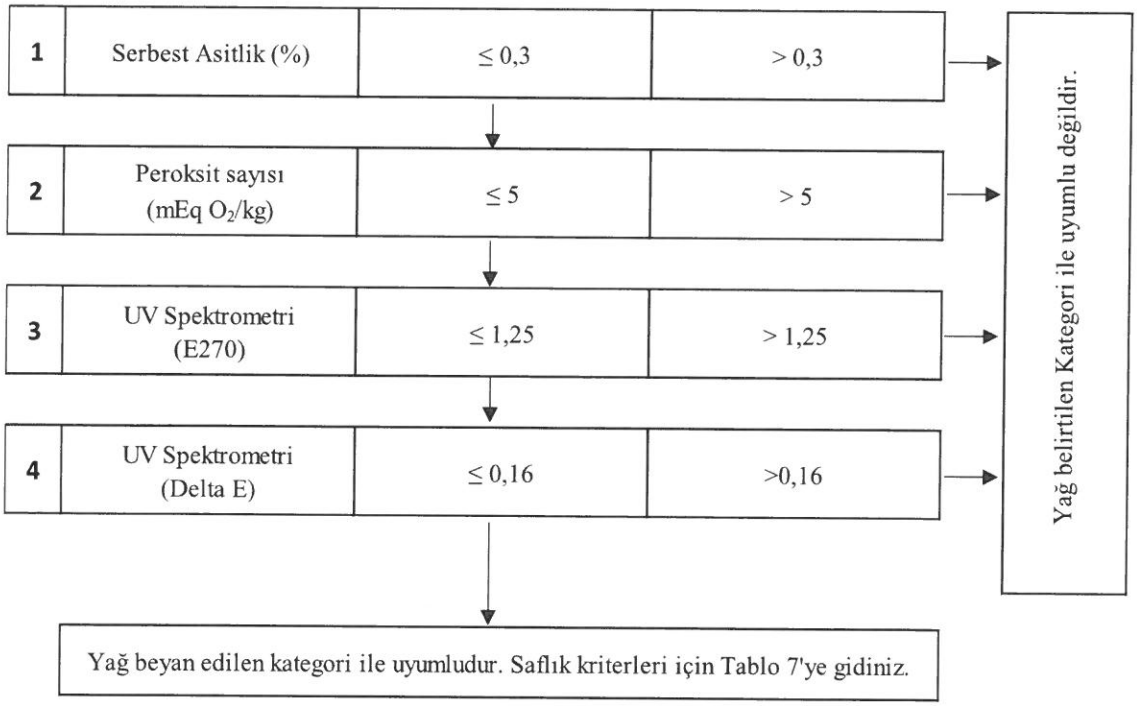
Tablo 3 - Natürel Sızma Zeytinyağı ve Natürel Birinci Zeytinyağı - Saflık Kriterleri



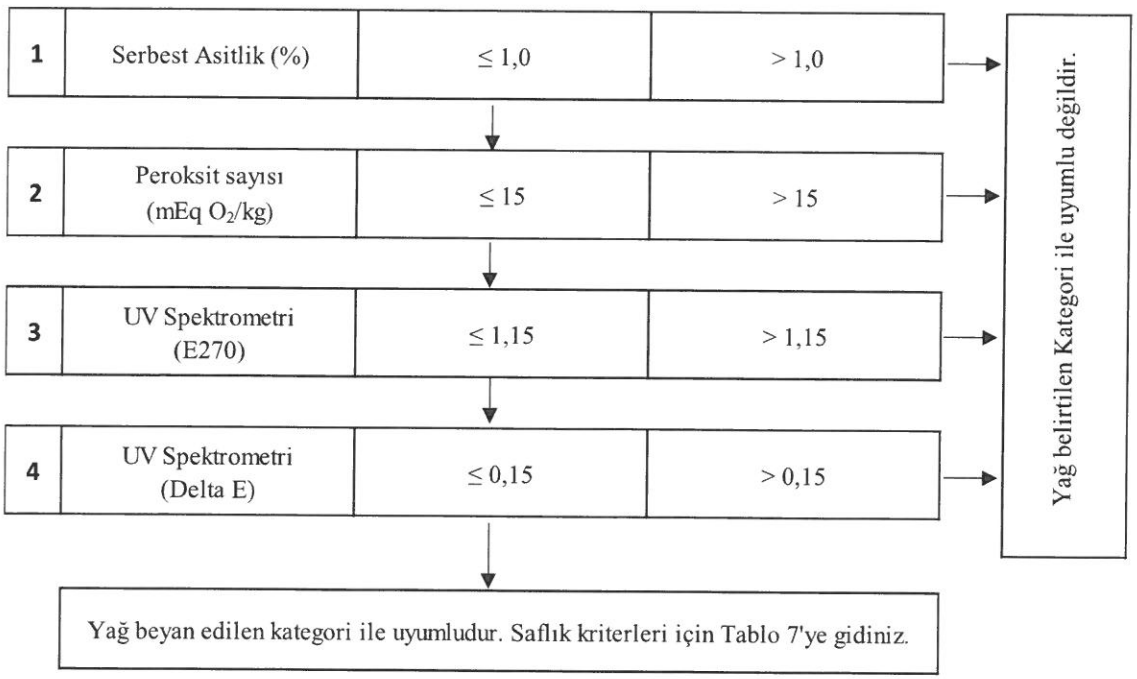
Tablo 4 - Ham Zeytinyağı - Saflık Kriterleri



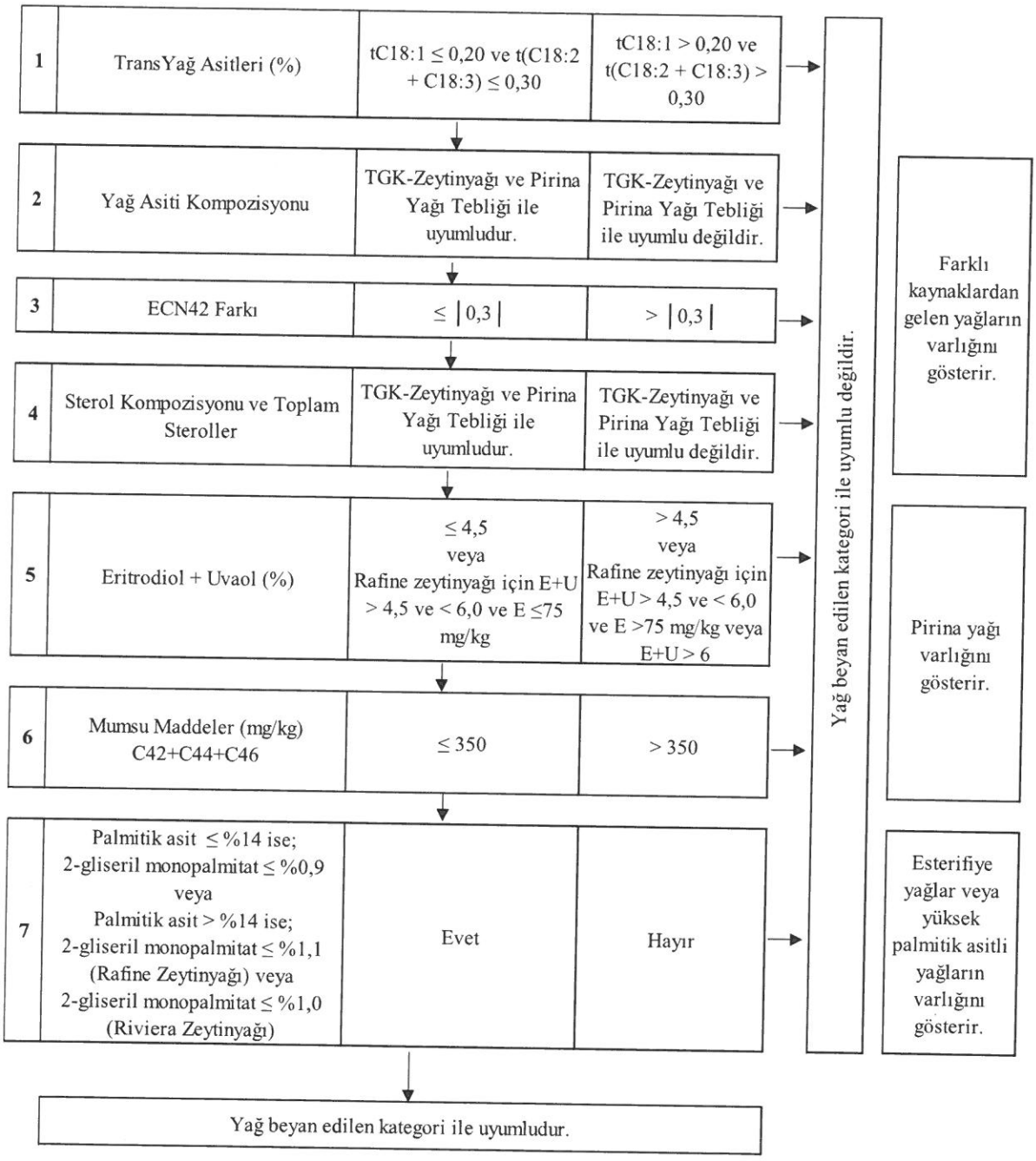
Tablo 5 - Rafine Zeytinyağı - Kalite Kriterleri



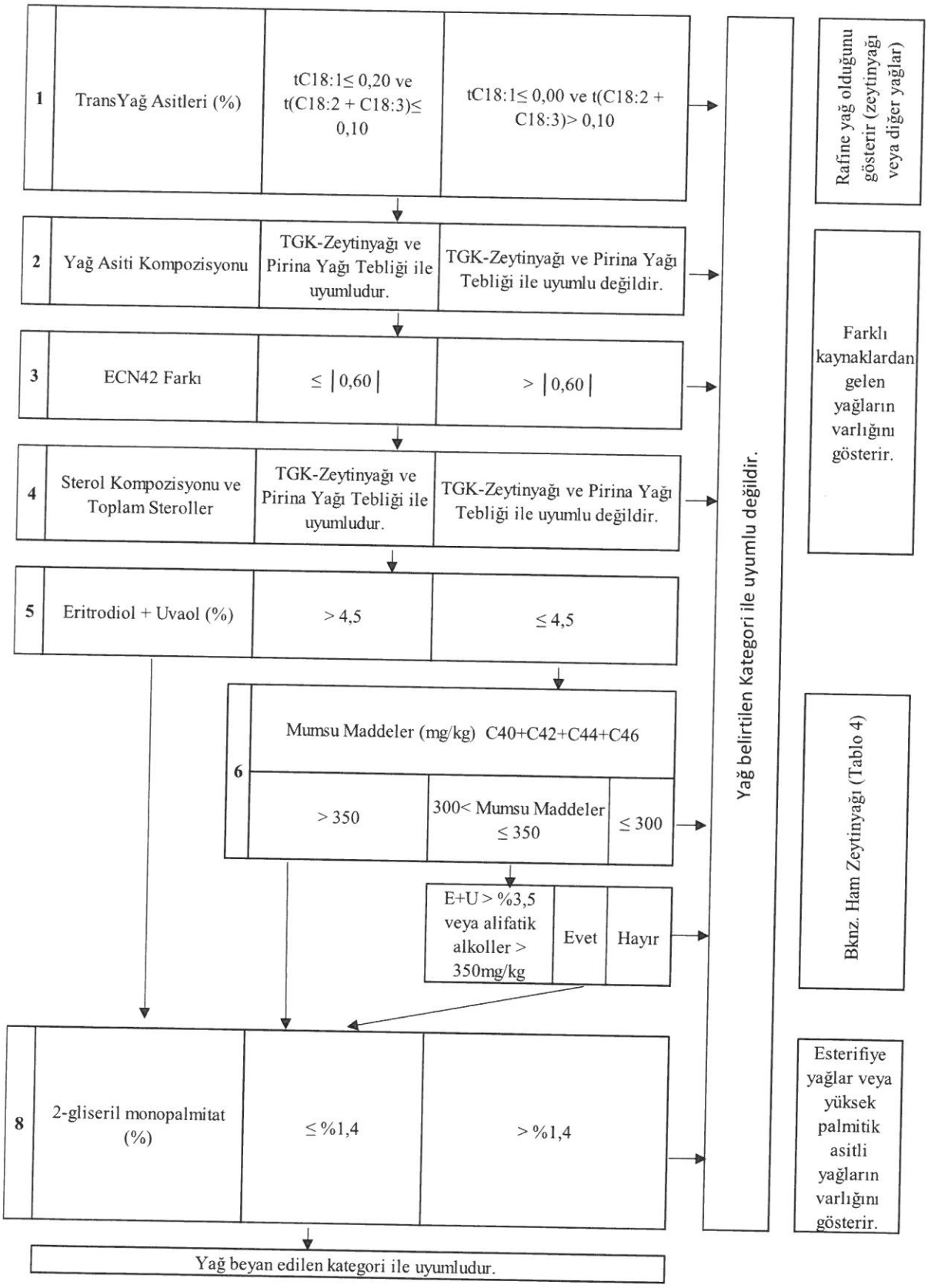
Tablo 6 - Riviera Zeytinyağı - Kalite Kriterleri



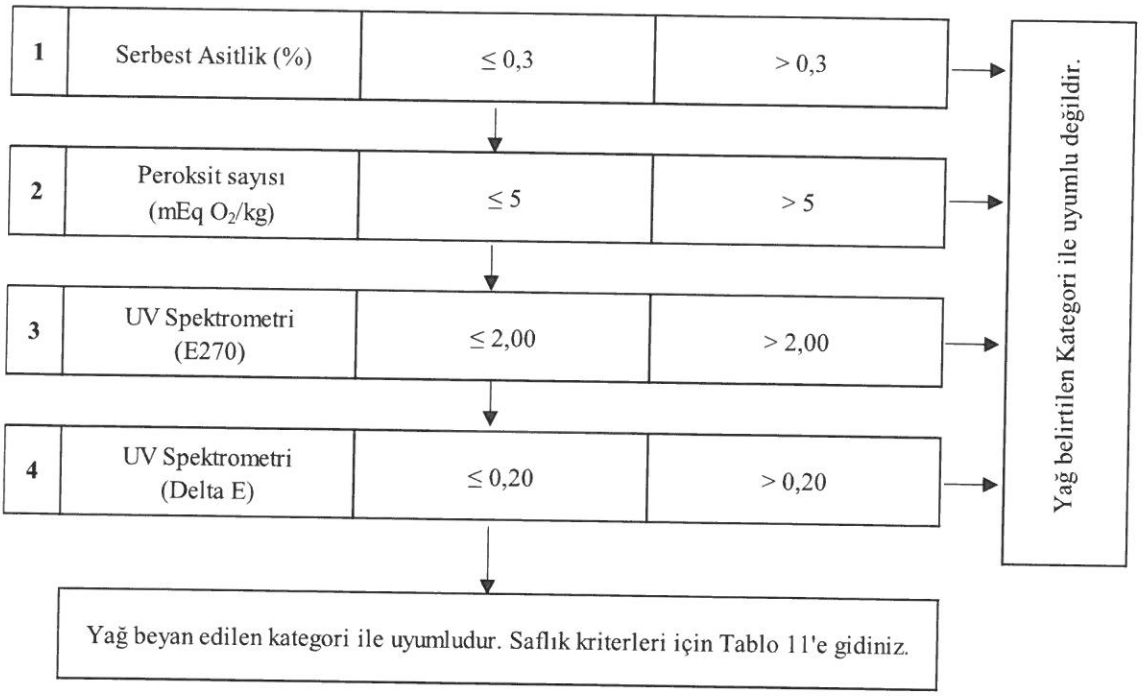
Tablo 7 - Rafine Zeytinyağı ve Riviera Zeytinyağı - Saflık Kriterleri



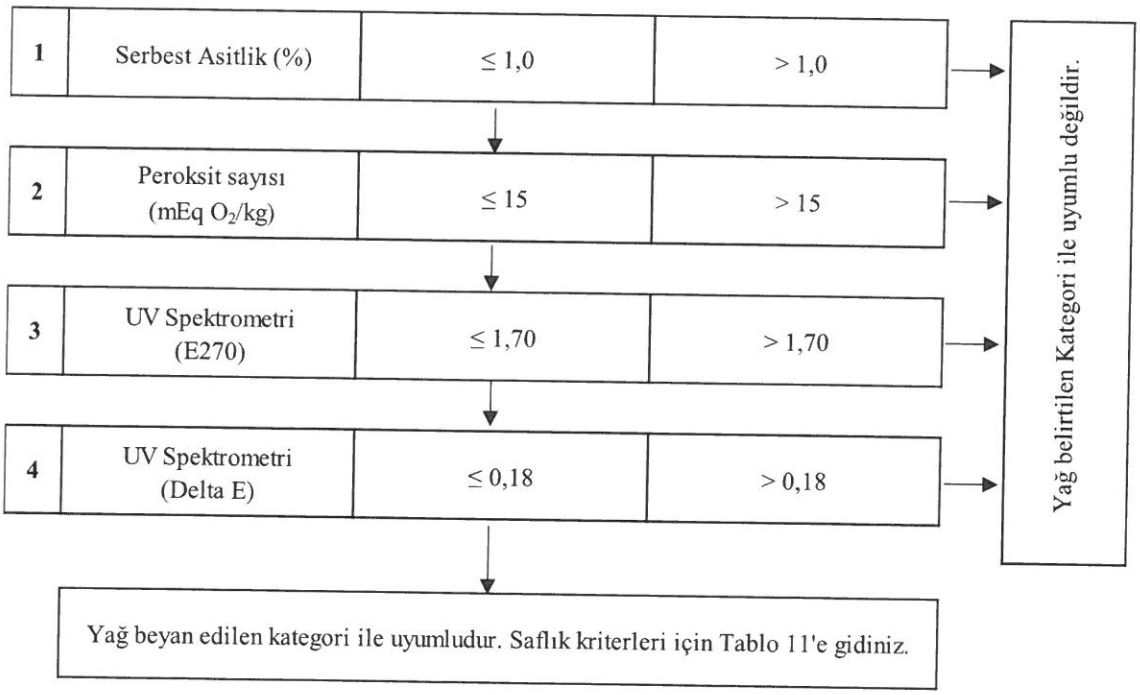
Tablo 8 - Ham Pirina Yağı - Saflık Kriterleri



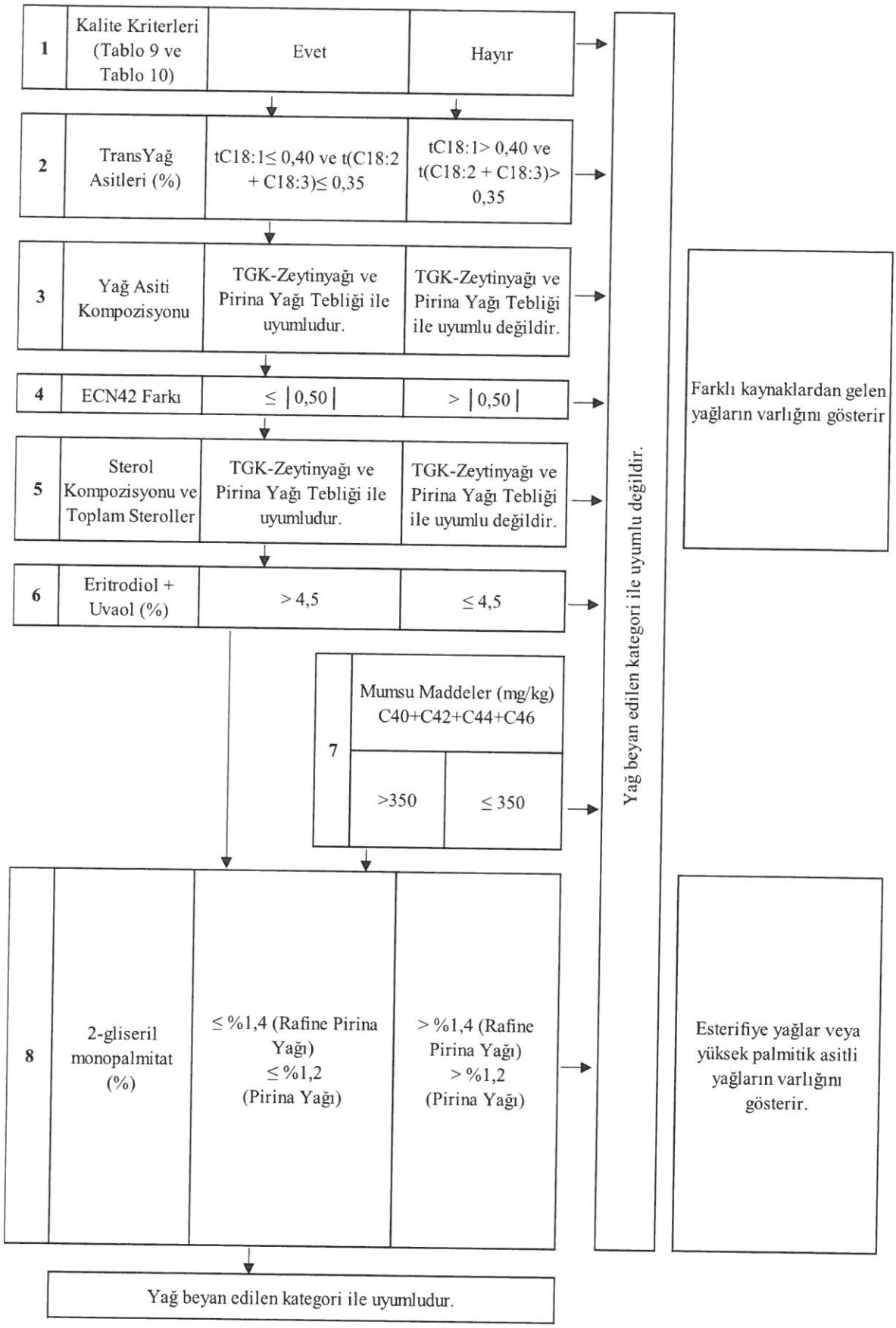
Tablo 9 - Rafine Pirina Yağı - Kalite Kriterleri



Tablo 10 - Pirina Yağı - Kalite Kriterleri



Tablo 11 - Rafine Pirina Yağı ve Pirina Yağı - Saflık Kriterleri



Ek-3
Pirinada Yağ Miktarı Tayini

1. Cihaz ve malzemeler

1.1. Ekstraksiyon ekipmanı: 200, 250 mL'lik yuvarlak dipli ağzı şilifli balona uygun

1.2. Elektrikli ısıtıcılı banyo (kum banyosu, su banyosu) veya ısıtıcı tabla,

1.3. Analitik terazi,

1.4. Etüv: Maksimum 80 °C'ye ayarlanabilen,

1.5. Etüv: 103±2 °C'ye ayarlanabilen sıcaklık kontrollü hava akımında veya düşük basınçta çalışabilen,

1.6. Mekanik öğütücü: Temizlenmesi kolay ve küspeyi, ısıtmadan ve içerisindeki su, uçucu madde ve yağ kaybına meydan vermeden, 1 mm çapındaki delik büyüklüğünde bir elekten tamamen geçecek şekilde öğütebilen

1.7. Ekstraksyon kartuşu ve süzgeç kâğıdı veya içerisinde hekzanda çözünen madde bulunmayan pamuk

1.8. Desikatör

1.9. Elek: 1 mm çapında gözenek büyüklüğüne sahip,

1.10. Sünger taşı: Küçük parçalar halinde önceden kurutulmuş

2. Kimyasallar

2.1. n-Hekzan: Tam buharlaşma sonrası kalıntı miktarı 0,002g/100mL olan teknik saflıkta

3. Prosedür

3.1. Numunenin hazırlanması

Numune gerekirse, önceden iyice temizlenmiş mekanik bir öğütücüde öğütülür. Öğütücü temizliğinin tamamlanması için numunenin yaklaşık olarak yirmide biri kullanılır ve bu kısım öğütüldükten sonra atılır. Bundan sonra numunenin diğer kısmı öğütülür, öğütülen kısım toplanır, dikkatlice karıştırılır ve zaman geçirmeden hemen analize başlanır.

3.2. Analiz numunesi

Öğütme işlemi biter bitmez, öğütülen kısımdan ekstrakte edilecek madde miktarına göre, 10 g kadar numune 0,01 g hassasiyetle tartılarak alınır.

3.3. Ekstraksiyon kartuşunun hazırlanması

Tartılan numune kartuşa konulur ve cam pamuğu ile kapatılır. Eğer filtre kâğıdı kullanılıyorsa analiz numunesi konulduktan sonra sarılarak iyice kapatılır. Nem ve uçucu madde miktarını azaltmak için kartuş içeriği ile birlikte 80 °C'yi geçmeyen bir etüvde uygun bir süre tutulur.

3.4. Yuvarlak dipli balonun hazırlanması

Balonun içerisine bir veya iki tane sünger taşı konulur ve 103±2 °C'ye ayarlanmış etüvde kurutulur. Desikatörde en az bir saat tutulduktan sonra 0,001 g hassasiyetle tartılır.

3.5. Birinci ekstraksiyon

İçerisinde analiz numunesi bulunan ekstraksiyon kartuşu veya süzgeç kâğıdı ektraksiyon cihazına konur. Balona yeteri miktarda (yaklaşık 1,5 sifon) hekzan ilave edilir. Balon ekstraksiyon cihazına takılır. Ekstraksiyon hızı saniyede en az 3 damla olacak şekilde ısıtma işlemi çok şiddetli olmayacak şekilde ayarlanır.

En az 4 saatlik bir ekstraksiyondan sonra ısıtıcı kapatılarak soğumaya bırakılır. Kartuş ekstraksiyon cihazından çıkarılır ve hava akımı altında kartuş tarafından emilmiş olan çözücünün büyük bir kısmı uzaklaştırılır.

3.6. İkinci ekstraksiyon

Kartuş içindeki numune bir havana boşaltılır, 10g kadar kum ilave edilerek mümkün olduğu kadar ince öğütülür (eğer mikro öğütücü varsa kum olmadan öğütülebilir.) Karışım tekrar kartuşa doldurularak yine cihaza konur. Aynı balon kullanılarak 2 saat daha ekstrakte edilir.

Ekstraksiyon balonundaki çözelti berrak olmalıdır. Eğer değilse, filtre kağıdı kullanılarak çözelti, tartımı alınmış başka bir ekstraksiyon balonuna süzülür ve filtre kağıdı hekzan ile çok iyi şekilde yıkanır.

3.7. Çözücünün uçurulması ve kalıntının tartımı

Çözücünün büyük bir kısmı elektrikli ısıtıcılı banyoda distilasyonla uzaklaştırılır. Kalan iz miktardaki çözücü 103 ±2 °C sıcaklığa ayarlanmış etüvde 20 dk süreyle ısıtılarak uzaklaştırılır. Bu işlemi kolaylaştırmak için hava akımı (tercihen inert gaz) veya düşük basınç kullanılabilir.

Balon bir desikatörde en az bir saat tutularak oda sıcaklığına tekrar getirilir ve 0,001 g duyarlıkla tartılır. Isıtma işlemi aynı şartlar altında 10 dk süre ile ikinci bir kez tekrarlanır, soğutulur ve tartılır.

Bu iki tartım arasındaki fark 0,01 g'ı geçmemelidir. Aksi halde aradaki fark 0,01 g'ı geçmeyinceye kadar 10'ar dakikalık sürelerle ısıtma işlemi tekrarlanmalıdır. Balonun son tartısı kaydedilir.

Analiz iki paralel olarak yapılır.

4. Sonuçların ifade edilmesi ve hesaplama

4.1. Hesaplama metodu ve formüller;

a) Hekzan ekstraktı, alınan ürünün ağırlıkça yüzdesi olarak aşağıdaki formülden hesaplanır:

$$S = m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

Burada ;

S : Alınan ürün ekstraktının ağırlıkça yüzdesi

m_0 : Analiz numunesinin ağırlığı, g

m_1 : Ekstraksiyon balonunun en son tartımındaki ekstraktın miktarı, g

Sonuçların tekrar edilebilirliği yeterli görülürse iki paralelde elde edilen değerlerin aritmetik ortalaması sonuç olarak alınır. Aksi halde analiz tekrarlanır.

Sonuçlar bir ondalık olarak verilir.

a) Ekstrakttaki yağ yüzdesi kuru madde bazında aşağıdaki formülle hesaplanır;

$$\text{Ekstrakttaki yağ (\%)} = S \times \frac{100}{100 - U}$$

S: Yukarıdaki formülden bulunan ekstrakt miktarı

U: Nem ve uçucu madde miktarı

4.2. Tekrar edilebilirlik

Aynı analizci tarafından peş peşe veya iki analizci tarafından eş zamanlı olarak yapılan paralel analizler arasındaki fark 100 g numune başına 0,2 g hekzan ekstraktını geçmemelidir.

Eğer tatmin edici bir sonuç elde edilmediyse, iki farklı örnekte analiz tekrarlanır. Eğer iki sonuç arasındaki fark 0,2'den farklı olursa dört çalışmanın aritmetik ortalaması alınır.