

**T.C.
NEVŞEHİR HACI BEKTAŞ VELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAZI GIDA ÖRNEKLERİNDEKİ TARTRAZİN
BOYASININ ZENGİNLEŞTİRİLMESİ VE
SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ**

**Tezi Hazırlayan
Nazan DURU**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Ashhan KARATEPE**

**Kimya Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**Haziran 2019
NEVŞEHİR**

Prof. Dr. Aslıhan KARATEPE danışmanlığında Nazan DURU tarafından hazırlanan “**Bazı Gıda Örneklerindeki Tartrazin Boyasının Zenginleştirilmesi ve Spektrofotometrik Tayini**” başlıklı bu çalışma, jürimiz tarafından Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Kimya** Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

17/06/2019

JÜRİ

Başkan : Prof. Dr. Fatma KARİPCİN
Üye : Prof. Dr. Aslıhan KARATEPE
Üye : Doç. Dr. Nalan ÖZDEMİR



ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun **3.7.2019** tarih ve **40-386** sayılı kararı ile onaylanmıştır.

3.7.2019
Prof. Dr. Sahlan ÖZTÜRK
Enstitü Müdürü



TEZ BİLDİRİM SAYFASI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada yer alan bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu ve bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.


(İmza)

Nazan DURU

TEŐEKKÜR

Tez danıřmanlıđımı üstlenen ve alıřmalarım süresince her zaman yanımda olan, destek ve emeđini esirgemeyen, umutsuz olduđum anlarda bana olan güvenini dile getirip beni hırslandıran, güzel sohbetleriyle hayat tecrübelerinden ders almamı sađlayan, her konuda üstün bilgi ve deneyimleriyle beni yönlendiren ve güler yüzüyle içimi ısıtan, çok deđerli hocam sayın Prof. Dr. Aslıhan KARATEPE' ye, ders dönemim ve sonrasında benimle eşsiz bilgilerini paylaşan kendisinden çok şey öğrendiđim, azmini ve başarılarını örnek aldıđım çok kıymetli sayın Prof. Dr. Fatma KARİPCİN hocama sonsuz saygı ve içten teşekkürlerimi sunarım.

Tezimin deney aşamasında, laboratuvar alıřmalarımda bana eşlik eden fedakâr annem Zeliha SAYAR' a, bu süreçte maddi ve manevi olarak daima arkamda duran canım babam Süleyman SAYAR' a, tez yazma sürecimde desteđini esirgemeyen dostlarım Elçin KEŐİR, Esra AYATA ve eşim Göksel DURU' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

BAZI GIDA ÖRNEKLERİNDEKİ TARTRAZİN BOYASININ ZENGİNLEŞTİRİLMESİ VE SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Nazan DURU

NEVŞEHİR HACI BEKTAŞ VELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Haziran 2019

ÖZET

Bu çalışmada, tartrazin boyar maddesinin katı faz ekstraksiyonu yöntemiyle zenginleştirilmesi ve UV-VİS spektrofotometresi ile tayini gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla SP-207 reçinesi dolgu maddesi olarak kullanılmıştır. SP-207 reçinesinde adsorbe olan tartrazin boyar maddesi asetonda 0,01 M HCl ile elüe edildikten sonra spektrofotometrik olarak tayin edilmiştir. Yöntemin optimizasyonu için pH, örnek ve elüent akış hızları, örnek hacmi, reçine miktarı, HCl derişimi, diğer boyaların etkisi ve matriks etkileri gibi değişik analitik parametrelerin etkisi incelenmiştir. Tartrazin boyar maddesinin geri kazanım değerleri %95' ten yüksektir. Gözlenebilme sınırı 3,52 µg/L olduğunu saptanmıştır. Yöntemin doğruluğunu test etmek için tartrazin boyası içeren örneklerle analit ekleme çalışmaları yapılmış ve geliştirilen yöntem çeşitli içecek tozu, toz puding, kuş-lokumu ve bazı ilaç örnekleri örneklerinde bulunan tartrazinin tayini için uygulanmıştır.

Anahtar Kelimeler : SP-207, Katı faz ekstraksiyonu, tartrazin ve UV-VİS spektrofotometresi

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Aslıhan KARATEPE

Sayfa Adeti :48

PRECONCENTRATION AND SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF TARTRAZINE DYE IN SOME FOOD SAMPLES

(M.Sc. Thesis)

Nazan DURU

NEVSEHİR HACI BEKTAŞ VELİ UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

June 2019

ABSTRACT

In this study, enrichment of tartrazine dye by solid phase extraction method and determination by UV-VIS spectrometry were performed. For this purpose, SP-207 resin was used as a solid phase. The tartrazine dye adsorbed on SP-207 resin was eluted with 0,01 M HCl in acetone and then spectrophotometrically determined. The effects of various analytical parameters such as pH, sample and eluent flow rates, sample volume, resin amount, HCl concentration, effect of other dyes and matrix effects were investigated for the optimization of the method. Recovery values of tartrazine dye were higher than 95%. In order to test the accuracy of the method, addition-recovery studies were made and the presented method was finally applied to the samples such as beverage powder, powdered pudding, Turkish delight and some drug samples containing tartrazine dye.

Key Words : *SP-207, Solid phase extraction, tartrazine and UV-VIS spectrometry*

Thesis Supervisor : Prof. Dr. Ashhan KARATEPE

Page Number :48

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY SAYFASI	i
TEZ BİLDİRİM SAYFASI	ii
TEŞEKKÜR.....	ii
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
İÇİNDEKİLER	vi
TABLolar LİSTESİ.....	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ	x
SİMGE ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	xi
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
1.1.Amaç ve Kapsam.....	1
BÖLÜM 2	3
KURAMSAL BİLGİLER ve LİTERATÜR TARAMASI.....	3
2.1. Ayırma ve Zenginleştirme Yöntemleri	3
2.1.1. İyon deęiştirme yöntemi.....	3
2.1.2. Kromotografi.....	3
2.1.3. Elektroforez.....	4
2.1.4. Ekstraksiyon.....	4
2.1.4.1. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu.....	7
2.1.4.2. Bulutlanma noktası ekstraksiyonu	7
2.1.4.3. Katı faz ekstraksiyonu.....	7
2.2. Katı Faz Ekstraksiyon Yönteminde Kullanılan Adsorbanlar.....	9
2.2.1. SP-207 adsorbanı.....	10
2.3. Gıda Katkı Maddeleri.....	11

2.4.	Gıda Boyaları	14
2.5.	Gıda Boyalarının Sınıflandırılması	15
2.5.1.	Doğal gıda boyaları	15
2.5.2.	Yarı sentetik gıda boyaları	16
2.5.3.	Sentetik gıda boyaları.....	16
2.6.	Tartrazin	17
2.7.	Yapılan Çalışmalar	20
BÖLÜM 3.....		24
3.GEREÇ VE YÖNTEM		24
3.1.	Gereçler	24
3.1.1.	Kullanılan alet ve cihazlar.....	24
3.1.2.	Çalışmada kullanılan kimyasalların hazırlanışı.....	25
3.1.3.	Geliştirilen zenginleştirme yöntemi	27
BÖLÜM 4		29
4.BULGULAR		29
4.1.	Yöntemin Optimizasyonu	29
4.1.1.	pH'ın geri kazanıma etkisi	30
4.1.2.	Geri kazanıma HCl derişiminin etkisi.....	31
4.1.3.	Elüent türünün ve hacminin geri kazanıma etkisi	31
4.1.4.	Örnek akış hızının geri kazanıma etkisi	32
4.1.5.	Elüent akış hızının geri kazanıma etkisi.....	33
4.1.6.	Örnek hacminin geri kazanıma etkisi.....	33
4.1.7.	Reçine miktarının (SP-207) geri kazanıma etkisi	34
4.1.8.	Matriks etkileri	35
4.1.9.	Yöntemin analitik performansı.....	36
4.1.10	Gerçek örneklerin analizi	37

4.1.10.1. Gerçek örneklerin analize hazırlanması	37
BÖLÜM 5	40
5.TARTIŞMA VE SONUÇ	40
6.KAYNAKLAR	43
ÖZGEÇMİŞ	48



TABLULAR LİSTESİ

Tablo 2.1 Gelişmiş ekstraksiyon tekniklerinin karşılaştırılması.....	6
Tablo 2.2. SPE Adsorbanları.....	10
Tablo 2.3. Gıda katkı maddelerinin fonksiyonel sınıfları	12
Tablo 2.4. Tartrazinin kullanıldığı gıda maddeleri ve içerdikleri tartrazin miktarı.....	19
Tablo 4.1. Elüent türünün tartrazinin geri kazanılmasına etkisi (N=3).....	32
Tablo 4.2. Tartrazinin geri kazanılmasına matris etkisi (N=3).....	35
Tablo 4.3. Tartrazinin geri kazanılmasına diğer bazı boyaların etkisi (N=3).....	35
Tablo 4.4. Tartrazin içeren ilaç örneğine analit ilavesi uygulaması (N=3).....	36
Tablo 4.5. Analizi Yapılan Örneklerin Tartrazin İçerikleri (N=4).....	39

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Katı faz ekstraksiyon yöntemi uygulama basamakları ...	8
Şekil 2.2. Sepabeads SP-207 kimyasal yapısı.....	11
Şekil 2.3. Tartrazin yapısal formülü.....	17
Şekil 3.1. Geliştirilen zenginleştirme yönteminin uygulama basamakları.....	28
Şekil 4.1. Farklı derişimlerdeki tartrazin çözeltilerine ait dalgaboyu taraması.....	29
Şekil 4.2. Asetonda 0,01 M HCl ile hazırlanan standart çözeltilerin kalibrasyon eğrisi.	30
Şekil 4.3. Geri kazanıma pH'ın etkisi	30
Şekil 4.4. Geri kazanıma HCl derişiminin etkisi.....	31
Şekil 4.5. Örnek akış hızının geri kazanıma etkisi (N=3).....	32
Şekil 4.6. Elüent akış hızının geri kazanıma etkisi	33
Şekil 4.7. Tartrazin geri kazanımına örnek hacminin etkisi (N=3).....	34
Şekil 4.8. Reçine miktarının (SP-207) geri kazanıma etkisi	34

SİMGE ve KISALTMALAR DİZİNİ

UV- VIS	: Ultraviyole Görünür Bölge Spektrofotometresi
LOD	: Gözlenebilme Sınırı
LOQ	: Tayin Sınırı
DMS	: Dimetilsülfoksit
DMF	: Dimetilformamit
HCl	: Hidroklorik asit
Å	: Ångström
L	: Litre
mL	: Mililitre
g	: Gram
SP	: Sepabeads
Mg	: Mikrogram
Mg	: Miligram
Nm	: Nanometre
HPLC	: Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi

BÖLÜM 1

GİRİŞ

1.1. Amaç ve Kapsam

Günümüzde yüzlerce madde gıdalara renk, koku ve aroma verme, gıdayı uzun süre muhafaza edebilme veya başka nedenlerle katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Kullanılan katkı maddeleri için birçok tanım yapılabilir. Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Kuruluşları (FAG) tarafından, "gıdalara bilinçli olarak, küçük miktarlarda ilave edilen, gıdaların görünüş ve depolanma özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılan besleyici değeri bulunmayan maddeler" olarak tanımlanmaktadır [1]. Tüketici tercihlerini etkileyen en temel faktör gıdaların görüntüsüdür. Bunun bir sonucu olarak gıda boyaları diğer katkı maddelerinden daha büyük önem taşır.

Gıda boyaları, doğal ve sentetik olmak üzere iki kısımda incelenir. Cochinell carmin, indigotin, riboflavin gibi boyar maddeler doğal, sunset yellow, ponceau 4R ve tartrazin gibi boyar maddeler ise sentetik boya sınıfındadır [2].

Tez çalışmasında kullandığımız tartrazin yapısı 3-karboksi-5-hidroksi-1 (p-sülfenil) - 4- (sülfenilazo) pirazolun tri sodyum tuzu olan bir azo benzen grubundan yapay sarı boyadır [3]. Tartrazin en çok bilinen ve kullanılan gıda katkı maddelerindendir. Alkolsüz içecek, puding, cips, reçel, marmelat, hardal, yoğurt, çorba, şekerleme, dondurma, badem ezmesi gibi gıda maddelerinin yanı sıra sabun, şampuan, nemlendirici gibi kozmetik ürünlerde kullanılır. Bunun yanında tıbbi kapsüllerin kabuklarında ve vitaminlerde de bulunabilir [4].

İnsan vücudunun tolere edebileceği günlük tartrazin sınırı 7,5 mg/kg olarak belirlenmiştir. Bu doz aşıldığında bulanık görme, kaşıntı, migren, rinit, egzema ve deri lekelenmeleri gibi beklenmedik reaksiyonlara neden olabildiği, çocuklarda ise hiperaktiviteye yol açtığı gözlenmiştir. Sebep olduğu olumsuz durumlar nedeni ile Norveç ve Avusturya'da tamamen yasaklanmasına rağmen İngiltere'de kullanılmaya devam edilmektedir. Tartrazinin insan sağlığına toksik etkileri kanıtlanmış bir gerçek olduğu için üretim esnasında ve ürün seçerken mutlaka içeriğine dikkat edilmelidir [5].

Topsoy tarafından çeşitli şekerleme ve benzeri gıda örneklerinde katı faz ekstraksiyon

yöntemi ile yapılan çalışmada bu gıdaların normalin çok üzerinde tartrazin ve sunset yellow içerdiği saptanmıştır [6].

Katı faz ekstraksiyon metodunda örneğin kolondan geçişi sırasında örnek molekülleri ile adsorban madde arasında kimyasal veya fiziksel bir etkileşim gerçekleşir. Öncelikle, analit adsorbana bağlanarak kolon içinde tutulurken, çözelti ve analit dışındaki bileşenler bu adsorban tarafından tutunmadan kolonu terk eder. Daha sonra analiz edilecek bileşenler adsorban üzerinden uygun bir çözelti yardımıyla alınır [7].

Katı faz ekstraksiyon tekniği uzun ve yavaş olmasına rağmen; basit, doğru ve kesinliği yüksek sonuçlar elde edilmesi gibi avantajları vardır. Özellikle renk verici maddelerin saflaştırılması ve ayrılması için yaygın olarak kullanılır. Çevre kirliliği açısından daha az riskli olması da katı faz ekstraksiyon yönteminin üstünlüklerinden biridir [8].

Bu tez çalışmasında adsorban olarak SP-207 reçinesi kullanarak katı faz ekstraksiyon yöntemi ile çeşitli ortamlardaki tartrazin boyar maddesinin geri kazanılması ve tayini amaçlanmıştır. Geliştirilen yöntem; pH, elüent türü ve hacmi, örnek hacmi, örnek ve elüent akış hızları ve matriks bileşenlerinin geri kazanmaya etkisi açısından incelenmiştir. Gözlenebilme sınırı tayin edilerek geliştirilen yöntem; meyve suları, kuş- lokumu, puding ve ilaçlara uygulanmış olup yöntemin doğruluğu analit ilavesi ile kontrol edilmiştir. Tez çalışmasında UV/VIS spektrofotometre cihazı kullanılmıştır.

BÖLÜM 2

KURAMSAL BİLGİLER VE LİTERATÜR TARAMASI

2.1. Ayırma ve Zenginleştirme Yöntemleri

Zenginleştirme yöntemleri ile birlikte karmaşık matrisler içinde düşük miktarlarda bulunan analitler, içinde buldukları fazdan ayrılarak hacimce daha küçük ve analiz için daha elverişli olan yeni bir faza alınır. Böylece hem maddenin bozucu ortam bileşenlerinden ayrılması sağlanmış olur hem de daha küçük hacme alındığı için deriştirilmiş olur.

Üzerinde çalışılmak istenen maddenin çözelti veya katı halde bulunan örneklerden seçimli olarak ayrılması ve numunelerdeki istenmeyen bileşenleri uzaklaştırmak amacıyla bir takım ayırma ve saflaştırma metotları kullanılmaktadır [9].

Ayırma ve zenginleştirme yöntemlerinden yaygın olarak kullanılan yöntemlere dair bilgiler aşağıda anlatılmıştır.

2.1.1. İyon deęiştirme yöntemi

İyon deęiştirme; su arıtımı, gıda sanayi, ilaç sanayisi, kimyasalların saflaştırılması ve hidrometalurji gibi birçok endüstriyel alanda kullanılan bir ayırma yöntemidir. İyon içeren bir çözelti, iyon deęiştirme reçinesiyle etkileştiğinde, belirli bir yüke sahip iyonlar reçineye tutunurken, aynı yükteki iyonların eşdeğer miktarı reçineden çözeltiye salınır. Çözeltideki tüm iyonları uzaklaştırarak çözücüü arıtmak, iyonların bir kısmını yakalamak ve geri kazanmak ya da spesifik iyonları çıkararak sonunda çözeltiye istenen bileşimi vermek üzere dięer iyonlarla yer deęiştirmek amacıyla reçinelerden yararlanılır [10].

2.1.2. Kromatografi

Bu yöntem, molekül yapısı birbirinden farklı bileşenler içeren ve bu bileşenlerin birbiri ile etkileşmediği kimyasal bir karışımın hareketli faz (gaz, sıvı) ve sabit faz (katı, sıvı) olmak üzere iki ayrı faz arasındaki partision dengesi sağlanarak bileşenlerine ayrılması işlemidir. Bu yöntem birbirinden ayrılan maddelerin nitel ve nicel olarak ölçümlerinin yapılmasına da olanak sağladığı için geniş kullanım alanına sahiptir [11].

Kromatografi maddelerin farklı fazlara göç etmesi (migrasyon) esasına dayanan bir ayırma metodudur [12]. Karışımdan ayrılmak istenen kimyasal maddeler çoğunlukla sabit fazda daha fazla tutunurlar. Numunede bulunan bileşenlerin, denge halinde bulunan hareketli ve sabit faza olan ilgileri arasında ki fark arttıkça ayırma işleminden elde edilen verim daha çok artar. Numunedeki bileşenlerin göç yönü hareketli fazdan sabit faza doğrudur ve bu göçün hızı denge dağılımını etki eder. Hareketli faza göç eden bileşenlerin hızı sabit faza göç eden bileşenlerden daha fazladır. Göç etme hızlarındaki bu farklılık numunede ki bileşenlerin ayrılmasını sağlar [13].

2.1.3. Elektroforez

Elektroforez, çözeltilerde asılı kalan yüklü taneciklerin, elektrik alandan yararlanılarak ayrılması işlemidir. Bu yöntemde çözeltide asılı kalan taneciklerin hareketliliğinden yararlanır. Taneciklerin hareketine etki eden faktörler çözeltilerin elektroosmotik akışı ve Joule ısınmasıdır. Bu faktörlerden yararlanılarak analit bileşenleri birbirinden ayrılır.

Kılcal bir boru içerisinde uygulanan elektroforez yöntemine “kapiler elektroforez” denir. Kapiler elektroforez büyük ve küçük ayırt etmeksizin tüm moleküllerin ayrımını yapabildiğinden elektroforez yöntemleri içerisinde en verimli olanıdır. Ayrıca kapiler elektroforez yönteminde küçük miktarda reaktiflerin kullanılması, ekonomik açıdan ve zamandan tasarruf sağlamaktadır. Yöntemin seçiciliğinin ve veriminin yüksek olması gıda, ilaç, adli tıp ve biyoloji gibi alanlarda sıklıkla kullanılmasına sebep olmuştur. Kapiler elektroforezden özellikle genetik araştırmalarda yararlanılmaktadır. Yöntem son yirmi yıldır çeşitli uyarlamalarla geliştirilerek kimyacılar tarafından da kullanılmaktadır [14].

2.1.4. Ekstraksiyon

Kimyasal bir analiz işleminde ilk olarak numunedeki matriks bileşenlerinin sonucu etkilememesi için elde edilmek istenilen maddeden uzaklaştırılması gerekmektedir. Tabiatта karışım halinde bulunan bileşikler çoğunlukla ekstraksiyon metodu kullanılarak bu karışımlardan ayrılır ve analize hazır hale gelir. Bu yöntemde, karışımın içerisinde çekilmek istenen bileşeni, bu karışımdaki maddelerle etkileşmeyen sadece elde edilmek istenilen bileşeni güçlü bir şekilde çözme yeteneğine sahip bir çözücünün yanında istenmeyen bileşenler içinde ayrı bir çözücü kullanılır. İstenilen bileşen ilk

çözücüye geçerken ikinci çözücüye de diğer bileşenler geçer. İstenilen bileşeni saf olarak elde etmek için ekstraksiyon yöntemi birden fazla kez uygulanabilir [15].

Katı-sıvı ekstraksiyonu, sıvı-sıvı ekstraksiyonu ve bulutlanma noktası ekstraksiyonu gibi bilinen ekstraksiyon yöntemlerinin yanı sıra birde gelişmiş ekstraksiyon teknikleri vardır.

Gelişmiş ekstraksiyon tekniklerini genel olarak;

- Soxhlet Ekstraksiyonu
- Basınçlı Sıvı Ekstraksiyonu
- Mikrodalga-Destekli Solvent Ekstraksiyonu
- Ses Dalgaları-Destekli Sıvı Ekstraksiyonu
- Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu olarak sınıflandırılabilir [16].

Gelişmiş ekstraksiyon yöntemlerin avantajları ve dezavantajları Tablo 2.1' te karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Tablo 2.1. Gelişmiş ekstraksiyon tekniklerinin karşılaştırılması [16]

Ekstraksiyon Yöntemi	Avantajları	Dezavantajları
Soxhlet Ekstraksiyonu	Ekstrakte edilecek örnekten fazla miktarda kullanılabilmesi, bozucu etkenlerden bağımsız olması, filtrelemeye gerek duyulmaması, ekipman maliyetinin düşük olması ve fazla emek gerektirmemesi	Kullanılan organik çözücü miktarının fazla olması, ekstraksiyon sonrası yapılan buharlaştırma ve deriştirme işlemlerinden dolayı fazla zaman harcanması
Basınçlı Sıvı Ekstraksiyonu	Hızlı bir yöntem olması, filtrelemeye gerek duyulmaması, az miktarda çözücü ile çalışılması	Maliyetinin yüksek olması, bozucu etkenlere bağımlı olması
Mikrodalga Destekli Sıvı Ekstraksiyonu	Hızlı bir yöntem olması, az miktarda çözücü tüketimi, sıcaklık ve güç gibi ekstraksiyon değişkenlerinin kontrol edilebilmesi, kurutucu ajanlara ihtiyaç duyulmaması	Kullanılan su gibi polar çözücülerin mikrodalga ışımlarını tutması, temizleme basamağının olması, pahalı bir yöntem olması
Ses Dalgaları Destekli Sıvı Ekstraksiyonu	Ekstrakte edilecek örnekten fazla miktarda kullanılabilmesi, bozucu bileşenlerden bağımsız olması, hızlı bir yöntem olması, ucuz bir yöntem olması	Filtrelemeye gerek duyulması, fazla miktarda çözücü kullanılması
Süperkritik Sıvı Ekstraksiyonu	Hızlı bir yöntem olması, düşük miktarlarda çözücü harcanması, CO ₂ gazının yanıcı ve zehirli olmaması, doğaya zarar vermemesi, maliyetinin düşük olması	Bozucu bileşenlerden etkilenmesi, CO ₂ ' in apolar bir molekül olmasının polar moleküllerin ekstraksiyonunu zorlaştırması

2.1.4.1. Sıvı sıvı ekstraksiyonu

Maliyeti düşük olan sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi suda bulunan ve yarı uçucu olan organik bileşenlerin analizi için sıklıkla kullanılır. Bu yöntem, sulu örnekte bulunan bir analitin su ile karışmayan bir çözücüye aktarılmasına dayanır. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu yöntemi çeşitli şekillerde uygulanabilir. Organik çözücü ayırma hunisinde bulunan sulu örneğe doğrudan eklenebildiği gibi, huni dışında başka bir alet yardımıyla da yöntem tekrar edilebilir. Bu işlem için kullanılan en yaygın çözücülerden biri dikloro metandır. Yöntem uygulanırken tüketilen organik çözücü miktarının fazla olması çevre kirliliğine sebep olmakla birlikte maliyeti de arttırmaktadır. Bu sebeple sıvı-sıvı ekstraksiyon metodu zaman içinde çekiciliğini yitirmiştir [17].

2.1.4.2 Bulutlanma noktası ekstraksiyonu

Sulu çözeltilerdeki iyonik olmayan yüzey aktif maddelerin çoğu, miselleri oluşturma özelliğine sahiptir ve bulutlanma noktası olarak adlandırılan bir sıcaklığa ısıtıldığında bulanık hale gelir. Bulutlanma noktasının üzerindeki bir değerde çözelti, yüzey aktif madde açısından zengin bir faz ve kritik misel konsantrasyonuna yakın olan yüzey aktif madde derişimine sahip zayıf bir faz olmak üzere iki ayrı faz oluşturur. Misellerin hidrofobik çekirdeğinde, analitlerin çözünmesiyle yüzey aktif madde bakımından zengin fazın küçük hacminde toplanarak zenginleştirilmesi sağlanabilir [18].

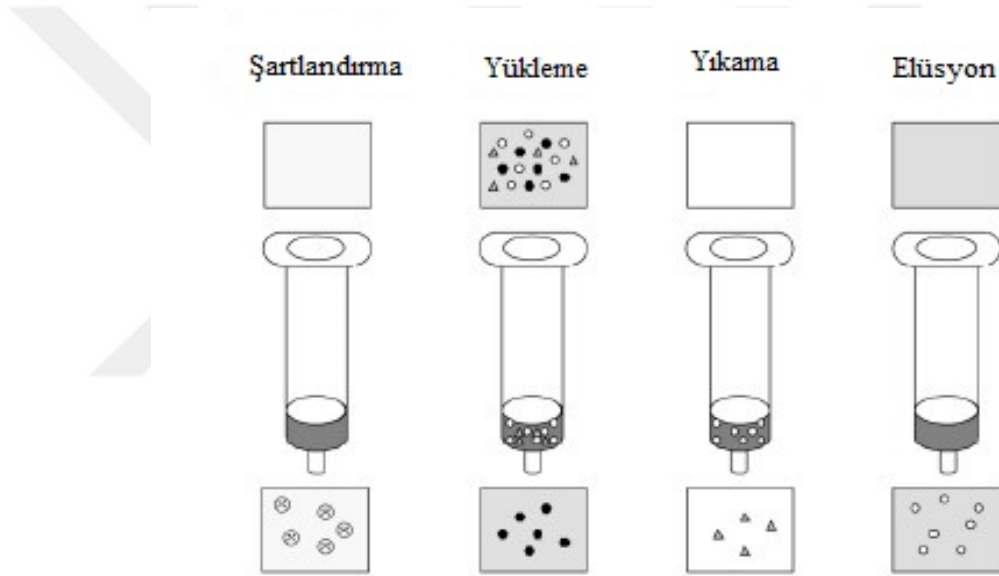
Bulutlanma noktası ekstraksiyonu yönteminden yüksek verim alınabilmesinin yanında maliyeti de oldukça düşüktür. Ayrıca diğer ekstraksiyon metotlarıyla kıyaslandığında yöntemde toksik olmayan reaktiflerin kullanılması önemli bir üstünlük olarak öne çıkmaktadır [19].

2.1.4.3. Katı faz ekstraksiyonu

Katı faz ekstraksiyonu, örneklerin hazırlanması ve ön deriştirilmesi için en sık kullanılan tekniktir. Çevresel ve gıda numunelerinden kirleticileri deriştirmek ve uzaklaştırmak için yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Katı faz ekstraksiyonu, sıvı numuneleri hazırlamak ve yarı uçucu/uçucu olmayan analitleri çıkarmak için kullanılabilirdiği gibi, aynı zamanda çözücülere önceden ekstrakte edilmiş katı numuneler ile birlikte de kullanılabilir [20]. Genel olarak bu ayırma yönteminde ilk olarak analizi

yapılacak olan çözeltinin kolon dolgu maddesine tutunması sağlanır. Daha sonra istenmeyen maddeleri uzaklaştırmak için kolondan uygun bir çözelti geçirilir. Kolonda sadece analiz edilmek istenen madde kaldıktan sonra ise başka bir çözelti yardımıyla analit kolondan ayrılır [21].

Katı faz ekstraksiyon yöntemi 4 aşamalıdır (adsorban maddenin şartlandırılması, örneğin uygulanması, yıkama ve hedef analitlerin elüsyonu). Şekil 2.1, katı faz ekstraksiyonunda yer alan aşamaları göstermektedir.



Şekil 2.1. Katı faz ekstraksiyon yöntemi uygulama basamakları [22]

Başlangıçta, katı fazda bulunabilecek safsızlıkları uzaklaştırmak için kolondan uygun bir çözücü geçirilir. Bu işlem sırasında kullanılan çözücüye ‘**şartlandırıcı**’ adı verilir. Şartlandırma işlemi, kullanılacak olan adsorbanın kullanıma hazır hale gelmesi, dolgu maddesinin ıslatılması ve matriksteki maddeler ile birden fazla kez etkileşim için uygun şartların oluşabilmesi için gerçekleştirilmektedir.

Şartlandırma işleminden sonra, örnek kolondan geçirilir. Örnek kolondan geçirilirken yer çekimi kuvveti veya pompa kullanılır.

Örnek kolondan tamamen geçirildikten sonra, eğer dolgu maddesinde analitten daha aktif olarak tutunabilecek türler varsa uzaklaştırılabilmesi için kolondan tekrar uygun bir çözücü geçirilir.

Son olarak reçinede tutunmuş olan analit iyonlarını elüe etmek amacıyla kolondan geçirilmek üzere uygun bir elüent seçilir. Elüsyon işlemi genellikle şelatın yapısını bozucu ve eser elementi serbestleştirici asitler seçilerek yapılmaktadır [22].

Katı faz ekstraksiyonunun diğer zenginleştirme yöntemlerine kıyasla göz ardı edilemeyecek üstünlükleri vardır.

1. Yöntemin temel avantajlarından biri dolgu maddesine tutunan analitin ayrışmadan bir süre burada depo edilebilmesi ve bu sayede konsantrasyonunun sabit kalmasını sağlamasıdır.
2. Yöntemde kullanılacak olan reçine ve çözeltilerden düşük miktarda alınabilmesi ekonomik açıdan avantaj sağlamadığı gibi fazla miktarda toksik atık oluşumunu da önlemektedir.
3. Bu yöntemle elde edilecek örneğin saflığı ve geri kazanımı diğer yöntemlere göre daha fazladır [23].

2.2. Katı Faz Ekstraksiyon Yönteminde Kullanılan Adsorbanlar

Katı faz ekstraksiyon yönteminde kullanılan dolgu maddelerinin doğru seçilmesi, analitin saflaştırılması ve yüksek derişimli olarak elde edilebilmesi için çok önemlidir. Yani katı faz ekstraksiyon metodundan yüksek verim alabilmenin püf noktası doğru seçilmiş bir reçinedir. Adsorban maddeleri genel olarak üç sınıfta inceleyebiliriz. Bunlar inorganik oksit reçineleri, seçiciliği düşük olanlar ve yüksek seçiciliğe sahip olan reçinelerdir.

İnorganik oksit reçinelerinin analit-adsorban eşleşmeleri oldukça sınırlıdır. Seçiciliği düşük olan reçine sınıfını ise gözenekli yapıya sahip polimerler oluşturur. İkinci kategoride incelediğimiz bu reçineler ortamın pH' sından kolaylıkla etkilenebildikleri için ortam şartlarına uyumlu ve daha dayanıklı adsorban arayışı devam etmektedir. Tıp ve çevre bilimlerinin yanı sıra gıda endüstrisinde karşılaşın en büyük problemlerden biri

analizi yapılacak maddenin su gibi yüksek polarlıktaki maddeleri içermesi ve örnekte büyük molekül ağırlıklı matriks bileşenlerinin varlığıdır. Bunların uzaklaştırılması için yüksek seçiciliğe sahip reçinelerin kullanılması gerekmektedir [24].

Tablo 2.2 de sıklıkla kullanılan SPE adsorbanları ve aktif grupları verilmiştir.

Tablo 2.2. SPE Adsorbanları [7]

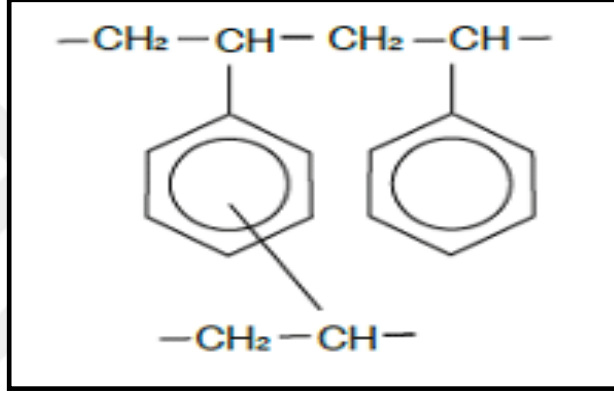
Adsorban	Formülü
Silika Jel	SiOH
Alumina	Al ₂ O ₃
Florisil	MgSiO ₃
Oktadesil	(CH ₂) ₁₇ CH ₃
Oktil	(CH ₂) ₇ CH ₃
Etil	CH ₂ CH ₃
Siyano	CN
Aromatik Sülfonik Asit	C ₆ HSO ₃ H
Fenil	C ₆ H ₅
Sikloheksil	C ₆ H ₁₁
Amino	NH ₂
KuarternerAmin	N ⁺
Diol	COHCOH
Karboksilik Asit	COOH

2.2.1. SP-207 adsorbantı

SP-207, bromlanmış bir aromatik matriksle karakterize edilen modifiye aromatik sentetik bir adsorban maddedir. Reçinenin bu özelliği polar olmayan moleküller için büyük bir seçicilik sağlayan gelişmiş bir hidrofobikliğe sahip olduğunu gösterir ve yüksek seviyede hidrofilik maddelerin adsorpsiyonuna izin verir. Örneğin, teknik bilgi kartına göre, Sepabeads SP-207, aromatik bileşiklerin geri kazanılması için uygun bir reçinedir.

Spesifik olarak, reçine 650 m²/g'lık spesifik bir yüzey alanına, 250 µm'lik partikül boyutuna, 1,20 mL/g gözenek hacmine ve 100-150 Å ortalama gözenek çapına sahiptir. Sepabeads SP-207 şu özellikler ile karakterize edilir [25]:

- Eşsiz kimyasal yapı ve yüksek hidrofobiklik
- Yüksek partikül yoğunluğu
- Tekrarlanabilirlik
- Yüksek kimyasal ve fiziksel kararlılık
- Geniş uygulama alanı



Şekil 2.2. Sepabeads SP-207 kimyasal yapısı

2.3. Gıda Katkı Maddeleri

Teknolojinin gelişmesiyle birlikte gıda sanayisinde yaygın olarak kullanılmaya başlanan gıda katkı maddeleri üretim yöntemlerinde yeniliğe gidilmesi gerekliliğini ortaya çıkarmıştır. Bunun yanı sıra gelişmekte olan endüstrileşmenin sonucu olarak; katkı maddelerinin farklı yönlerden ele alınıp değerlendirilmesiyle, sayılarının gün geçtikçe artması önlenemez hale gelmektedir. Bu maddeler, gıdaların daha uzun süre muhafaza edilmesini, görsel açıdan zenginleştirilmesini ve kalitelerinin korunmasını sağlamak amacıyla ilave edilmektedir [26].

Katkı maddeleri, belirli katkı maddesinin eklendiği gıdada olması düşünülen teknolojik fonksiyona bağlı olarak farklı kategorilere ayrılır. Bu katkı kategorileri (fonksiyonel sınıflar) Tablo 2.3'de listelenmiştir.

Tablo 2.3. Gıda katkı maddelerinin fonksiyonel sınıfları [27]

Asit	Emülsiyonlaştırıcı Tuz	Koruyucu
Asitlik düzenleyici	Sıkılaştırıcı madde	Püskürtücü
Kireç önleyici madde	Lezzet arttırıcı	Ambalaj gazı
Köpük önleyici ajan	Un işleme maddesi	Yükseltici ajan
Antioksidan	Köpük ajanı	İyon tutucu
Hacim arttırıcı	Jelleştirici ajan	Stabilizatör
Taşıyıcı	Cam ajanı	Tatlandırıcı
Renk	Nemlendirici	Yoğunlaştırıcı
Emülgatör	Modifiye nişasta	

Bu fonksiyonel gruplar ayrıca aşağıda ki gibi tanımlanır:

- 1. Koruyucular,** gıdalarda antimikrobiyaller ve antioksidanlar koruyucu madde olarak kullanılır. Antimikrobiyaller gıdayı bozucu bakterilerden korumak ve uzun süre muhafaza edilebilmesini sağlamak amacıyla kullanılması yanı sıra gıdanın rengini ve tadını korumak amacıyla da kullanılır. Antioksidanların kullanım amacı antimikrobiyallerle aynıdır. Buna ilave olarak antioksidanlar özellikle yağ ve yağlı gıdalarda kullanılır.
- 2. pH ayarlayıcılar,** bir gıda maddesinin asitliğiyle birlikte alkalitesini de değiştiren veya kontrol eden maddelerdir.
- 3. Topaklanmayı önleyiciler,** bir gıda maddesinin parçacıklarının birbirlerine yapışma eğilimini azaltan maddelerdir. Örneğin hazır çorbalarda akışkanlığı korumak için topaklanmayı önleyici maddeler kullanılır.
- 4. Emülsifiyerler,** gıdada bulunan, su ve yağ gibi homojen karışım oluşturamayan maddelerin yüzey gerilimini azaltarak birbiri içerisinde dağılmasını sağlamak için kullanılırlar.
- 5. Stabilizörler,** gıdalarda emülsifiyerler aracılığıyla bir arada bulunan maddelerin yeniden ayrılmasını önlemek için kullanılırlar.

6. **Jelleřtirme ajanı**, jel oluřunu yoluyla bir gıda maddesi dokusu veren maddelerdir.
7. **Yapay tatlandırıcılar**, gıdaların aromasını veya tadını daha çekici hale getirebilmek ve kalorisiz olarak tatlı bir tat vermek için kullanılır.
8. **Renk stabilizasyon ajanı**, gıdanın kendi rengini korur ve devamlılıđını sađlamak için kullanılır.
9. **Kabartma ajanı**, gazı serbest bırakan ve böylece bir hamurun hacmini arttıran maddeler veya madde kombinasyonlarıdır.
10. **Un iřleme maddeleri**, piřirme kalitesini arttırmak için una veya hamura eklenen, emülgatör dıřındaki maddelerdir.
11. **Kahnlıřtırıcılar**, bir gıda maddesinin viskozitesini arttıran maddelerdir.
12. **Ayırıcılar**, metalik iyonlarla kimyasal kompleksler oluřturan maddelerdir.
13. **İtici gazlar**, bir gıdayı bir kaptan dıřarı at hava dıřındaki gazlardır.
14. **Ambalajlama gazları**, bir gıda maddesinin kabına yerleřtirilmesinden önce, sırasında veya sonrasında bir kap içine konulan hava dıřında kalan gazlardır.
15. **Nemlendiriciler**, sulu bir ortamda bir tozun erimesini teřvik eden maddelerdir.
16. **Cam maddeler (yađlayıcılar dâhil)**, bir gıda maddesinin dıř yüzeyine uygulandıđında parlak bir görünüř kazandıran veya koruyucu bir kaplama sađlayan maddelerdir.
17. **Köpürtücü maddeler**, sıvı veya katı bir gıda maddesinde gaz halinde bir fazın homojen dađılımını mümkün kılan maddelerdir.
18. **Sıkılařtırıcı maddeler**, meyve ve sebze dokularını sert ya da gevrek hale getirmek veya güçlendirmek için jel haline getirici ajanlarla etkileřime giren maddelerdir.
19. **Emülsiyonlařtırıcı tuzlar**, peynirde bulunan proteinleri dađınık hale getiren ve

böylece yağın ve diğer bileşenlerin homojen dağılmasını sağlayan maddelerdir.

20. Dökme maddeleri, mevcut enerji değerine önemli katkıda bulunmaksızın bir gıda maddesinin hacmine katkıda bulunan maddelerdir.

21. Köpürmeyi önleyiciler, köpürmeyi önleyen veya azaltan maddelerdir.

22. Taşıyıcılar, bir gıda katkı maddesini veya bir tatlandırıcıyı, gıda enzimini, besleyici maddeyi ve / veya besleyici veya fizyolojik amaçlı olarak eklenen diğer maddeleri işlevini değiştirmeden eritmek, seyreltmek, dağıtmak veya fiziksel olarak tadil etmek için kullanılan bir maddedir [26, 27].

2.4. Gıda Boyaları

Gıda katkı maddelerinin sınıflarından biri olan gıda boyaları, uluslararası Gıda Kodeks Komisyonu (The Codex Alimentarius) tarafından “gıdanın rengini düzenleyen veya renk vermek amacıyla katılan madde” olarak tanımlanmaktadır. Renk verme özelliği olan birçok maddenin kimyasal yapılarının farklı olması, fiziksel, kimyasal ve fizikokimyasal özelliklerinin de farklı olmasına sebep olmaktadır. Bu farklılıklardan onların kullanılacağı ürün tipini, kullanılma amaçlarını ve kullanılma biçimlerini seçerken yararlanılmaktadır. Günümüzde kullanılan gıda işleme yöntemlerinin, gıdaların dış görünüşünde meydana getirdiği olumsuz etkiler, tüketicinin bu gıdaları tercih etmemesine neden olmaktadır. Bunun önüne geçmek için gıdaların renklendirilmesi gerekliliği ortaya çıkmıştır [28]. Tüketici seçimlerini etkileyen en mühim faktörlerden biri renktir. Geçen zaman süresince kimi gıdaların tatları ve kokularının farklılaşmasıyla beraber renklerinde de değişimler meydana gelmektedir. Her gıdanın kendine özgü rengi olduğundan tüketicinin beklentisini alışılan renkteki gıdalar karşılamaktadır.

Gıdalarda rengin önemli olmasının nedenlerine bakılarak, gıdalara renk vericilerin katılma sebepleri aşağıdaki maddelerle sıralanabilir.

1. Gıdaların kendine has renklerini öne çıkarmak veya zaman içerisinde solan renklerini canlandırarak özelliklerini korumalarına yardımcı olmak,
2. Aynı tip ürünlerde standart renk sınıflandırması yapmak,

3. Gıdalara farklı renkler ve renk tonlarını verebilmek,
4. Düşük kalitelerini gizlememek koşuluyla kullanılan miktarının hiçbir şekilde toksik etki yaratmayacak düzeyde bulunduğu ürünler elde etmek.

Renk maddelerinin kullanımı uluslararası ve ulusal yasal düzenlemeler sınırları içerindedir ve kontrol edilmektedir [29].

2.5. Gıda boyalarının sınıflandırılması

Gıda boyalarının sınıflandırmaları çeşitli şekillerde yapılabilir. Gıdalara verdikleri renkler açısından sınıflandırıldıkları gibi elde edildikleri kaynakların türüne göre de sınıflandırılabilirler.

Gıdalara sağladıkları renkler düşünüldüğünde; kırmızı renk (amarant, eritrosit), mavi renk (brillant blue, patent blue), siyah renk (brillant black, bitkisel karbon), sarı renk (tartrazin, riboflavin) gibi gruplandırmalar yapılabilir. Elde edildikleri kaynaklara göre ise üç sınıfta toplanırlar. Bunlar doğal, yarı sentetik ve sentetik gıda boyalarıdır [30].

2.5.1. Doğal gıda boyaları

Bitkisel ve hayvansal organizma veya mikroorganizmalar doğal boyaları kendileri sentezleyebildikleri için yapılarında kendiliğinden bulunur. Bir kısmı da minerallerin doğal yapısında mevcuttur. Doğal boyalar, istenilen rengi içeren analitin en fazla 60 °C sıcaklıkta vakum kullanılarak deriştirilmesiyle elde edilir [30].

Birçok doğal gıda boyası vardır. Gıdalarda kullanılmasına izin verilen doğal boyalara kurkumin, lutein, beta-karoten, klorofil, karamelize şeker ve antosiyaninler örnek verilebilir. Bunlardan en iyi bilineni antosiyaninlerdir. Antosiyaninler birçok meyveye parlak pembe-kırmızı-viyole-mor rengini verirler. Yan etkilere sebep olmaması, kalp hastalıkları ve kanser gibi hastalıklardan koruyucu olmaları ve suda çözünürlüklerinin iyi olması gıdalarda renk verici madde olarak kullanılmak istenmesinin başlıca nedenlerindedir. Fakat antosiyaninlerin işleme sırasında maruz kaldığı pH, ısı, ışık, sıcaklık gibi faktörler karşısında direnç gösterememesi ve parçalanması ticari olarak çekiciliğini kaybetmesine sebep olmuştur [31].

Bazı doğal renk maddeleri aşağıda verilmiştir [32]:

Orçil, şarap kırmızısı rengine sahiptir ve pH' ya duyarlıdır. Asitte sarı, bazda mavi renk verir. ABD ve İngiltere hariç diğer ülkelerde gıdalarda kullanılması onaylanmıştır.

Safran, rengini aldığı krosin parlak sarı renkli bir bileşiktir. Çözücüsü sudur. Kurutulup toz hale getirilerek gıda maddelerini renklendirmesinin yanı sıra tatlandırıcı olarak da kullanılır. Pahalı olması ve aynı rengi sağlayabilecek başka boyaların olması safranın boyar madde olarak kullanımını azaltmıştır.

Sandal, rengini aldığı santalin kırmızı renkli bir bileşiktir. Santalin ışık ve ısı gibi bozucu etkenlere karşı dayanıklıdır. Kanada ve İngiltere de gıdalarda renk verici madde olarak kullanılmaktadır.

Zerdeçal, rengini aldığı kurkimin parlak sarı renge sahiptir. Kurkimin ışıktan kolay etkilenir ve pH' ya duyarlıdır. Çözücüsü yağ ve etil alkoldür. Sıcak suda kısmen soğuk suda ise hiç çözünmez.

2.5.2. Yarı sentetik gıda boyları

Doğal kaynaklardan elde edilen maddelerin işlenmesiyle, yarı sentetik gıda boyları elde edilir. Örneğin klorofilin bakır kompleksi veya sodyum-potasyum tuzları ile şekerin yaklaşık 150°C'de NaOH (sodyum hidroksit), NH₄OH (amonyum hidroksit) gibi katalistlerle yakılmasından elde edilen karamel bu tanıma girmektedir. Bunlardan karamelin Türkiye'de endüstriyel ölçekte üretildiği, ancak diğerlerinin dış-alım yoluyla sağlandığı bilinmektedir [30].

2.5.3. Sentetik gıda boyları

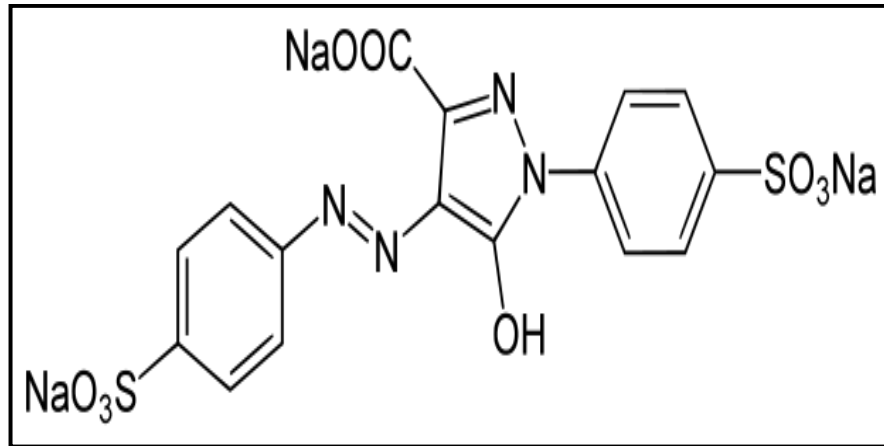
Bunlara 'kömür katranı' boylarda denilmektedir. Sebebi ise neredeyse tamamının sentezinde başlangıç maddesinin kömür katranı olmasıdır. Büyük çoğu yapılarında-(N=N)- grubu içerdiğinden bu gruba sahip olanlar azo boylar olarakta tanınırlar. Azo boylara tartrazin, amarant ve ponceau 4R örnek olarak verilebilir [30].

Sasaki ve ark. çalışmalarında, gıda boyası, koruyucu, antioksidan ve tatlandırıcı gibi katkı maddelerinden günümüzde de kullanılan 39 tanesini oral yoldan farelere vermiş ve daha sonra fareler için bu maddelerin genotoksik özellik gösterip göstermediklerini

incelemişlerdir. İncelemelerin sonucunda genotoksitesisi en fazla olan katkı maddesinin sentetik gıda boyaları olduğunu belirtmişlerdir. Amarant, allura red, tartrazin gibi renklendiricilerin vücuda alınan miktarına bağlı olarak kolon, mide ve mesane hücrelerinde DNA tahribatına neden olduklarını söylemişlerdir. Hatta bu boyalardan düşük miktarda alınsa dahi mide rahatsızlıklarına sebep olduklarını tespit etmişlerdir [33].

2.6. Tartrazin

Tartrazin gıdalara uygulandığında sarı veya turuncu renk veren sentetik bir azo boyar maddedir. Avrupa Gıda Güvenliği Kurumu (EFSA) tarafından E102 ve ABD Gıda ve İlaç İdaresi (FDA) tarafından ise FD&C Yellow 5 olarak adlandırılmıştır. Gıda maddeleri, ilaçlar ve kozmetik malzemelerinde kullanımı FDA tarafından onaylanmıştır [34]. Tartrazinin kimyasal yapısı şekil 2.3' te gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Tartrazin yapısal formülü

Tartrazin çeşitli klinik koşullarda incelenmiş, toksik veya patolojik bir etki ve tümör insidansında artışı etkilemediği gözlenmiştir. Yapılan çalışmalarda, bu boyanın kullanılması ile daha çok astım, çocuklukta hiperaktivite ve ürtiker (deride kaşınma ve yanma), egzema (deri iltihabı), migren, damar ödemleri ortaya çıkmaktadır. Deney

fareleri üzerinde yapılan bir çalışmada, içme suyuna belli oranlarda tartrazin eklenerek farelere verilmiştir. Çalışma sonunda gelişmeyen veya yeniden oluşmayan toksisite gözlenmiştir. Farelerin vücut ve timüs ağırlığında azalma, kırmızı kan hücreleri ve hemoglobinde düşüş gözlenmiştir [35].

Yapılan araştırmalar incelendiğinde tartrazini sadece renk maddesi olarak düşünmenin yanlış olduğu, tartrazinin gıdalara, içeceklere, losyonlara ve kremlere renk verirken bunun yanında vücutta istenmeyen kimyasal reaksiyonlara sebep olduğu gözlenmektedir. Türk Gıda Kodeksi'nin renklendiriciler yönetmeliğine göre tartrazinin Türkiye'de kullanıldıkları gıdalarda bulunabilecek en yüksek miktarları Tablo 2.4'de gösterilmiştir.

Tablo 2.4. Tartrazinin kullanıldığı gıda maddeleri ve içerdikleri tartrazin miktarları [36]

GIDA MADDESİ	EN YÜKSEK MİKTAR
Bitter soda, bitter şarap	100 mg/L
Alkolsüz aromalı içecekler	100 mg/L
Meyve ve sebze şekerlemeleri	200 mg/kg
Şekerlemeler	300 mg/kg
Korunmuş kırmızı meyveler	200 mg/kg
Süsleme ve kaplama maddeleri	500 mg/kg
Hafif fırıncılık ürünleri	200 mg/kg
Yenilebilir buzlar	150 mg/kg
Aroma ile işlenmiş peynir	100 mg/kg
Soslar	500 mg/kg
Hardal	300 mg/kg
Balıkların ve kabuklu su ürünlerinin ezmeleri	100 mg/kg
Ön pişirme yapılmış kabuklu su ürünleri	250 mg/kg
Balık yumurtası	300 mg/kg
Füme balık	100 mg/kg
Patlamış veya hacim kazandırılmış çerezler	200 mg/kg
Diğer çerezler	100 mg/kg
Kilo kontrolü amaçlı komple formüller	50 mg/L
Ek sıvı gıdalar, diyet tamamlayıcılar	100 mg/L
Ek katı gıdalar, diyet tamamlayıcılar	300 mg/kg

2.7. Yapılan Çalışmalar

Altınığne, yapay toz iecek ve bazı Őekerlemelerdeki tartrazin ve yellow FCF di azo boyar madde miktar tayinlerinin spektrofotometrik ve voltametrik metot karŐılaŐtırmasını yaptıđı alıŐmasında, sentetik toz iecekler ve bazı Őekerlemelerde yalnız bir adet boyar madde bulunduđunda daha gvenilir, hassas ve dođru sonular elde edildiđini, uygulamada her iki yntemin tayin sınırlarının 0,8 $\mu\text{g/mL}$, korelasyon sayısının $r=0,995$ olduđunu saptamıŐ, alıŐma sonucunda hem nicel hem de nitel tayinlerin her iki metotla da yapılabileceđini belirtmiŐtir [37].

Berzas ve arkadaŐları, ticari rnlerde tartrazin, patent blue V ve indigo karminin l karıŐımlarının spektrofotometrik znrlđn belirlemek iin, tartrazin (E-102), patent blue V (E-131) ve indigo karmin (E-132) gıda boyalarının l karıŐımlarını zerinde drt spektrofotometrik yntem uygulamıŐlardır. Bu  boyanın eŐ zamanlı tespiti, ilk olarak, bu renklendiricilerin farklı oranlarda ve  ticari rnde sentetik karıŐımlarının belirlenmesi iin tatmin edici bir Őekilde kullanılan "birinci trev" ve "oran spektrumu-sıfır geiŐ trevi" kullanılarak iki trev yntemle gerekleŐtirilmiŐtir. Kısmi en kk kareler-1 ve ana bileŐen regresyon algoritmaları ile kalibrasyonu gerekleŐtirmek iin spektral veri setini optimize etmek iin bileŐiklerin dođrudan emilim spektrumları kullanan araŐtırmacılar, her iki kalibrasyon modeli de isel validasyon (kendi tasarlanan eđitim seti kalibrasyonunda boya konsantrasyonunun tahmini), apraz dođrulama (kalibrasyon uyum modeli iin verimi gsteren istatistiksel parametreler elde etme) ve sentetik ve ticari karıŐımlar zerinden dıŐ dođrulama ile deđerlendirilmiŐlerdir. alıŐmanın sonucunda drt spektrofotometrik yntemde %95 gven dzeyinde anlamlı bir farklılık bulunmamıŐtır. Ayrıca ticari rnlerde elde edilen iki trev ve iki ok deđerkenli kalibrasyon sonucunun bir karıŐılaŐması, elde edilen deđerlerin iyi bir Őekilde anlaŐılmasıyla sonulanmıŐtır [38].

Din, tez alıŐmasında gıdalara katılan bazı suda znen sentetik boyalardan tartrazin, sunset yellow, karmoisin, amaranth, ponceau 4R, allurared ve brilliant blue 'nun analizini yapmıŐtır. Bu araŐtırmasında alkolsz aromalı ieceklere, yenilebilir buzlara ve Őekerlemelere renk vermek iin katılan suda znen sentetik boyaların varlıđı ve miktarı HPLC kromatografisi ile belirlemiŐtir. C18 kolon kullanılarak gerekleŐtirilen kromatografik ayırım sonrasında tartrazin, sunset yellow, karmoisin, amaranth, ponceau

4R, allurared ve brilliant blue sırasıyla 430, 484,520, 520, 512, 509, 630 nm dalga boylarında UV-DAD dedektör kullanılarak tespit etmiştir [39].

Fu-hua, HPLC kullanarak pouffed gıdalardan tartrazin, poncean 4R ve brillant blue tayini yapmak için, poliamid ile ekstrakte gerçekleştirmiş ve kolona doldurmuştur. Üç çeşit madde SPD dedektörü ve gradyan elüsyonu ile HPLC ile aynı anda belirlenmiştir. Bu koşullar altında sonuçlar, lineer ilişkinin %1,2 RF aralıkta daha iyi olduğunu gösterirken geri kazanım oranlarının %89,9-107,2 oranları arasında değiştiğini belirtmektedir [40].

Tekeli tez çalışmasında bazı gıdalarda azorubine (AZ), ponceau 4R (PO) ve brilliant blue (BB)'nin spektrofotometrik yöntemle yan yana tayini çalışmasını yapmıştır. Bu çalışmada toz içeceklere renk vermek amacıyla kullanılan ponceau 4R azorubine ve brilliant blue FCF' nin bir arada tayini için PartialLeast Squares (PLS) ve Principal Component Regression (PCR) yöntemi uygulamıştır. Her iki yöntemin hesaplamalarını karşılaştırmıştır [41].

Turabik; bazik red 46 ve yellow 28 boyar maddelerinin spektrofotometrik tayini öncesi adsorbent olarak bentonite kullanarak katı faz ekstraksiyon yöntemini geliştirmiştir [42].

Anibal ve arkadaşları, çok değişkenli sınıflandırma teknikleri ve UV\VIS spektrofotometresi ile sudan I-II-III-IV boyar maddeleriyle baharat karışımlarının belirlenmesi ile ilgili çalışmışlardır [43].

Bueno ve arkadaşları; balıklardaki malachitegreen boyar maddesi kalıntılarının belirlenmesinde sıvı kromatografi-kütle spektrofotometrik tayini öncesi katı faz ekstraksiyon yöntemi geliştirmişlerdir [44].

Cihan; "Karbon Nanotüp Üzerinde Boyar Madde Zenginleştirilmesi ve Spektrofotometrik Tayini" isimli yüksek lisans tezinde, çoklu duvarlı karbon nanotüp dolgulu kolon sisteminin zenginleştirilmesi ile eser düzeydeki tartrazinin saptanması için, 10 mL DMS ile elüe edilen tartrazini 425,9 nm dalga boyunda spektrofotometrik olarak tayin etmiştir. Ayrıca çalışmasında alkali ve farklı boyar madde matriks etkileri, elüent ve örnek hacmi, elüent ve örnek akış hızları, tartrazin miktarı ve pH gibi çeşitli

parametreleri de deęerlendirmiştir. Yaptığı deneysel çalışmaların sonucunda tartrazin boyar maddesinin geri kazanım deęerinin %95'den yüksek, gözlenebilme sınırının ise 3,37 µg/L olduğunu saptamıştır [45].

Soylak ve arkadaşları; yaptıkları katı faz ekstraksiyon çalışmalarında sepabeads SP 70 reçinesini adsorbent olarak kullanarak rodamin B boyar maddesi için kolon sisteminde çalışmışlar ve çeşitli meşrubat, atık su ve ruj örneklerinde uygulamalarını yapmışlardır. Yine bir adsorbent kullanarak allura red boyar maddesi için bir ayırma ve zenginleştirme yöntemi geliştirmişler ve çeşitli su örneklerinde uygulamalarını yapmışlardır [46].

Nazik, “Bir toz içecek numunesinde bulunan renk maddelerinin spektrofotometrik yöntemle simultane tayini” isimli yüksek lisans tezinde, UV-VİS spektrofotometresi kullanarak, sunsetyellow ve tartrazin maddelerinin tayini için 100 mg/L'lik çözeltiler hazırlamıştır. Absorbanslarını 0,1 nm aralıklarla okuduğu numuneler üzerinde spektrofotometri gerçekleştirmiş ve geliştirdiği kemometrik yöntemlerin sunset yellow ve tartrazin içeren renk maddeleri ve gıda numunelerini belirlemede kullanılabileceğini saptamıştır [47].

Ünsal ve arkadaşları, Sudan Blue II' nin nehir suyu ve endüstriyel atık su örneklerinde membran filtrasyonu ve UV- görünür spektrofotometrik tayini kullanılarak ayrılması için yaptığı çalışmalarında Sudan mavisi II' nin UV-Vis spektrofotometrik tayini için bir selüloz asetat membran filtre üzerinde adsorpsiyona ve etanol ile elüsyona dayanan yeni bir ayırma ve ön-karıştırma yöntemi oluşturmuşlardır. Çalışma ortamının pH'ı, solüsyonların akış hızları ve numune hacimleri gibi çeşitli analitik parametrelerin optimize edildiği araştırmada ayrıca; sudan blue II' nin kantitatif geri kazanım deęerleri için matriks etkileri de araştırılmıştır. Optimize edilmiş prosedür, nehirde sudan mavisi II' nin ve petrol ve boya ürünlerinden elde edilen endüstriyel atık su örneklerinin spektrofotometrik tayinine uygulanmıştır [48].

Hashem ve arkadaşları, ticari gıda örneklerinde sunset yellow E110 boyasının ileri spektrofotometrik analizi gerçekleştirdiği çalışmalarında, sunset yellow E110'nın azo boyaların ailesine ait olan ve gıda endüstrisinde katkı maddeleri ve besin kaynakları olarak yaygın olarak kullanılan ünlü sentetik gıda boyalarından biri olduğunu belirterek, bazı ticari gıda örneklerinde sunset yellow E110'un belirlenmesi için iki adet oldukça

hassas ve basit spektrofotometrik yöntem geliştirildiğini ve kullanıldığını belirtmişlerdir. Buna göre; ilk yöntem sunset yellow' un redoks reaksiyonuna bakır (II) ve ardından kompleks formasyonuna dayanmaktadır ve sonuçlar, pH 9,0' da 1:1 metal boya kompleksinin oluşumunu göstermiştir. İkinci yöntem ise, alkalın $KMnO_4$ tarafından yeşil manganat türlerine oksidasyonuna dayanmaktadır ve iki reaksiyon, sırasıyla I ve II yöntemleri için maksimum absorbans 350 ve 610 nm' de spektrofotometrik olarak gözlemlenmiştir. Çalışmada ayrıca, değişkenler dikkatle incelenerek, koşullar optimize edilmiştir. Optimize edilmiş deney koşulları altında, Beer Kanunu, sırasıyla iki yöntem için 9,05-6,87 ve 13,57-72,38 $\mu g/mL$ konsantrasyon aralıklarına uyularak gerçekleştirilmiştir. Görünür molar absorbanslar, Sandell'in duyarlılığı tespit ve miktar limitleri hesaplanmış bunun yanında matris etkileri de incelenmiştir. Araştırmanın sonucunda önerilen yöntemlerin, ticari gıda ürünlerinde sunset yellow boyasının belirlenmesi için başarıyla uygulandığı, boyanın konsantrasyon seviyesinin güvenli önerilen sınırlar içinde olduğu saptanmıştır [49].

Yiğit ve İnanç, ambalajlı ya da açıkta satışı yapılan kırmızı biberlerde sentetik boya olup olmadığını araştırmak için yaptıkları çalışmalarında, yağda ve suda çözünen sentetik boyaların varlığını belirlemek için market ve pazardan temin ettiği biberler üzerinde HPLC yöntemi uygulamıştır. Yaptıkları çalışma sonucunda, sudan para red B, sudan III, brilliant blue FCF, indigotin, patent blue V, allurared AC, eritrosin, amarant, azurobin, sunset yellow YCF ve kinolin sarısı hiçbir örnekte ön plana çıkan düzeyde saptanmamıştır. Baharatlık kırmızı biberlerin rengi için sentetik boyaların kullanıldığı ancak gıda madde katkısı olan bu boyaların kullanılmasının yasak olduğu belirtilmiş ve bunların saptanması için bir sistem geliştirilmesi gerekliliği öne sürülmüştür [50].

Ertokuş, bir ultraviyole spektrofotometre kullanılarak bir içecek örneğindeki renklendiricilerin kemometrik yöntemlerle belirlenmesi için yaptığı çalışmada, toz halindeki içecek örneklerinde kullanılan renk materyalleri, kimyasal yöntemler kullanılarak ve UV / VIS spektrofotometresi ile belirlemiştir. Kemometrik yöntemlerden, ana bileşen regresyonu (PCR) ve kısmi en küçük kareler yöntemi (PLS), toz halindeki bir içeceğin içerdiği yellow sunshine ve β -karoten miktarının belirlenmesine başarıyla uygulamıştır. Uygulanan kemometrik yöntemler aracılığıyla elde edilen sonuçların zaman bakımından ekonomik, kolay ve güvenilirliği yüksek sonuçlar olduğunu belirtmiştir [51].

BÖLÜM 3

GEREÇ VE YÖNTEM

Bu tez çalışmasında, marketlerde satılan bazı toz içecekler, hazır puding ve bazı ilaç örneklerinde bulunan tartrazin boyar maddesinin analizi için katı faz ekstraksiyon metoduyla bir ayırma ve zenginleştirme yöntemi geliştirilmiş, adsorban olarak SP-207 reçinesi kullanılmıştır. SP-207 dolgulı kolonda tutunan tartrazin, asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip daha küçük bir hacme alınarak son çözeltideki tartrazinin UV-VİS spektrofotometresi ile ölçümü yapılmıştır.

3.1. Gereçler

3.1.1. Kullanılan alet ve cihazlar

Analitik terazi: Çalışmada kullanılan maddelerin tartımları 0,1 mg duyarlılıktaki OHAUS Adventurer Pro tipi analitik terazide gerçekleştirilmiştir.

pH metre: Deneysel çalışmalarda çözeltilerin asiditesinin ayarlanması amacıyla kullanılan pH metre Sartorius markasının PT-10 modelidir.

Santrifüj cihazı: Çöktürme işlemlerinde kullanılan santrifüj cihazın ALC marka olup, modeli PK 120' dir.

Saf su cihazı: Elga marka, Elgastat Maxima model cihaz ile çalışmalarda kullanılacak olan saf su temin edilmiştir.

Mikro pipet: Kullanılacak olan çözeltilerin hazırlanması ve aktarılması işlemleri Nichiryo ve İsolab marka 20-200 µL ile 100-1000 µL hacimlerinde ayarlanabilen mikro pipetler ile yapılmıştır.

Etüv: Çalışmada kullanılan cam ve plastikten yapılmış malzemelerin kurumasını kolaylaştırmak amacıyla 200°C' ye kadar ayarlanabilen markası Nüve ve modeli FN 400 olan etüv kullanılmıştır.

Buzdolabı: Çalışmada kullanılan çözeltilerin muhafaza edilmesi ve soğutulması işlemlerinde AEG marka ARCTIS model buzdolabı kullanılmıştır.

UV-VİS spektrofotometre: Bu çalışmada boyar madde tayinleri PERKİN ELMER marka UV spektrofotometresi ile gerçekleştirilmiştir.

Katı faz ekstraksiyon kolonu: Çalışmada iç çapı 1 cm olan ve 15 cm uzunluğunda, cam malzemedan yapılmış mini bir kolon kullanılmıştır.

Cam ve plastik malzemeler: Çalışmada kullanılan erlen, balon joje, süzme işlemlerinde kullanılan huni, cam tüpler, plastik tüpler, karıştırmak için kullanılan baget gibi malzemelerden geçebilecek istenmeyen kirliliklerin ve analit kayıplarının önlenmesi için çalışmaya başlamadan önce temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Temizleme işleminde, çalışmada kullanılacak malzemeler bulaşık deterjanı ile yıkayıp bol su ile durulanmıştır. Sonrasında %10'luk HNO₃ çözeltisinde bekletilmiş ardından içlerinden saf su geçirilerek etüvde kuruması sağlanarak kullanıma hazır hale getirilmiştir.

3.1.2. Çalışmada kullanılan kimyasalların hazırlanışı

SP-207 kolonu: Öncelikle kolon temizlenmiş ve temizlenmiş olan bu kolonun tabanına yetecek kadar cam pamuğu, üzerine 500 mg SP-207 reçinesi yerleştirilmiştir. SP-207 dolgu maddesinin yatak yüksekliği yaklaşık 1,5 cm olarak ölçülmüş ve son olarak yerleştirilen SP-207 dolgu maddesinin üzeri tekrar cam pamuğu ile kapatılmıştır. SP-207 dolgu maddesiyle hazırlanmış kolondan her kullanımdan önce 20 mL saf su ve ardından 1 M'lık HCl' den 20 µL alınıp saf su ile 2 mL ye tamamlanarak hazırlanmış çözelti geçirilmiştir.

Tartrazin boyar maddesi: Çalışmada model çözeltilere 100 ppm'lik tartrazin çözeltisinden 300 µL ilave edilmiştir. Model çözelti hazırlanırken, 300 µL tartrazin ve çeşitli değişkenler kullanılıp son çözelti saf su ile 25 mL ye tamamlanmıştır. Farklı konstrasyonlarda tartrazin içeren standart çözeltiler hazırlanıp absorban değerlerine karşılık bir kalibrasyon eğrisi elde edilmiştir.

Allura red: Çalışmada boyar madde matriks etkileri incelenirken kullanılan 100 mg/L allura red çözeltisinden 130 µL alınıp model çözeltiye ilave edilmiştir. Model çözelti hazırlanırken 100 ppm'lik tartrazin çözeltisinden 300 µL alınıp üzerine 100 ppm derişimininde allura red boyar maddesinden 130 µL eklenmiş ve ardından 1 M HCl asit

çözeltisinden 1250 µL alınıp arı su ile 25 mL' ye tamamlanarak hazırlanmıştır. Geri kazanım sonuçları matriks etkisi kısmında verilmiştir.

Karmin: Laboratuvar stoklarında bulunan 100 mg/L karmin boyar maddesinden 30 µL alınıp üzerine 300 µL tartrazin ve 1250 µL HCl ilave edilip son olarak saf su ile 25 mL ye tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Matriks etkisi kısmında geri kazanımı verilmiştir.

Brilliant blue: Çalışmada boyar madde matriks etkileri incelenirken 100mg/L brilliant blue çözeltisinden 30 µL kullanılmış üzerine 300 µL tartrazin ve 1250 µL HCl ilave edilip son olarak saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Sonuçlar matriks etkisi kısmında verilmiştir.

Carmoisine: Auzorbin olarak da bilinen carmoisin E122 gıda katkı koduyla numaralandırılmış bir gıda boyası olup bu çalışmada 100 mg/L carmoisinden 130 µL kullanılmış üzerine 300 µL tartrazin ve 1250 µL HCl ilave edilip son olarak saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Ve matriks etkisi incelenmiştir.

Lime green: Çalışmada 100 mg/L lime green çözeltisinden 30 µL alınıp üzerine 1000 ppm' lik tartrazinden 300 µL ve 1 M' lik HCl çözeltisinden 1250 µL ilave edilip son olarak saf su ile 25 mL ye tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Matriks etkisi incelenmiştir.

Aseton: Keton sınıfının ilk üyesi olan aseton elüvent türü taramasında kullanılmıştır. Keskin bir kokuya sahip olan asetonun molekül formülü C_3H_6O , kaynamaya başladığı sıcaklık 56 °C'dir. Su, etil alkol ve eterle homojen karışım oluşturur.

Di metil sülfoksit (DMS): Çalışmada elüent olarak geri kazanıma etkisi araştırılmıştır. Analitik saflıkta olup yoğunluğu 1,01 g/mL, KN: 189 °C' dir.

Di metil formamit (DMF): Kaynama noktası 153 °C olup yoğunluğu 0,950 g/mL' dir. C_3H_7NO kapalı formülüne sahiptir. Elüent türü taramasında tartrazinin geri kazanımına etkisi araştırılmıştır.

Etanol: C_2H_6O kapalı formülüne sahip, EtOH veya C_2H_5OH olarak da bilinen bir organik bileşiktir. Elüent türü taramasında kullanılmış olup kaynama noktası 79 °C,

yoğunluğu 0,791 g/mL' dir.

Asetonda HCl: Elüent türü taramasında kullanılmış olup 0,01 M HCl içerecek şekilde hazırlanmıştır. Çalışma boyunca elüent olarak kullanılmıştır.

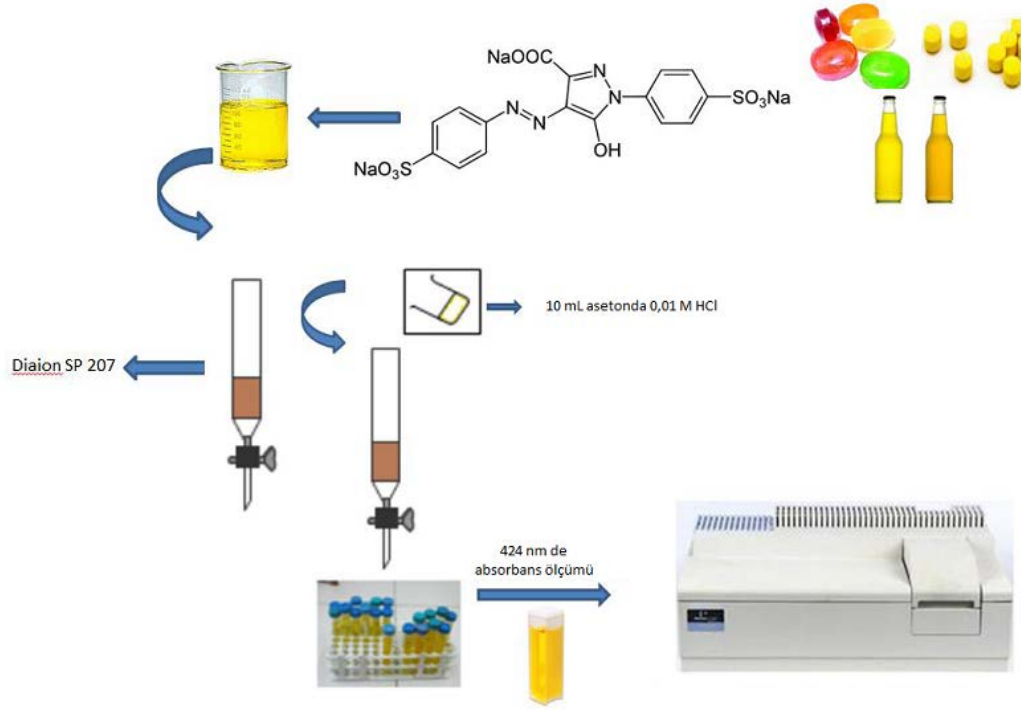
HCl çözeltileri: %37 analitik saflıktaki HCl çözeltisinin öz kütlesi 1,19 g/mL olup Merck marka stok çözeltisinden pH ayarlamak için gereken miktarlarda alınmış ve arı su ile seyreltilerek kullanılmıştır.

NOT: pH 2-4-6-8-10 tamponları laboratuvar stoklarından hazır olarak temin edilmiştir.

3.1.3. Geliştirilen zenginleştirme yöntemi

SP-207 reçinesinde tartrazin boyar maddesinin tayin edilmesi ve zenginleştirilmesi amacıyla geliştirilen bu yöntemde temiz bir behere 100 ppm derişimli tartrazin boyar maddesinden 300 µL ve 1 M HCl çözeltisinden 1250 µL konulup saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak model çözeltiler hazırlanmıştır. Model çözelti SP-207 dolgulu kolondan geçirildikten sonra 10 mL hacmindeki asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilmiştir. Son olarak tartrazinin spektrofotometrik tayini UV/VIS spektrofotometresi ile tayin edilmiştir.

Geliştirilen zenginleştirme yönteminin uygulama basamakları Şekil 3.1 de verilmiştir. Yöntemin optimizasyonu için çeşitli parametreler sırasıyla incelenmiştir.



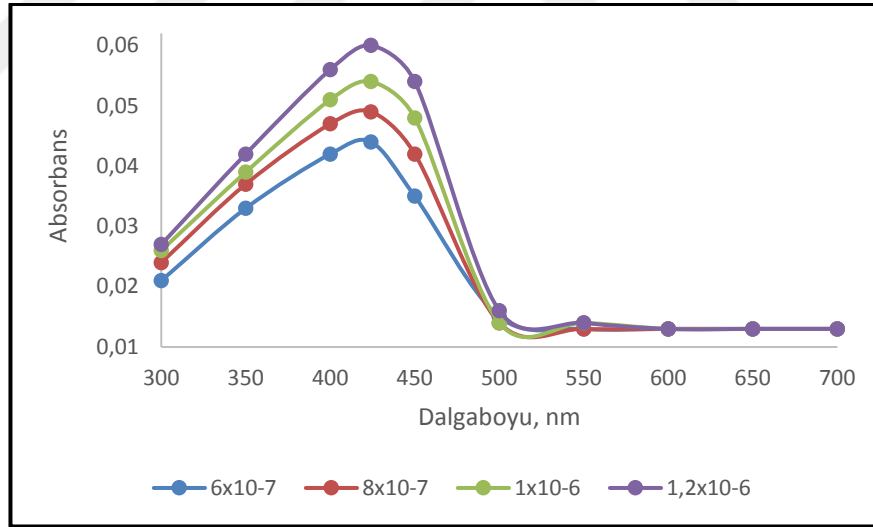
Şekil 3.1. Geliştirilen zenginleştirme yönteminin uygulama basamakları

BÖLÜM 4

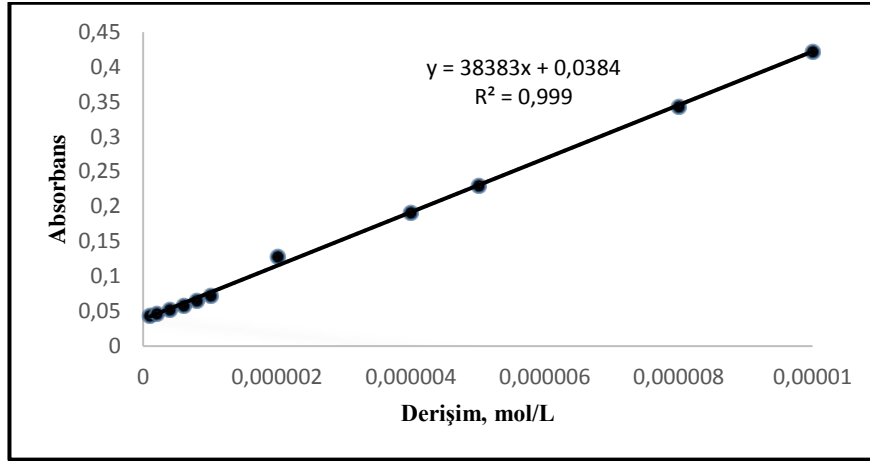
BULGULAR

4.1. Yöntemin Optimizasyonu

Tez çalışmasında analit olan tartrazin boyar maddesinin farklı derişimlerini içeren asetonda 0,01 M HCl' li ortamda hazırlanan standart çözeltilerle çalışarak 300-700 nm aralığında dalga boyu taraması yapılmıştır. Sonuçlar şekil 4.1'de verilmiştir. Tartrazin için çalışılabilecek en yüksek absorbans değerlerinin alındığı dalga boyu olarak 424 nm belirlenmiş ve bu değer bundan sonraki çalışmalarda kullanılmıştır. Çalışmanın devamında asetonda 0,01 M HCl' li ortamda 424 nm de kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur. Kalibrasyon eğrisi şekil 4.2'de verilmiştir.



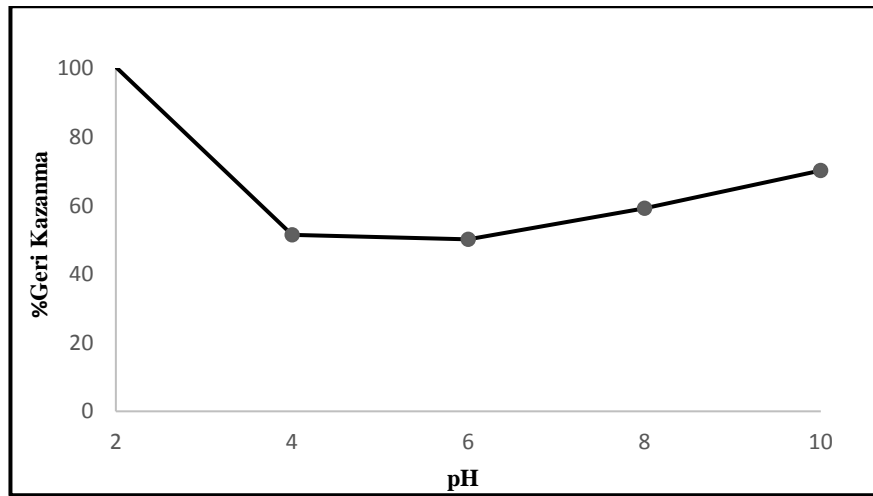
Şekil 4.1. Farklı derişimlerdeki tartrazin çözeltilerine ait dalga boyu taraması



Şekil 4.2. Asetonda 0,01 M HCl ile hazırlanan standart çözeltilerin kalibrasyon eğrisi

4.1.1. pH' nın geri kazanıma etkisi

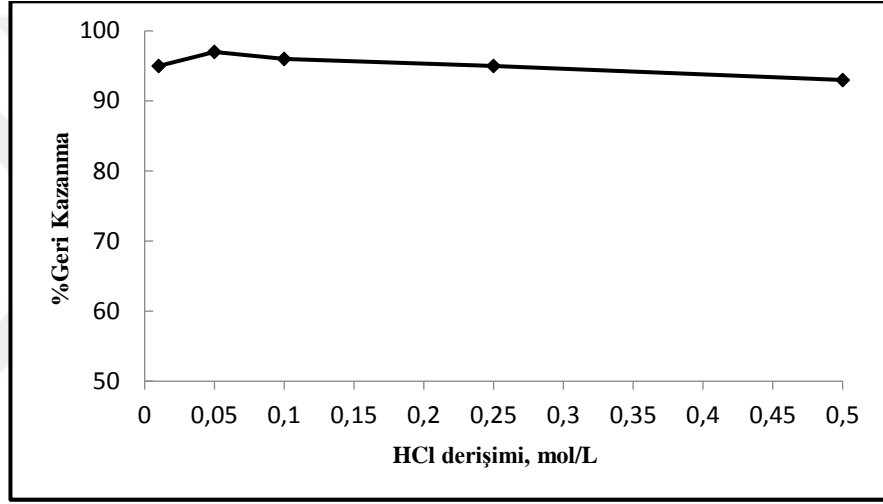
Kolonda tartrazin çözeltisinin tutulması ve elde edilebilmesi, ortamın pH'sından doğrudan etkilenebilmektedir. Bu nedenle SP-207 ile tartrazin boyar maddesinin zenginleştirilmesi ve spektrofotometrik tayinine olan pH etkisi incelenmiştir. İlk olarak tampon çözeltilerin etkisi değerlendirilmiştir. pH 2-10 aralığında araştırılmış ve pH ile geri kazanma verimimin değişimi aşağıda Şekil 4.3'de verilmiştir. Sadece pH 2'de kantitatif sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Daha sonraki çalışmada HCl kullanılarak deneyler yapılmıştır.



Şekil 4.3. Geri kazanıma pH'ın etkisi

4.1.2. Geri kazanıma HCl derişiminin etkisi

Tartrazin boyar maddesinin geri kazanıma deęerlerine HCl derişiminin etkisi incelenmiş ve bu sebeple tartrazin hangi asit derişiminde geri kazanıldığını analiz etmek amacıyla 0,01-0,5 M aralığında HCl derişimi taraması yapılmıştır. Sonuçlara göre, tartrazin boyar maddesi 0,05 M derişimde nicel (%R \geq 96) olarak geri kazanılmıştır. Bundan sonraki çalışmalarda, HCl derişimi 0,05 M olarak belirlenmiştir. HCl derişiminin geri kazanıma etkisi Şekil 4.4' te verilmiştir.



Şekil 4.4. Geri kazanıma HCl derişiminin etkisi

4.1.3. Elüent türünün ve hacminin geri kazanıma etkisi

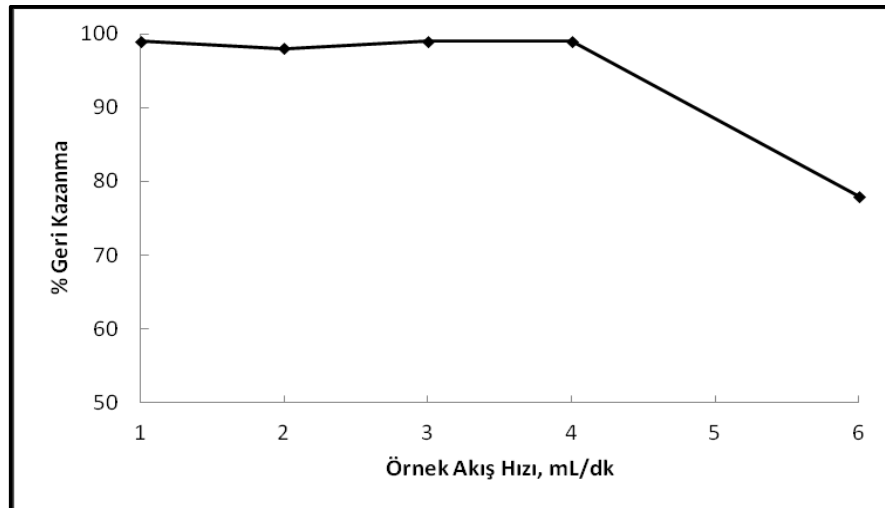
Tartrazin SP-207 dolgulu kolonda tutulduğunda uygun bir elüent ile alınması gerekmektedir. Kantitatif olarak geri kazanımı için elüent kullanımı şarttır. Elüent türü olarak aseton, etil alkol, DMFA, DMS, aseton HCl ve etilalkolde HCl çözeltileri kullanılmış ve bu çözeltilerin geri kazanıma olan etkisi araştırılmıştır. Sonuçlara bakarak çalışma boyunca elüent olarak aseton HCl kullanımına karar verilmiştir. Bu deęerler hesaplanmış şekilde Tablo 4.1'de verilmiştir.

Tablo 4.1.Elüent türünün tartrazinin geri kazanılmasına etkisi (N=3)

Elüent Türü	Elüent Hacmi (mL)	%Geri Kazanma
Aseton	5	80±3
Aseton	10	93±2
Etilalkol	10	53±2
DMFA	5	94±2
DMFA	10	109±3
DMS	10	83±3
Asetonda HCl	5	98±1
Asetonda HCl	10	100±1
Etilalkolde HCl	5	72±3
Etilalkolde HCl	10	96±2

4.1.4. Örnek akış hızının geri kazanıma etkisi

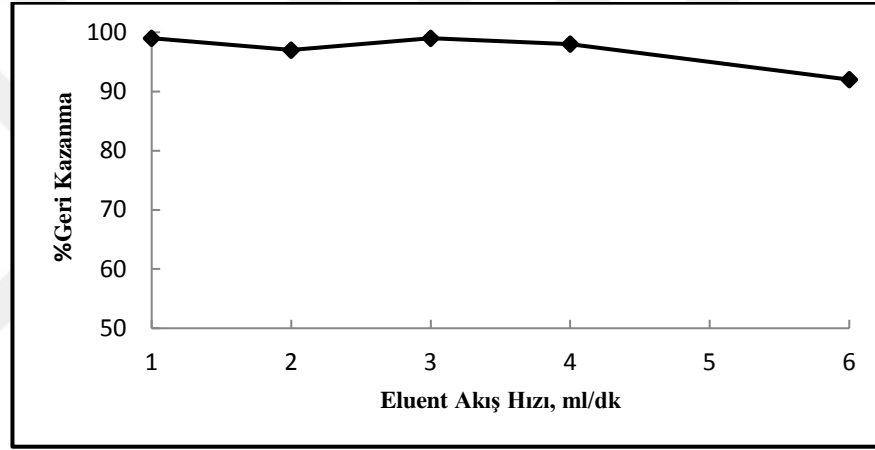
Geri kazanıma örnek akış hızının etkisini değerlendirmek için hazırlanan çözeltiler, akış hızları dakikada 1-6 mL aralığında olan kolondan geçirilerek, kolonda tutunan tartrazin asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilmiştir. Akış hızı ile tartrazinin geri kazanımı sonuçları değerlendirildiğinde akış hızındaki artış ile adsorplamanın düştüğü, akış hızındaki düşüş ise geri kazanım veriminin arttığı görülmektedir. Bu çözeltilerde elde edilen ölçümler ile hesaplanan geri kazanım değerleri Şekil 4.4' deki gibidir.



Şekil 4.5. Örnek akış hızının geri kazanıma etkisi (N=3)

4.1.5. Elüent akış hızının geri kazanıma etkisi

Elüent akış hızının doğru ve etkili bir şekilde ayarlanması kolonda tutulan tartrazin kantitatif geri kazanımı için oldukça önemlidir. Bunun sağlanması için hazırlanan model çözeltiler kolondan belirli bir akış hızı ile geçirilmiştir. Kolonda tutunan tartrazin asetonda 0,01 M HCl ile akış hızı dakikada 1-6 mL olacak şekilde elüe edilmiş ve optimum elüent akış hızı belirlenmeye çalışılmıştır. Şekil 4.6'da elde edilen sonuçlar verilmiştir.



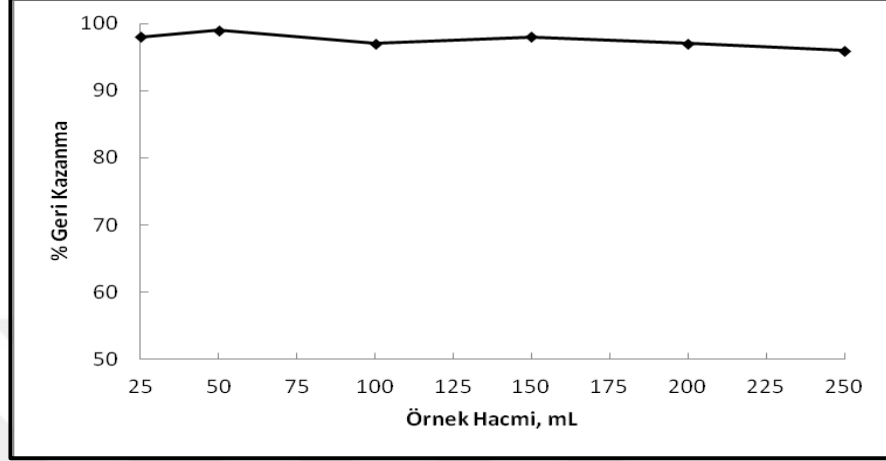
Şekil 4.6. Elüent akış hızının geri kazanıma etkisi

Şekil 4.6' ya bakıldığında elüent akış hızı ile tartrazinin geri kazanımı değişiminde akış hızının artmasının tartrazin adsorpsiyonunun artırdığı, bu durumun da geri kazanım verimini düşürdüğü görülmektedir. 1-4 mL/dk akış hızında kantitatif geri kazanım sağlanmıştır.

4.1.6. Örnek hacminin geri kazanıma etkisi

Optimize edilen koşullarda 25 ile 250 mL arasındaki hacimlerde model çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltilere zenginleştirme işlemi uygulandıktan sonra tartrazinin geri kazanım verimine örnek hacminin etkisi incelenmiştir. Model çözeltiler kolon düzeneğinden geçirildikten sonra 10 mL asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilmiş, bu 10 mL'deki analit derisimleri UV/VIS spektrofotometresi ile tayin edilmiştir. Yöntem 25-

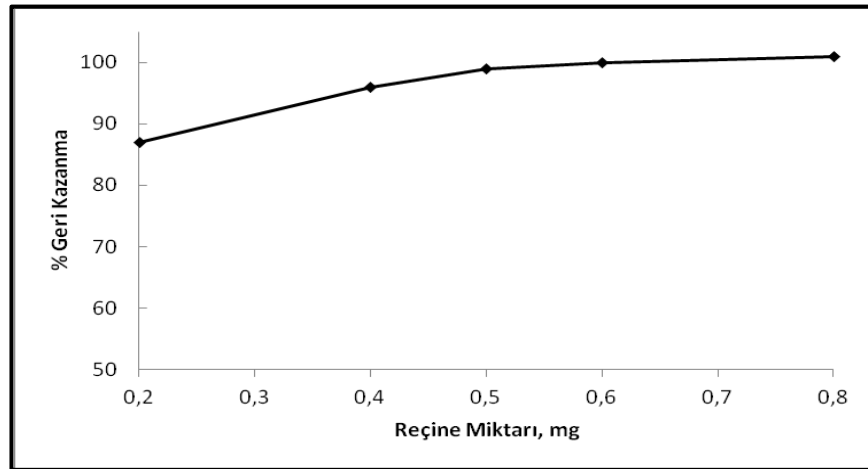
250 mL hacimlerde hazırlanan çözeltilere uygulanmış ve geri kazanımın bütün aralıklarda kantitatif olduğu saptanmıştır.



Şekil 4.7. Tartrazin geri kazanımına örnek hacminin etkisi (N=3)

4.1.7. Reçine miktarının (SP-207) geri kazanıma etkisi

Kolon 0,2 ile 0,8 g arasında değişen miktarlarda reçine içerecek şekilde hazırlanmış ve tartrazinin geri kazanımına etkisi incelenmiştir. 0,5 gramdan sonra kantitatif sonuçlar elde edilmiş ve çalışmanın devamında 0,5 gram reçine kullanılmıştır.



Şekil 4.8. Reçine miktarının (SP-207) geri kazanıma etkisi

4.1.8. Matriks etkileri

Gerçek örneklere yöntemin uygulanmasından önce ortamda var olabilecek bazı boyar maddelerin, bazı eser maddelerin, bazı anyonların ve toprak alkali ve alkali kationlarının katı faz ekstraksiyon metodu ile zenginleştirilen tartrazinin geri kazanımına etkisi araştırılmıştır. Belirli konsantrasyonlarda model çözeltilere eklenen bu türler, kolondan geçirilmiştir. Na^+ , Mg^{2+} , K^+ , Ca^{2+} , NO_3^- , SO_4^{2-} ve CO_3^{2-} iyonlarının bulunduğu çözeltilerde kantitatif olarak tartrazin geri kazanımı sağlanmıştır. Sonuçlar Tablo 4.2.' de verilmiştir.

Ayrıca diğer boyar maddelerin etkisinin incelenmesi ve yöntemin doğruluğunun değerlendirilmesi için matriks etkisine sahip bazı boyar maddeler, aynı parametrelerde değerlendirilerek başarılı bir uygulama gerçekleştirilmiştir. Zenginleştirme işlemi farklı boyar maddeler model çözeltilere eklenerek uygulanmıştır. UV spektrofotometresi kullanılarak tartrazinin tayini gerçekleştirilmiş ve Tablo 4.3'teki sonuçlar elde edilmiştir.

Tablo 4.2. Tartrazinin geri kazanılmasına matriks etkisi (N=3)

İyon	Derişim (mg/L)	EklenenTuz	% Geri Kazanma
Na^+	1000	NaCl	103±2
Mg^{2+}	500	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	97±1
K^+	1000	KCl	101±2
Ca^{2+}	500	CaCl_2	97±2
NO_3^-	100	NaNO_3	100±1
SO_4^{2-}	1000	Na_2SO_4	98±2
CO_3^{2-}	100	Na_2CO_3	101±1

Tablo 4.3. Tartrazinin geri kazanılmasına diğer bazı boyaların etkisi (N=3)

Boya	Derişim (mg/L)	% Geri Kazanma
Allura Red	0,5	97±2
Carmin	0,12	97±1
Brillant Blue	0,12	99±2
Carmoisine	0,5	102±3
Lime Green	0,12	100±1

Tablo 4.3'ten anlaşılacağı gibi tartrazin tabloda verilen değerlerdeki boyaların varlığında kantitatif olarak tayin edildiği görülmüştür.

4.1.9. Yöntemin analitik performansı

Analit iyonlarının gözlenebilme sınırını analiz etmek amacıyla 15 paralel 25 mL kör örneğe geliştirilmiş olan yöntem uygulanmış, son hacim 10 mL' ye tamamlanarak 1×10^{-7} - 1×10^{-5} mol/L aralığındaki kalibrasyon standartlarına karşı UV/VIS spektrofotometresi ile absorbans değerleri okunmuştur. Kör değerlerin standart sapmasının üç katını esas alan gözlenebilme sınırı değeri hesaplanmış ve 3,52 µg/L olarak bulunmuştur.

Metodun ilaç örneklerine uygunluğu test etmek için, tartrazin içeren bir ilaç örneğine analit ilavesi uygulaması gerçekleştirilmiştir. Bunun için bir tablet ilaç örneği toz haline getirilmiş ve 25 ml su eklenerek çözelti elde edilmiştir. Örnekler tam olarak çözünmediğinde homojen çözelti haline getirilmek için süzgeç kağıdından süzülmüş, pH ayarlanarak model çözeltiler hazırlanmıştır.

Model çözeltiler hazır olduğunda tartrazin çözeltilerinden 10, 20, 40 µg şeklinde eklemeler yapılarak her bir örnek için 6 paralel uygulanmış, en son 50 mL' ye tamamlanan çözeltiler kolondan geçirilerek asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilmiştir. UV/VIS spektrofotometresi kullanılarak ölçümler yapılmış ve kantitatif sonuçlar elde edilmiştir. Sonuçlar Tablo 4.4' te yer almaktadır.

Tablo 4.4. Tartrazin içeren ilaç örneğine analit ilavesi uygulaması (N=3)

Analit	Eklenen (µg)	Bulunan (µg)	% Geri Kazanma
Tartrazin	0	11,7±1,4	-
	10	21,9±1,3	98±0
	20	33,0±0,9	97±1
	40	52,9±3,4	95±3

4.1.10. Gerçek örneklerin analizi

Geliştirilen yöntem çeşitli gerçek örneklerle uygulanmıştır. Bu örnekler; pasta süsü (A), sarı renkli lokum (B), yeşil renkli lokum (C), muz aromalı puding (D), şeftali aromalı toz içecek (E), limon aromalı toz içecek (G) ve üç adet ilaç (H, K, L) şeklindedir.

4.1.10.1. Gerçek örneklerin analize hazırlanması

Geliştirilen yöntem ile tartrazin boyası içeren çeşitli toz içecek, kuş lokumu ve çeşitli ilaç örneklerinin analizi gerçekleştirildi. Örnekler, Nevşehir'deki çeşitli marketlerden temin edildi.

- **Pasta Süsü(A):** 0,5 gram numune tartılıp havanda dövülerek toz haline getirilmiş, 25 mL saf su eklenerek baget ile karıştırılıp çözünmesi sağlanmıştır. Daha sonra süzme işlemi yapılmış bu işlem çözelti homojen hale gelinceye kadar tekrar edilmiştir. Numuneler 4 mL pasta süsü, 1250 µL HCl (0,05 M 'ı koruyacak şekilde) ilave edilip ve saf su ile 25 mL ye tamamlanarak hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VİS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.
- **Sarı Lokum (B):** 1,0 g lokum numunesi tartılıp küçük parçacıklar haline getirilerek 50 mL saf suda çözülmüştür. Çözünme işlemi tamamlanınca çözelti homojen bir görüntü alıncaya kadar süzme işlemi yapılmıştır. Model çözeltiler 10 mL B numunesi üzerine 1250 µL HCl (0,05 M' ı koruyacak şekilde) ilave edilip saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.
- **Yeşil Lokum (C):** 1,0 g örnek tartıldıktan sonra 50 mL saf su ilave edilerek çözdürülmüştür. Çözeltinin homojen olması için süzme işlemi yapılmış, bu sayede safsızlıklar giderilmiştir. Model çözeltiler 10 mL C maddesi, 1250 µL HCl (0.05 M'ı koruyacak şekilde) karıştırılıp arı su ile 25 mL' lik hacme tamamlanarak hazırlanmıştır. Sonrasında bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VİS

spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.

- **Muzlu Puding(D):** 0,5 g örnek tartılarak 25 mL saf suda çözdürülmüştür. Ve süzme işlemi yapılarak homojen bir karışım elde edilmiştir. Hazırlanan çözeltilerden 4 mL alınıp, üzerine 1250 µL HCl (0,05 M' ı koruyacak şekilde) eklenerek saf su ile 25 mL ye ayarlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.
- **Şeftali Aromalı Toz İçecek (E):** 0,5 g örnek tartılarak 25 mL saf suda çözülmesi sağlanmıştır. Homojen bir karışım elde edene kadar süzme işlemi yapılmıştır. Hazırlanan çözeltilerden 1 mL alınarak üzerine 1250 µL HCl (0,05 M 'ı koruyacak şekilde) ilave edilip, saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.
- **Limon Aromalı Toz İçecek(G):** 0,5 g örnek tartılarak 25 mL saf suda çözünmesi sağlanmıştır. Çözeltinin homojen olması için süzme işlemi yapılmıştır. Elde edilen çözeltilerden 2 mL alınıp üzerine 1250 µL HCl (0,05 M 'ı koruyacak şekilde eklenip saf su ile 25 mL' ye tamamlanmış ve model çözelti hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.
- **Tetra (H):** 0,7 g' lık kapsül tartılarak 25 mL saf suda çözülmüştür ve süzme işlemi yapılmıştır. Hazırlanan bu çözeltilerden 0,5 mL alınıp üzerine 1250 µL HCl (0,05 M' ı koruyacak şekilde) ilave edilip saf su ile 25 mL tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.
- **Nörofen(K):** 0,1 g kapsül tartılıp üzerine eklenen 25 mL su ile çözelti hazırlanmış ve saflaştırmak için süzme işlemi yapılmıştır. Çözeltiden 3 mL alınıp üzerine 1250 µL HCl (0,05 M' ı koruyacak şekilde) eklenip saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak

model çözeltiler hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonunda 0,01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.

- **Aferi-n (L):** 0,4 gramlık tablet tartılarak 25 mL saf suda çözülmüştür. Homojen bir görünüm elde edebilmek için süzme işlemi yapılmıştır. Hazırlanan homojen karışımdan 1 mL alınıp üzerine 1250 µL HCl (0.05 M' ı koruyacak şekilde) ilave edilmiş ve saf su ile 25 mL' ye tamamlanarak model çözelti hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kolondan geçirilmiş ve asetonunda 0.01 M HCl ile elüe edilip 10 mL olacak şekilde tüpte toplanmıştır. Örnekler UV-VIS spektroskopisinde standartlara karşı okunmuştur.

Tablo 4.5. Analizi yapılan örneklerin tartrazin içerikleri (N=4)

Tartrazin İçeren Örnekler	Derişim (µg/g)
Pasta Süsü (A)	150,5±14,7
Sarı Renkli Türk Lokumu (B)	36,1±2,3
Yeşil Renkli Türk Lokumu (C)	24,8±13,3
Muz Aromalı Puding (D)	35,3±5,2
Şeftali Aromalı Toz İçecek (E)	1349,6±157,3
Limon Aromalı Toz İçecek (G)	385,6±11,0
İlaç (H)	5433,1±479,4
İlaç (K)	499,7±79,8
İlaç (L)	869,9±7,0

BÖLÜM 5

TARTIŞMA VE SONUÇ

Zenginleştirme yöntemleri ile birlikte karmaşık matrisler içinde düşük miktarlarda bulunan analitler, içinde buldukları fazdan ayrılarak hacimce daha küçük ve analiz için daha elverişli olan yeni bir faza alınır. Böylece hem maddenin bozucu ortam bileşenlerinden ayrılması sağlanmış olur hem de daha küçük hacme alındığı için deriştirilmiş olur.

Çalışmada; bazı gıda örneklerinde bulunan tartrazin boyar maddesinin tayini için katı faz ekstraksiyonunu kullanılarak bir ayırma ve zenginleştirme yöntemi tasarlanmış ve spektrofotometrik olarak tayini gerçekleştirilmiştir. Adsorban yani katı faz olarak SP-207 reçinesi kullanılarak yeni bir katı faz ekstraksiyon yöntemi geliştirilmesi hedeflenmiştir.

Yöntemin uygulanmasında tartrazinin spektrofotometrik analizinde çeşitli toz içecek örnekleri, toz puding, kuş-lokumu ve bazı ilaç kapsülleri kullanılmıştır. Tartrazinin spektrofotometrik tayini için uygun ortam şartları model çözeltiler kullanılarak optimize edilmiştir. Tartrazin boyar maddesinin, kolona katı faz olarak yerleştirilen SP-207 reçinesine tutunması sağlanmış ve asetonda 0,01 M HCl ile elüsyon işlemi yapılmış, çözeltide bulunan tartrazin boyar maddesi UV/VIS spektrofotometresi ile kantitatif olarak tayin edilmiştir.

Çalışmada geliştirilen zenginleştirme yönteminde incelenen analitik parametreler; pH, elüent türü, elüent derişimi, hacmi ve akış hızı, örnek akış hızı ve hacmi, HCl derişimi, SP-207 reçinesi miktarı, diğer boyaların etkisi ve matris etkileridir. Analitin nicel analizleri için analitik kriter olarak %95 geri kazanma değeri alt sınır olarak belirlenmiş, geri kazanma (% R) değeri yöntemin en iyi şekilde uygulanması için incelenen faktörlerin değerlendirilmesinde ölçü olarak kullanılmıştır. Geri kazanma değeri; analiz ile bulunan adsorbans derişiminin teorik olarak hesaplanan derişime oranının yüzdesi olarak ifade edilmiştir.

Tartrazin boyar maddesinin spektrofotometrik tayinini gerçekleştirebilmek için dalga boyu taraması yapılmış ve bunu için tartrazin ile değişik derişimlerde ve 300-700 nm

dalga boyu aralığında çalışılmıştır. Tartrazin için en iyi dalga boyu 424 nm olarak saptanmıştır.

Katı faz ekstraksiyonu yönteminin uygulanmasında analitin kolonda tutunması için pH aralığı çok önemlidir. Bunun için ilk olarak pH etkisi incelenmiş, geri kazanma değerlerinin pH ile değişimi Şekil 4.3'te verilmiştir. Bu çalışmada model çözeltiliye eklenen tartrazin 30 µg' dır. Her bir örnek pH 2-10 aralığında incelenmiş ve elde edilen sonuçlara göre tartrazin boyar maddesinin pH 2'de nicel olarak (%R≥95) geri kazanıldığı görülmüştür. Daha sonra HCl ortamında deneyler tekrarlanarak HCl derişiminin etkisi 0,01-0,5 M aralığında incelenmiş çalışmanın devamında geri kazanımın kantitatif olduğu derişim olan 0,05 M HCl ile çalışılmaya karar verilmiştir.

SP-207 reçinesi dolgulu kolonda tartrazin boyar maddesinin tutunmasına elüent türü, elüent derişimi ve elüent hacminin etkisini araştırmak için Tablo 4.1'de verilen elüentler kullanılarak tartrazin boyar maddesi için geri kazanma değerleri hesaplanmıştır. Burada organik çözücüler kullanılmasının sebebi, tartrazin boyar maddesinin organik bir madde (azo boyar madde) olması nedeniyle organik çözücülerde daha iyi çözünecek olmasıdır. Tablodan görüldüğü gibi tartrazin boyar maddesi 10 mL asetonda 0,01 M HCl çözeltisi ile nicel olarak geri kazanılmıştır. Ancak 10 mL aseton, etil alkol, DMFA, DMS ve etil alkolde 0,01 M HCl kullanıldığında ise nicel bir sonuç alınamamıştır.

En zaman alıcı yöntem basamağı ise örneğin kolondan akış hızının geri kazanıma etkisinin incelenmesidir. Bu amaçla optimum şartlarda hazırlanan model çözeltiler 1,0-6,0 mL/dk arasında değişen hızlarda kolondan geçirilmiştir. Şekil 4.5'te belirtilen sonuçlara bakıldığında örnek akış hızı 1,0-4,0 mL/dk aralığında olduğunda tartrazin boyar maddesi nicel olarak geri kazanılmaktadır.

Elüent akış hızının tartrazin boyar maddesinin geri kazanılmasına etkisi yine aynı aralıkta incelenmiştir. Şekil 4.6'te verilen sonuçlara göre 1,0-4,0 mL/dk arasında tartrazin boyar maddesi nicel olarak geri kazanılırken, 6 mL/dk'da ise nicel bir sonuç alınamamıştır.

Örnek hacminin geri kazanıma etkisinin incelendiği basamak zenginleştirme yöntemi açısından çok önemlidir. Örnek hacminin geri kazanmaya etkisi 25-250 mL aralığında incelenmiş, Şekil 4.7'de verilen sonuçlar elde edilmiştir. Çalışılan hacim aralığında

tartrazin boyar maddesi hacimden etkilenmeyerek nicel olarak geri kazanılmıştır.

Tartrazin boyar maddesini içeren model çözelti ortamında girişimi etkileyen farklı matriks bileşenleri bulunmaktadır. Girişimi etkileyebileceği düşünülen bu bileşenler model çözeltilere ilave edilmiş ve ortamda bulunabilecek bazı boyar maddelerin, bazı eser maddelerin, bazı anyonların ve toprak alkali ve alkali katyonlarının katı faz ekstraksiyon metodu ile zenginleştirilen analit iyonlarının geri kazanım değerlerine etkisi incelenmiştir. Belirli derişimlerde model çözeltilere eklenen bu türler, kolondan geçirilmiştir. Na^+ , Mg^{2+} , K^+ , Ca^{2+} , NO_3^- , SO_4^{2-} ve CO_3^{2-} iyonlarının bulunduğu çözeltilerde kantitatif olarak tartrazin geri kazanımı sağlanmıştır. Sonuçlar Tablo 4.2’de verilmiştir. Tablo incelendiğinde model çözeltilere ilave edilen bu bileşenlerin kantitatif geri kazanım değerlerini etkilemediği gözlenmektedir.

Ayrıca boyaların nicel olarak geri kazanılması için kullanılan SP-207 reçine miktarıda önemli bir faktördür. Reçine miktarı 0,2-0,8 g olacak şekilde kolon hazırlanarak model çözeltiler kolondan geçirilmiş ve sonuçlar Şekil 4.8’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde SP-207 reçinesi miktarı 0,5-0,8 g aralığında tartrazin boyar maddesi için nicel (%R \geq 96) olarak geri kazanılmıştır. SP-207 reçinesi miktarı 0,5 g olarak belirlenmiştir.

Çalışmanın bu noktasına kadar elde edilen bilgiler örneklerdeki tartrazin tayini için mini kolonla zenginleştirme yönteminin uygun olduğunu göstermektedir. Bu nedenle sunulan yöntemin doğruluğunu test etme amacı ile ilaç örneklerine ekleme yapılmıştır. Yöntemin analitik performansı; Tablo 4.4’te görülmektedir. Geri kazanım (%R) değerleri %95-100 arasında olduğu sonuçlarda verilmektedir. Kantitatif sonuçlar elde edilmesi yöntemin doğruluğunu göstermektedir

Gerçek örnek çalışmalarında farklı toz içecekler, hazır puding, kuş-lokumu ve ilaçlarda tartrazin miktarları belirlenmiştir. Elde edilen değerler Tablo 4.5’te verilmiştir.

Sonuç olarak geliştirilen yöntem ile eser düzeyde bulunan tartrazin zenginleştirilmiş, bozucu ortam bileşenlerinden de kurtarılarak ayrılmıştır. Ayrılan tartrazin UV/VIS spektrofotometresiyle 424 nm’ de tayin edilmiştir. Geliştirilen yöntemin iyi bir ayırma-zenginleştirme yöntemi olduğu ve spektrofotometrik olarak tayin edilebileceği, farklı gıda ve ilaç örneklerine başarılı bir şekilde uygulanabileceği görülmüştür.

6. KAYNAKLAR

1. Vural, V., “Besin Analizleri”, yayın no:69, *Eczacılık Fakültesi*, Ankara, s. 146-147, 1992.
2. Aycan, H. Ş., Orhan, T. Y., Kaymakçı, G., “Determination of the 8th Grade School Students’ Awareness of Food Dye with the Use of Spectrophotometer”, *JOTCSC*, 4(1), 1-14, 2019.
3. Moutinho, I., Bertges, L., Assis, R., “Prolonged use of the food dye tartrazine (FD&C yellow n°5) and its effects on the gastric mucosa of Wistar rats”, *Braz. J. Biol.*, 67(1): 141-145, 2007.
4. Wawrzkievicz, M., Hubicki, Z., “Removal of tartrazine from aqueous solutions by strongly basic polystyrene anion Exchange resins”, *Journal of Hazardous Materials*, 164, 502-509, 2009.
5. Bişgin, T. A., Uçan, M., Narin, İ., Soylak, M., “A Comparative Study for Separation, Preconcentration and Determination of Tartrazine (E 102) in Soft Drink Samples by Two Kinds of Amberlite Resins”, *Food Anal. Methods*, 8, s. 2141-2149, 2015.
6. Topsoy H., “Bazı şekerli gıdalara katılan sentetik boyaların miktar tayini”, *Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, s. 75, Ankara, 1990.
7. Yavuz, O., Aksoy, A., “Örnek Hazırlamada Katı Faz Ekstraksiyonu Metodu”, *F.Ü. Sağlık Bil. Dergisi*, 20(3), s. 259-269, 2006.
8. Soylak, M., Elci, L., Dogan, M. “Solid phase extraction of trace metal ions with amberlite XAD resins prior to atomic absorption spectrometric analysis”, *Journal of Trace and Microprobe Techniques*, 19 (3), s.329-344, 2001.
9. Yalçın, İ., “Farmasötik Kimya Pratikleri”, *Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi*, s. 17-63, 2004.
10. Zaganiaris, E.J., “Ion Exchange resins in uranium hydrometallurgy” *Books on Demand GmgH*, s. 19-21, Paris, 2009.
11. Başçı, N. E., “Beta Blokorlerin Kromatografik Analizi” *Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi*, Ankara, 1993.

12. Ettre, L. S., “Appendix 12 a. Nomenclature Chromatography (IUPAC Recommendations)”, *Encyclopedia of Separation Science*, s. 4712-4753, 1993.
13. Yenidođan, S., “Matbaa M¼rekkeplerinde Kullanılan Renklendirici Maddeler ve Analizleri iin Kromatografik Y¼ntemlerin Geliřtirilmesi”, *Marmara niversitesi Fen Bilimleri Enstit¼s¼, Doktora Tezi*, s. 99, İstanbul, 2005.
14. Karakař, B., Certel, M., “Kapiler Elektroferez Tekniđi ve Gıda Analizlerinde Kullanım Olanakları- Tahıl Proteinlerinin Analizine Getirdiđi Aılımlar”, *T¼rkiye 9. Gıda Kongresi*, s. 361-362, Bolu, 2006.
15. G¼ng¼r, A., “Bazı Katyonların Katı- Sıvı Ekstraksiyonu”, *Balıkesir niversitesi Fen Bilimleri Enstit¼s¼, Y¼ksek Lisans Tezi*, s. 53, Balıkesir, 2000.
16. B¼y¼ktuncel, E., “Geliřmiř Ekstraksiyon Teknikleri I”, *Hacettepe niversitesi Eczacılık Fak¼ltesi Dergisi*, 32(2), s. 209-242, 2012.
17. Baltussen, E., Janssen, H. G., Sandra, P., Cramers, C. A., “A Novel Type of Liquid-Liquid Extraction for the Preconcentration of Organic Micropollutants from Aqueous Samples: Application to the Analysis of PAH’s and OCP’s in Water”, *J. High Resol. Chromatogr.*, vol. 20, Temmuz, 1997.
18. Manzoori, J. L., Bavili-Tabrizi, “A.Cloud point preconcentration and flame atomic absorption spectrometric determination of Cd and Pb in human hair”, *Analytica Chimica Acta.*, vol. 470, s. 215-221, 2002.
19. Sirimanne, S. R., Barr, J. R., Patterson, D. G., “Cloud-Point Extraction and Capillary Electrochromatography:An Approach for the Analysis of Selected Environmental Toxicants in Spiked Human Serum”, *J. Microcolumn Separations* , 11(2), 109-116, 1999.
20. Berrueta, L. A., Gallo, B., Vicente, F., “A Review of Solid Phase Extraction: Basic Principles and New Developments”, *Chromatographia*, 40 (7/8), Nisan, 1995.
21. Zwir-Ferenc, A., Biziuk. M., “Solid Phase Extraction Technique – Trends, Opportunities and Applications”, *Polish J. of Environ. Stud.*, 15 (5), s. 677-690, 2006.
22. Camel. V., “Solid phase extraction of trace elements”, *Spectrochimica Acta Part B*, 58, s. 1177–1233, 2003.

23. Andrade-Eiroa, A., Canle, M., Leroy-Cancellieri, V., Cerdà, V., “Solid-phase extraction of organic compounds: A critical review. part ii”, *Trends in Analytical Chemistry*, 80, s. 655-667, 2016.
24. Płotka-Wasyłka, J., Szczepan´ska, N., Guardia, M., Namies´nik, J., “Modern trends in solid phase extraction: New sorbent media”, *Trends in Analytical Chemistry*, 77, s. 23-43, 2016.
25. Soylak, M., Topalak, Z., “Enrichment-separation and determinations of cadmium(II) and lead(II)-1-phenyl-1H-tetrazole-5-thiol chelates on Diaion SP-207 by solid phase extraction-flame atomic absorption spectrometry”, *Arabial Journal of Chemistry*, 8(5), 720-725, 2015.
26. Boğa, A., Binokay, S., “Gıda Katkı Maddeleri ve Sağlığımıza Etkileri”, *Çukurova Üniversitesi Tıp Fakültesi, Fizyoloji Anabilim Dalı*, 19, s. 141-146, Adana, 2010.
27. Asero, R., “Multiple intolerance to food additives”, *J. Allergy Clin. Immunol.*, 110, s. 531-532, 2002.
28. Atlı, B., “Gıda Boyaları”, *Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, s. 3, Tekirdağ, 2010.
29. Yentür, G., Karakaya, A. E., “Kullanımı Yasaklanan Aromatik Azo Yapısındaki Gıda Boyalarının Bazı Gıda Maddelerinde Araştırılması”, *Gazi Üni. Ecz. Fak. Farmasötik Toksikoloji Anabilim Dalı*, 10(6), s. 371, Ankara, 1985.
30. Karaali, A., Özçelik, B., “Gıda Katkısı Olarak Doğal ve Sentetik Boyalar”, *Gıda*, 18(6), s. 389-396, 1993.
31. Erkan-Koç, B., Türkyılmaz, M., Özkan, M., “Siyah Havuç Suyu Konsantresinin Akide Şekerlerinde Renklendirici Olarak Kullanılması ve Monomerik Antosiyaninlerin Depolama Stabilitesinin Belirlenmesi”, *Akademik Gıda*, 10(1), s. 30-39, 2012.
32. Özcan, M., Akgül, A., “Gıdalar İçin Doğal Renk Maddeleri-II”, *Gıda*, 20(6), s. 365-369, 1995.
33. Sasaki, Y. F., Kawaguchi, S., Kamaya, A., Ohshita, M., Kabasawa, K., Iwama, K., ... & Tsuda, S., “The comet assay with 8 mouse organs: results with 39 currently used food additives”, *Mutation Research/Genetic Toxicology and Environmental*

Mutagenesis, 519(1), 103-119, 2002.

34. Bhatt, D., Vyas, K., Singh, S., John, P. J., Soni, I., “Tartrazine induced neurobiochemical alterations in rat brain sub-regions”, *Food and Chemical Toxicology*, 113, s. 322–327, 2018.
35. Yırtıcı, Ü., “Tartrazinin *Cyprinus caprio*'daki genotoksik etkisinin mikronükleus yöntemiyle araştırılması” *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, Kayseri, 2007.
36. Güneş, B., “Tartrazinin İnsan Periferik Lenfositlerindeki In Vitro Sitotoksikite ve Genotoksikite” *Ordu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoloji Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi*, Ordu, 2016.
37. Altınığne, N., “Bazı Şekerlemeler ve Yapay Toz İçeceklerdeki Diazo Boyar Madde Olan Sunset Yellow FCF İle Tartrazin Miktar Tayinlerinin Voltametrik Ve Spektrofotometrik Metot Karşılaştırması”, *Gıda Dergisi*, 24(2), s. 139-143, 1999.
38. Berzas, J. J., Flores, J. R., Llerena, M. V., Farinas, N. R., “Spectrophotometric resolution of ternary mixtures of Tartrazine, Patent Blue V and Indigo Carmine in commercial products”, *Analytica Chimica Acta*, 391(3), 353-364, 1999.
39. Dinç, M., “Gıdalara Katılan Bazı Suda Çözünen Sentetik Boyaların Belirlenmesi”, *Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, s. 5-65 Tekirdağ, 2007.
40. Fu-hua, P. Z. P. F., “Determination of tartrazin poncean 4R and brilliant blue from puffed food by using HPLC” *J. Food & Machinery*, 3, s. 42, 2007.
41. Tekeli, H. T., “Bazı Gıdalarda Azorubine, Ponceau 4R ve Brilliant Blue'nun Spektrofotometrik Yöntemle Yan yana Tayini”, *Marmara üniveristesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, İstanbul, 2008.
42. Turabik, M., “Adsorption of basic dyes from single and binary component systems onto bentonite: simultaneous analysis of basic red 46 and basic yellow 28 by first order derivative spectrophotometric analysis method”, *Journal of hazardous materials*, 158, s. 52-64, 2008.
43. Anibal, C., Odena, M., Ruisánchez, I., “Determining the adulteration of spices with Sudan I-II-III-IV dyes by UV-visible spectroscopy and multivariate classification

- techniques”, *Talanta*, 79(3), s. 887-892, 2009.
44. Bueno, M. J. M., Herrera, S., Ucles, A., Dolres, M., “Determination of malachite green residues in fish using molecularly imprinted solid phase extraction followed by liquid chromatography-linear ion trap mass spectrometry”, *Analitica Chimica Acta*, 665, s. 47-54, 2010.
 45. Cihan, H. Z., “Karbon Nanotüp Üzerinde Boyar Madde Zenginleştirilmesi ve Spektrofotometrik Tayini”, *Erciyes Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, s. 40-43, 2011.
 46. Soylak M., Unsal Y.E., Yılmaz E., “Determination of rhodamine B in soft drink, waste water and lipstick samples after solid phase extraction”, *Food and Chemical Toxicology* 49 (8), s. 1796-1799, 2011.
 47. Nazik, H., “Bir toz içecek numunesinde bulunan renk maddelerinin spektrofotometrik yöntemle simultane tayini”, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, Isparta, 2012.
 48. Ünsal, Y. E., Tuzen, M., Soylak, M., “Separation and preconcentration of Sudan Blue II using membrane filtration and UV-visible spectrophotometric determination in river water and industrial waste water samples” *Journal of AOAC International*, 98(1), s. 213-217, 2015.
 49. Hashem, E. Y., Saleh, M. S., Al-Salahi, N. O., Youssef, A. K. “Advanced Spectrophotometric Analysis of Sunset Yellow Dye E110 in Commercial Food Samples” *Food Analytical Methods*, 10(4), s. 865-875, 2017.
 50. Yiğit, H., İnanç, A. L., “Açıkta ve Ambalajlı Olarak Satışa Sunulan Kırmızı Biberlerde Sentetik Boya Varlığı”, *Akademik Gıda*, 15(3), s. 261-268, 2017.
 51. Ertokuş, G. P., “Bir içecek numunesindeki renklendiricilerin ultraviyole spektrofotometri yöntemi ile elde edilen sonuçların kemometrik metotlar ile hesaplanması”, *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 22(3), s. 898-906, 2018.

ÖZGEÇMİŞ

Nazan Duru 1987 yılında Mersin’de doğdu. İlk ve orta öğrenimini Mersin’de tamamladı. 2007’de kazandığı Niğde Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümünden 2012 yılında mezun oldu. Aynı yıl Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Ana Bilim Dalında Yüksek Lisansa başladı. 2013’te kazandığı Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi formasyon programını tamamladı. Şu an evli ve KPSS’ ye hazırlanıyor.

Adres: Cumhuriyet mahallesi, 501. Sokak, no:8

50500 – Avanos/ Nevşehir

Telefon: 0 530 373 37 04

e-posta : n.syr_33@hotmail.com

