

Kırınım Yöntemi Kullanılarak Zeytinyağındaki Taşışın Belirlenmesi

Detection of Olive Oil Adulteration Using Diffraction Method

Çağın Ekici, Mehmet Salih Dinleyici

Elektrik ve Elektronik Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi
İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü
caginekici@iyte.edu.tr, salihdinleyici@iyte.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, faz kırınım yöntemi kullanılarak gıda sanayisindeki büyük sorunlardan biri olan zeytinyağındaki taşışın belirlenmesi amaçlanmıştır. Örnek sıvı içerişine ideal geometriye sahip fiber optik batırılarak lazer ışığının kırırmını incelenmiştir. Kırınım alanının matematiksel ifadesi Fresnel kırınım teorisine göre nümerik olarak hesaplanmıştır. Matematiksel modelleme, deneyler sonucunda elde edilen normalleştirilmiş kırırmın deseniyle karşılaştırılmış, sıvının kırıcılık indisi tahmin edilmiştir. Kırınım yönteminin sıvının kırıcılık indisi tahminindeki yüksek hassasiyeti rolü (10^{-5} mertebedesindeki) zeytinyağındaki taşışın belirlenmesine imkan sağlamıştır.

Abstract

In this study, olive oil adulteration which is the big concern for food industry, is aimed to detect by using phase diffraction method. Ideal geometric fiber optic is immersed in sample liquid, diffracted laser light is examined. The mathematical expression of the diffracted field is evaluated numerically according to the Fresnel diffraction theory. Mathematical model is compared to normalized experimental result in order to estimate refractive index. The high precision role of diffraction method (order of 10^{-5}) in order to estimate refractive index of the liquid is provided opportunity to detect olive oil adulteration.

1. Giriş

Kırıcılık indisi bir materyalin en önemli optik özelliklerinden biridir. Kırıcılık indisinin doğru olarak ölçülmesi fizikal ve kimyasal uygulamalarda kritik bir rol oynar. Sıvıların kırıcılık indislerinin ölçülmesi için bazı teknikler geliştirilmiştir. Girişim ölçer bazlı yöntemler [1], kırınım ağı bazlı metotlar [2], uzun periyotlu fiber Bragg ızgarası [3] ve faz difraksiyon yöntemi [4] bunlardan bazılarıdır. Bu tekniklere ek olarak Abbe kırınım ölçerler standart olarak kullanılmaktadır.

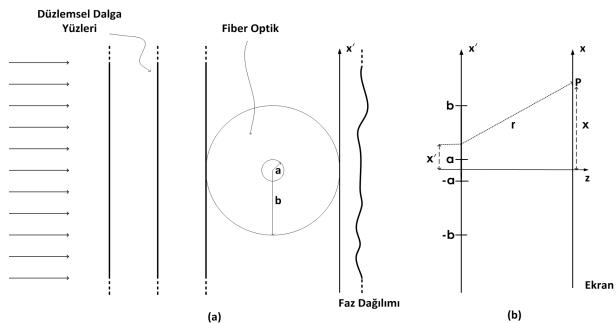
Zeytinyağı taşışı gıda sanayisindeki büyük sorunlardan biridir. Zeytinyağındaki taşışın belirlenmesi için kullanılan yöntemler uzun periyotlu fiber Bragg ızgarası [5], Abbe kırınım ölçer bazlı [6] ve kemometrik ile tayfölcümü [7,8] olarak sınıflandırılabilir. Ref. 5 ve 6'da belirtildiği gibi zeytinyağının kırıcılık indisindeki değişimler taşışın belirlenmesine olanak sağlar.

Bu çalışmada faz kırınım yöntemi kullanılarak, fiber optikin etrafını sarı çiçek oranlardaki zeytinyağı ve ayaçık yağı içeren sıvıların kırıcılık indisi tahmin edilip, zeytinyağındaki taşışın belirlenmesi hedeflenmiştir. Önerilen yöntem faz

değişikliklerini baz aldığından ortamda sıvının kırıcılık indisini değişimine son derece duyarlıdır ve ölçüm düzeneğindeki pratiklik nedeniyle ticari bir ürüne dönüştürülebilecek potansiyeli taşımaktadır.

2. Teorik Yaklaşım

Teorik yaklaşım düzlemsel dalga yüzlerinin belirli kısımlarının ani faz değişimleri sonucunda oluşan kırırmını baz alır. Şekil 1(a)'da görüldüğü üzere tek renkli düzlemsel dalga yüzleri kademeli fiber optikle karşılaşıp, fiber optik boyunca ilerler ve faz dağılımı oluştururlar. Bu faz dağılımı üzerindeki her nokta Huygens prensibine göre sanal bir noktasal kaynak olarak nitelendirilebilir.



Şekil 1. (a) Düzlemsel dalganın fiber optik üzerinden geçmesi, (b) Fiber optik için kırınım geometrisi [4]

Şekil 1(b)'deki geometri düşünürlerek, sanal kaynakların oluşturduğu faz yüzlerinin girişimi (kırırmı) sonucu oluşan genliğin P noktasındaki değeri [4]

$$\begin{aligned} U(P) = & A \sqrt{\frac{-j}{2}} \exp(jkz) \exp(-j2kbn_s) \left\{ 1 + C(\alpha) - C(\beta) \right. \\ & + j[1 + S(\alpha) - S(\beta)] + \sqrt{\frac{2}{\lambda z}} \left(\int_{-b}^{-a} \exp(-j2k\sqrt{b^2 - x'^2}(n_{cl} - n_s)) \right. \\ & \times \exp \left[jk \frac{(x - x')^2}{2z} \right] dx' + \int_{-a}^a \exp(-j2k(\sqrt{b^2 - x'^2}(n_{cl} - n_s) \\ & \left. + \sqrt{a^2 - x'^2}(n_{co} - n_{cl})) \right) \exp \left[jk \frac{(x - x')^2}{2z} \right] dx' \\ & \left. + \int_a^b \exp(-j2k\sqrt{b^2 - x'^2}(n_{cl} - n_s)) \exp \left[jk \frac{(x - x')^2}{2z} \right] dx' \right\} \end{aligned} \quad (1)$$

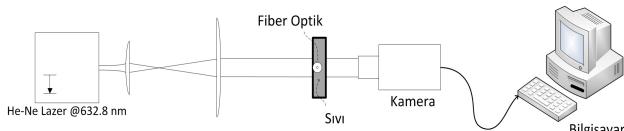
şeklinde ifade edilebilir. Bu ifadenin elde edilmesi için küçük açı ve parabolit dalga yaklaşımı uygulanmıştır. Eşitlik 1'de a ve b sırasıyla, fiber optik çekirdeğinin ve kılıfının yarıçaplarını belirtir. Bunun yanısıra C ve S , Fresnel kosinus ve sinüs fonksiyonlarını ifade eder. Fresnel fonksiyonlarının α ve β 'ya bağımlılıkları $\sqrt{\frac{2}{\lambda z}}(x-b)$ ve $\sqrt{\frac{2}{\lambda z}}(x+b)$ şeklinde ifade edilir. Son olarak n_{co} , n_{cl} , n_s , A , λ ve k sırasıyla fiber optik çekirdeğinin kırıcılık indis değeri, fiber optik kılıfının kırıcılık indis değeri, fiber optiği saran sıvının kırıcılık indis değeri, alanın genliği, dalga boyu ve dalga sayısıdır.

Optik görüntüleme sistemleri için asıl önem arz eden alan yoğunluğu, alanın sayı olmasından kaynaklı Poynting vektörü yerine $I = |U(P)|^2$ formülü kullanılarak hesaplanabilir. Normalleştirilmiş kırınlım deseni elde etmek için bulunan alanın yoğunluğu, fiber optigin olmadığı durumda alan yoğunluğuna bölünmüştür.

Eşitlik 1'deki integrasyonların çözümü nümerik metodlardan yararlanılmıştır. Fresnel kosinus ve sinüs fonksiyonlarının çözümünde Cornu'nun Spiralî, diğer kırınlım integrallerinin çözümünde ise MATLAB programından faydalılarak Gauss-Kronrod kareleme teknigi kullanılmıştır.

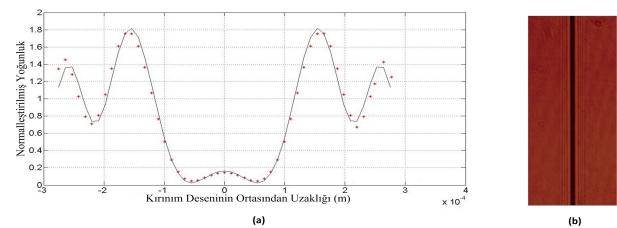
3. Deneysel Prosedür ve Deneysel Sonuçlar

Deneysel kurulum şematik olarak Şekil 2'de gösterilmiştir. Helyum-Neon lazerin ürettiği 632.8 nanometre dalga boyuna sahip tek renkli ışık, ışın genişletici yardımıyla düzlemsel dalga haline getirilmiştir. Bu düzlemsel dalgalar, içinde kırıcılık indis değerinin tahmin edilmesi istenilen sıvının bulunduğu kademeli fiber optik baturılmış dikdörtgenler prizması şeklindeki haznenin yatay eksene paralel olarak gönderilmiştir. Fiber optigin oluşturduğu ani faz değişimleri neticesinde oluşan kırınlım deseni yük bağılısımlı devre kamerası tarafından kaydedilip, alınan görüntüler bilgisayar aracılığıyla işlenmiştir.

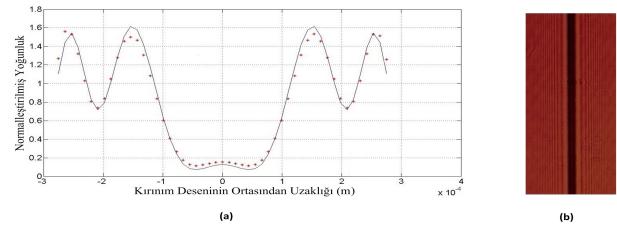


Şekil 2. Deneysel kurulum

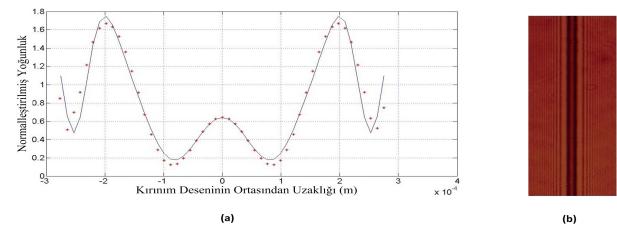
Üç adet farklı oranda zeytinyağı ve ayçiçek yağı içeren sıvılar hazırlanmıştır. Bu sıvılar sırasıyla 90%'ı zeytinyağı 10%'u ayçiçek yağı, 70%'i zeytinyağı 30%'u ayçiçek yağı, 60%'ı zeytinyağı 40%'ı ayçiçek yağı olan karışımıdır. Bulara ek olarak saf zeytinyağı ve saf ayçiçek yağı da testlere dahil edilmiştir. Bu sıvılar görünür ışıkta tamamen saydam içerisinde fiber optik bulunan hazneye doldurulmuştur. Oluşan kırınlım desenleri ise kamera aracılığıyla kaydedilip, matematiksel model ile karşılaştırılmak üzere bilgisayara aktarılmıştır. Geleneksel en küçük kareler yöntemi kullanılarak yapılan karşılaştırma sonucunda sıvıların kırıcılık indis değerleri tahmin edilmiştir.



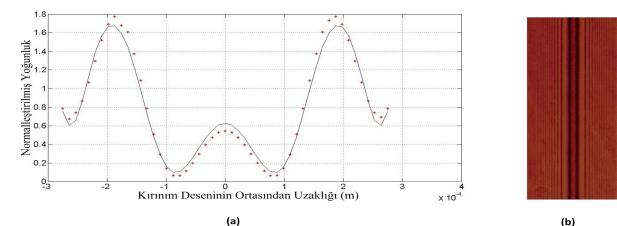
Şekil 3. Saf zeytinyağı için kırıcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluğunun x eksenindeki kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınlım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı



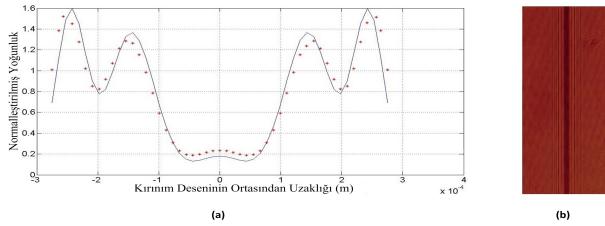
Şekil 4. 90% zeytinyağı 10% ayçiçek yağı karışımı için kırıcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluğunun x eksenindeki kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınlım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı



Şekil 5. 70% zeytinyağı 30% ayçiçek yağı karışımı için kırıcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluğunun x eksenindeki kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınlım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı



Şekil 6. 60% zeytinyağı 40% ayçiçek yağı karışımı için kırıcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluğunun x eksenindeki kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınlım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı



Şekil 7. Saf ayçiçek yağı için kırcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluk fotoğrafının x ekseninde kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı

Bu şekillerdeki çizgiler normalleştirilmiş matematiksel modeli, noktalar ise normalleştirilmiş deneyel yoğunluk değerlerini ifade eder.

Fiber optik ile kamera arasındaki mesafe yoğunluğun bir fonksiyonu olduğu için hassasiyetle ölçülmüştür ve saf zeytinyağı için ortalama 4.1 santimetre, 90% zeytinyağı 10% ayçiçek yağı karışımı için ortalama 4.2 santimetre, 70% zeytinyağı 30% ayçiçek yağı karışımı için ortalama 3.6 santimetre, 60% zeytinyağı 40% ayçiçek yağı karışımı ve saf ayçiçek yağı için ortalama 4 santimetredir.

Kırınım yöntemiyle ölçülen kırcılık indis değerleri Çizelge 1'de özetlenmiştir.

Çizelge 1. Kırınım yöntemiyle tahmin edilen kırcılık indis değerleri

Örnek	Kırcılık İndis Değeri
Saf zeytinyağı	1.46786
90% zeytinyağı 10% ayçiçek yağı karışımı	1.46847
70% zeytinyağı 30% ayçiçek yağı karışımı	1.47066
60% zeytinyağı 40% ayçiçek yağı karışımı	1.47119
Saf ayçiçek yağı	1.47383

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, zeytinyağlarının kırcılık indis değerleri tahmin edilip, örneklerdeki taşış belirlenmeye çalışılmıştır. Çizelge 2'de özetlendiği gibi aynı örnekler laboratuvar ortamında (kırınım ölçer ile) ölçüлerek metodun güvenilirliği kanıtlanmıştır. Ancak, sadece kırcılık indis değerlerinin belirlenmesi, taşış seviyesini veya cinsini tam olarak koyalamayacağını da belirtmek gereklidir.

Çizelge 2. Kırınım ölçerle ölçülen kırcılık indis değerleri

Örnek	Kırcılık İndis Değeri
Saf zeytinyağı	1.46946
90% zeytinyağı 10% ayçiçek yağı karışımı	1.47008
70% zeytinyağı 30% ayçiçek yağı karışımı	1.47089
60% zeytinyağı 40% ayçiçek yağı karışımı	1.47164
Saf ayçiçek yağı	1.47456

Her iki yöntemle elde edilen kırcılık indis değerleri göz önüne alındığında, farklar sırasıyla 1.6×10^{-3} , 1.61×10^{-3} , 2.3×10^{-4} , 4.5×10^{-4} ve 7.3×10^{-4} 'tir. Bu farklar kırcılık indisinin dalga boyuna bağlılığı sonucu ortaya çıkmıştır. Kırınım ölçerin kullandığı ışığın dalga boyu 589 nanometre olup, kalibre edilmesi gerekmektedir. Dalga boyalarındaki farklılık zeytinyağının kırcılık indis değerinde maksimum 2×10^{-3} uyuşmazlığa neden olmaktadır [9]. Bu nedenle kırınım yöntemi ile ölçülen kırcılık indis değerleri ciddi hatalara sebep olmamaktadır.

Sonuç olarak, uygulanması görece basit olan ve diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında tatmin edici sonuçlar veren kırınım yöntemi gıda endüstrisindeki büyük sorunlardan biri olan zeytinyağındaki taşışın belirlenmesi için kullanılma potansiyeli taşımaktadır.

5. Kaynaklar

- [1] Angelis, M. D., Nicola, S. D., Ferraro, P., Finizio, A. ve Pierattini, G., "Liquid refractometer based on interferometric fringe projection", *Opt. Commun.*, 175, 315-321, 2000.
- [2] Durán-Ramírez, V. M., Martínez-Ríos, A., Guerrero-Viramontes, J. A., Muñoz-Maciel, J., Peña-Lecona, F. G., Selvas-Aguilar, R. ve Anzueto-Sánchez, G., "Measurement of the refractive index by using a rectangular cell with a fs-laser engraved diffraction grating inner wall", *Opt. Exp.*, 22, 29899–29906, 2014.
- [3] Tsuda, H. ve Urabe, K., "Characterization of long-period grating refractive index sensors and their applications", *Sensors*, 9, 4559-4571, 2009.
- [4] Sabatyan, A. ve Tavassoly, M. T., "Determination of refractive indices of liquids by fresnel diffraction", *Opt. Laser Tech.*, 41, 892–896, 2009.
- [5] Libish, T. M., Bobby, M. C., Linesh, J., Mathew, S., Pradeep, C., Nampoori, V. P. N., Biswas, P., Bandyopadhyay, S., Dasgupta, K., ve Radhakrishnan, P., "Detection of adulteration in virgin olive oil using a fiber optic long period grating based sensor", *Laser Phys.*, 23, 45112–45116, 2013.
- [6] Ariponnammal, S., "A novel method of using refractive index as a tool for finding the adulteration of oils", *Res. J. Rec. Sci.*, 1, 77-79, 2012.
- [7] Gurdanız, G. ve Ozen, B., "Detection of adulteration of extra-virgin olive oil by chemometric analysis of mid-infrared spectral data", *Food Chem.*, 116, 519–525, 2009.
- [8] Sun, X., Lin, W., Li, X., Shen, Q. ve H. Luo, "Detection and quantification of extra virgin olive oil adulteration with edible oils by ft-ir spectroscopy and chemometrics", *An. Meth.*, 7, 3939–3945, 2015.
- [9] Yunus, W. M. M., Fen, Y. W. ve Yee, L. M., "Refractive index and fourier transform infrared spectra of virgin coconut oil and virgin olive oil", *Am. J. App. Sci.*, 6, 328–331, 2009.