

Kırınım Yöntemi Kullanılarak Zeytinyağındaki Tağışın 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 tağışın belirlenmesi amaçlanmıştır. Örnek sıvı içerisine ideal geometriye sahip fiber optik batırılarak lazer ışığının kırınımı incelenmiştir. Kırınım alanının matematiksel ifadesi Fresnel kırınım teorisine göre nümerik olarak hesaplanmıştır. Matematiksel modelleme, deneyler sonucunda elde edilen normalleştirilmiş kırınım deseniyle karşılaştırılıp, sıvının kırıcılık indisi tahmin edilmiştir. Kırınım yönteminin sıvının kırıcılık indisi tahminindeki yüksek hassasiyetli rolü (10^{-5} mertebesindeki) zeytinyağındaki tağışın 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 fiziksel 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.

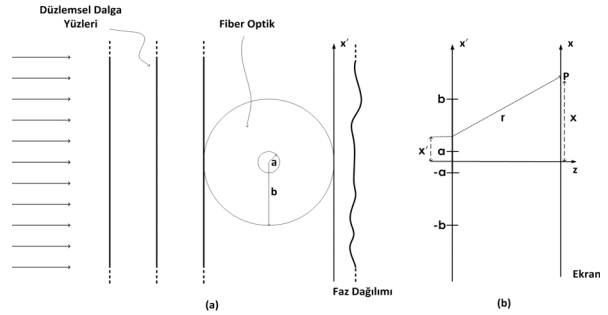
Zeytinyağı tağışı gıda sanayisindeki büyük sorunlardan biridir. Zeytinyağındaki tağışın belirlenmesi için kullanılan yöntemler uzun periyotlu fiber Bragg ızgarası [5], Abbe kırınım ölçer bazlı [6] ve kemometrik ile tayfölcümü [7,8] olarak sınıflandırılabilir. Ref. 5 ve 6'da belirtildiği gibi zeytinyağının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

Bu çalışmada faz kırınım yöntemi kullanılarak, fiber optiğin etrafını saran çeşitli oranlardaki zeytinyağı ve ayçiçek yağı içeren sıvıların kırıcılık indisi tahmin edilip, zeytinyağındaki tağışın belirlenmesi hedeflenmiştir. Önerilen yöntem faz

değişikliklerini baz aldığından ortamdaki sıvının kırıcılık indisi değişimine son derece duyarlıdır ve ölçüm düzeneğindeki pratiklik nedeniyle ticari bir ürüne dönüştürülebilir potansiyeli taşımaktadır.

2. Teorik Yaklaşım

Teorik yaklaşım düzlemsel dalga yüzlerinin belirli kısımlarının ani faz değişimleri sonucunda oluşan kırınımı 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 düşünülerek, sanal kaynakların oluşturduğu faz yüzlerinin girişimi (kırınımı) sonucu oluşan genliğin P noktasındaki değeri [4]

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

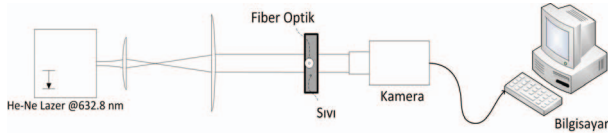
şeklinde ifade edilebilir. Bu ifadenin elde edilmesi için küçük açı ve parabolit dalga yaklaşımı uygulanmıştır. Eşitlik 1'de a ve b sırasıyla, fiber optik çekirdeğinin ve kılıfının yarıçaplarını belirtir. Bunun yanısıra C ve S , Fresnel kosinüs ve sinüs fonksiyonlarını ifade eder. Fresnel fonksiyonlarının 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 genişliği, dalga boyu ve dalga sayısıdır.

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

Eşitlik 1'deki integrasyonların çözülmesi için nümerik metotlardan yararlanılmıştır. Fresnel kosinüs ve sinüs fonksiyonlarının çözümünde Cornu'nun Spirali, diğer kırınım integrallerinin çözümünde ise MATLAB programından faydalanarak Gauss-Kronrod kareleme tekniği kullanılmıştır.

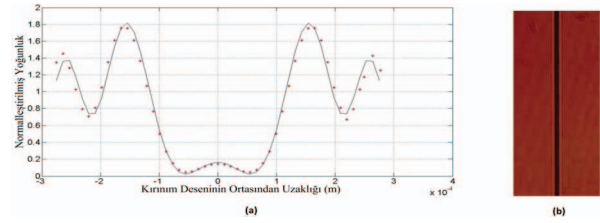
3. Deneysel Prosedür ve Deneysel Sonuçlar

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 batırılmış dikdörtgenler prizması şeklindeki haznenin yatay eksenine paralel olarak gönderilmiştir. Fiber optiğin oluşturduğu ani faz değişimleri neticesinde oluşan kırınım deseni yük bağlantılı devre kamerası tarafından kaydedilip, alınan görüntüler bilgisayar aracılığıyla işlenmiştir.

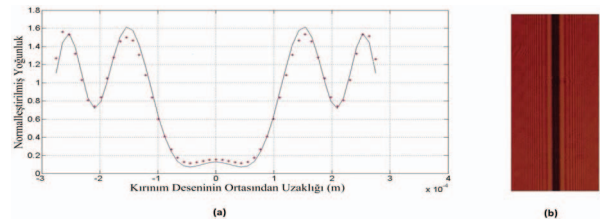


Şekil 2. Deneysel kurulum

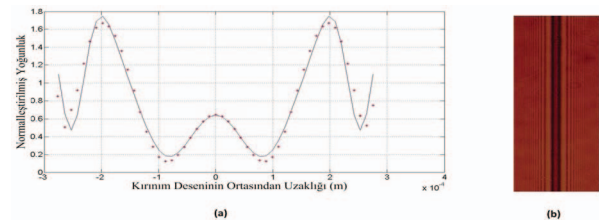
Üç adet farklı oranda zeytinyağı ve ayçiçek yağı içeren sıvılar hazırlanmıştır. Bu sıvılar sırasıyla 90%'i zeytinyağı 10%'u ayçiçek yağı, 70%'i zeytinyağı 30%'u ayçiçek yağı, 60%'i zeytinyağı 40%'i ayçiçek yağı olan karışımlardır. Bunlara ek olarak saf zeytinyağı ve saf ayçiçek yağı da testlere dahil edilmiştir. Bu sıvılar görünür ışıkta tamamen saydam içerisinde fiber optik bulunan hazneye doldurulmuştur. Oluşan kırınım 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.



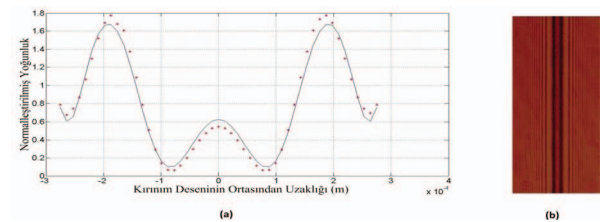
Şekil 3. Saf zeytinyağı için kırıcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluk fotoğrafının x eksenini kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı



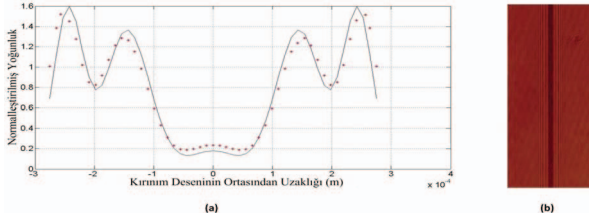
Şekil 4. 90% zeytinyağı 10% ayçiçek yağı karışımı için kırıcılık indis değeri tahmini : (a) Kamera yoğunluk fotoğrafının x eksenini kesit değerleriyle elde edilen normalleştirilmiş kırınım deseni, (b) Kamera tarafından kaydedilen yoğunluk fotoğrafı



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



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



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

Bu şekillerdeki çizgiler normalleştirilmiş matematiksel modeli, noktalar ise normalleştirilmiş deneysel 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 kırıcılık indis değerleri Çizelge 1'de özetlenmiştir.

Çizelge 1. Kırınım yöntemiyle tahmin edilen kırıcılık indis değerleri

Örnek	Kırıcılık 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 kırıcılık indis değerleri tahmin edilip, örneklerde ki yağış belirlenmeye çalışılmıştır. Çizelge 2'de özetlendiği gibi aynı örnekler laboratuvar ortamında (kırınım ölçer ile) ölçülerek metodun güvenilirliği kanıtlanmıştır. Ancak, sadece kırıcılık indis değerlerinin belirlenmesi, yağış seviyesini veya cinsini tam olarak ortaya koymayacağı da belirtmek gerekir.

Çizelge 2. Kırınım ölçerle ile ölçülen kırıcılık indis değerleri

Örnek	Kırıcılık 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 kırıcılık 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} 'tür. Bu farklar kırıcılık indisinin dalga boyuna bağlılığı sonucu ortaya çıkmıştır. Kırınım ölçerinin kullandığı ışığın dalga boyu 589 nanometre olup, kalibre edilmesi gerekmektedir. Dalga boylarındaki farklılık zeytinyağının kırıcılık indis değerinde maksimum 2×10^{-3} uyuşmazlığa neden olmaktadır [9]. Bu nedenle kırınım yöntemi ile ölçülen kırıcılık 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 yağışın 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] Aripnammal, 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] Gurdeniz, 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.