



# İÇECEKLERDE KAFEİN DÜZEYİNİN HPLC İLE BELİRLENMESİ ve VALİDASYONU

Şebnem Ö. BUDAK

(Ankara Üniversitesi Süt Teknolojisi Bölümü)

Dilek ÇİMEN

(Gazi Üniversitesi Kimya Bölümü)





# İÇERİK

• AMAÇ

• KAFEİN, ZARAR ve FAYDALARI

• HANGİ GIDALARDA BULUNUR?

• DENEYSEL ÇALIŞMALAR

• SONUÇLAR





# AMAÇ






Çeşitli Gıdalarda Kafein Düzeyinin Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC) ile Belirlenmesi



Kafein Tayini Metodu Laboratuvar İçi Validasyonu



# KAFEİN

-  Kafein, alkaloid grubun azotlu organik bir bileşiktir.
-  Matein ve guaranin olarak da bilinir.
-  Kafein karaciğerde değişime uğrar ve fazla alınan kafein idrarla atılır.

[Choi ve Curhan, 2007].




# KAFEİN FAYDALARI




- Vatten ve ark. tarafından yapılan bir çalışmada, kahve tüketiminin zayıf bayanlarda göğüs kanseri riskini düşürdüğünü, şişman bayanlarda ise tersi etki yaptığını bildirmiştir [Vatten ve ark.,1990].
- 32 ila 88 yaş aralığındaki 7006 denekle gerçekleştirilen bir çalışmada, kahve tüketimi ile diabet riski arasında negatif bir ilişki gözlenmiştir [Greenberg ve ark., 2005]. Plazma glukoz seviyesini düşürdüğü belirlenmiştir. [Naismith ve ark.,1970].



# KAFEİN FAYDALARI





 Ortalama dozlarda kafein tüketiminin, yorgunluğu azalttığı, zihinsel aktiviteyi sağladığı ve kişinin idrak kabiliyetini ve aktifliğini arttırdığı belirtilmektedir [Pena ve ark., 2005].



 Akciğerlere giden solunum yollarını rahatlatır ve astım krizlerini azaltıcı etkisi vardır [Paganini-Hill ve ark., 2007].



# KAFEİN FAYDALARI

-  Bağırsak yumuşatıcı etki,
-  Safra taşı oluşumunun azalması,
-  Saç dökülmesinin engellenmesi,
-  Parkinson hastalığı riskinde azalma olduğu, kanıtlanmıştır.

[Dorea & da Costa, 2005].



# KAFEİN ZARARLARI



- Kafein, bağımlılık yapar. Bu etkisi, dopamine benzer şekilde bazı sinir iletkenlerini arttırarak oluşur. Bir fincanlık doz bile alınmadığı zaman, vücutta bazı septomlar ortaya çıkabilir.
- Kafein, diüretik etkisi nedeniyle kalsiyum depolanmasını olumsuz etkiler.
- Vitamin ve minerallerin emilimini azaltır (Choi ve Curhan, 2007).



# KAFEİN ZARARLARI



- Kafein, uyku üzerine çok çeşitli etkilere sahiptir, ancak her kişide aynı etkiyi göstermez. Başlangıçta uyku yoksunluğunu geliştirici etki gösterirken, hemen ardından uykusuzluğa neden olur [Snel ve ark., 2011].
- Yapılan çalışmalarda, kafein alımının yüksek tansiyona yol açmadığı, ancak, düzensiz ve hızlı kalp atışına ve çarpıntıya neden olabileceği belirlenmiştir [Wolfgang ve ark., 2005].



# KAFEİN ZARARLARI

- Yapılan çalışmalarda kafein alımının bebeklerde özür yaratıcı etkisi olmadığı,
- Yüksek miktarlarda kafein alan kişilerde 2.trimester (3-6. aylar arasında) düşüklerinde artış,
- Fetüslerin beyin ağırlığında azalma ve doğum sonrası öğrenme ve hatırlamada güçlük saptanmıştır

[Abidobe ve Chijioke, 1990].



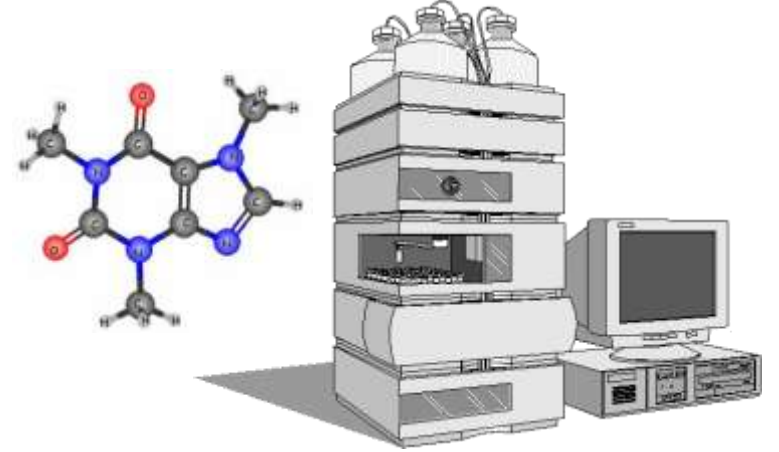
# KAFEİN HANGİ GIDALARDA BULUNUR?

ÇAY	KAHVE	GAZLI İÇECEK	ENERJİ İÇECEĞİ	İLAÇ	DİĞER
SİYAH ÇAY	HAZIR KAHVE	KOLALI ÜRÜN		AĞRI KESİCİ İLAÇ	KAKAO
YEŞİL ÇAY	FİLTRE KAHVE	KAFEİNSİZ KOLALI ÜRÜN		DOĞUM KONTROL HAPI	ŞAMPUAN
BUZLU ÇAY	TÜRK KAHVESİ				SABUN
KAFEİNSİZ ÇAY	CAPPUCİNO				
	EKSPRESSO				





# KAFEİN TAYİNİ



## HPLC ŞARTLARI

Kolon : Zorbax XDB C18 4.6 $\mu$ m x100mmx3.5  $\mu$ m

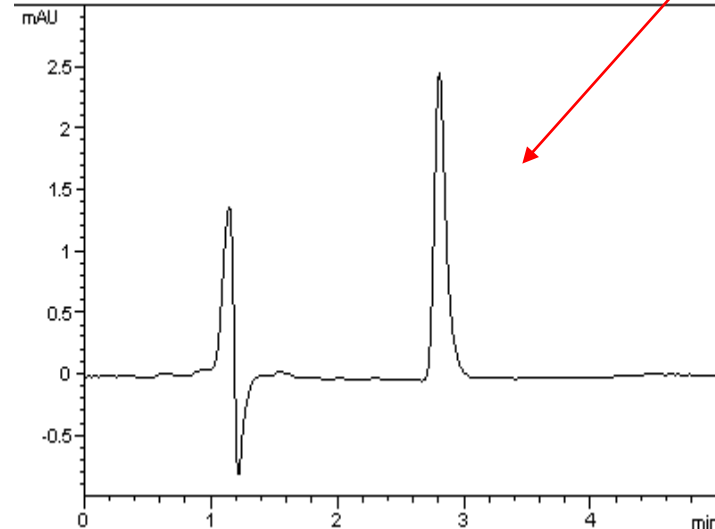
Mobil Faz : Metanol:Su (30:70)

Akış Hızı : 1 mL/dak

Sıcaklık : 25 °C

UV : 274 nm

Kafein





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU

## LOD, LOQ

Numune	Bulunan (mg/L)
B-1	11,62
B-2	12,35
B-3	12,11
B-4	12,55
B-5	12,54
B-6	12,59
Ort	12,29
Std sapma	0,3755
LOD	1,37
LOQ	4,11





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU



## Tekrarlanabilirlik Çalışması

**1. Gün**  
**Seviye 1: 50 mg/L kafein**

Gün1-eklenen(mg/L)	Bulunan(mg/L)	Geri Kazanım(%)
50	48,45	96,90
50	48,42	98,80
50	47,54	95,10
50	46,21	92,40
50	44,78	89,60
50	43,43	86,90
50	49,39	99,78
50	49,53	99,06
Ort	47,22	94,82
Std sapma	2,218	





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU



## Tekrarlanabilirlik Çalışması

**1. Gün**  
**Seviye 2: 100 mg/L kafein**

Gün1-eklenen(mg/L)	Bulunan(mg/L)	Geri Kazanım(%)
100	95,84	95,80
100	96,51	96,50
100	95,76	95,80
100	95,75	95,80
100	97,15	97,10
100	98,25	98,20
100	97,82	97,80
100	97,98	97,90
Ort	96,88	96,86
Std sapma	1,05	





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU



## Tekrarlanabilirlik Çalışması

**2. Gün**  
**Seviye 1: 50 mg/L kafein**

Gün1-eklenen(mg/L)	Bulunan(mg/L)	Geri Kazanım(%)
50	48,64	97,27
50	50,00	100,00
50	49,12	98,24
50	49,88	99,76
50	50,00	100,00
50	50,00	100,00
50	50,00	100,00
50	50,00	100,00
Ort	49,71	99,41
Std sapma	0,49	







# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU



## Tekrarlanabilirlik Çalışması

**2. Gün**  
**Seviye 2: 100 mg/L kafein**

Gün1-eklenen(mg/L)	Bulunan(mg/L)	Geri Kazanım(%)
100	100,00	100,00
100	100,00	100,00
100	100,00	100,00
100	99,83	99,83
100	100,00	100,00
100	100,00	100,00
100	99,84	99,84
100	100,00	100,00
Ort	99,96	99,96
Std sapma	0,08	





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU



## Tekrarlanabilirlik Çalışması

**3. Gün**  
**Seviye 1: 50 mg/L kafein**

Gün1-eklenen(mg/L)	Bulunan(mg/L)	Geri Kazanım(%)
50	50,00	100,00
50	50,00	100,00
50	49,66	99,32
50	50,00	100,00
50	50,00	100,00
50	49,60	99,20
50	50,00	100,00
50	50,00	100,00
Ort	49,91	99,82
Std sapma	0,172	





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU



## Tekrarlanabilirlik Çalışması

**3. Gün**  
**Seviye 2: 100 mg/L kafein**

Gün1-eklenen(mg/L)	Bulunan(mg/L)	Geri Kazanım(%)
100	99,32	99,32
100	98,92	98,92
100	99,78	99,78
100	98,63	98,63
100	99,78	99,78
100	98,96	98,96
100	99,93	99,93
100	99,12	99,12
Ort	99,31	99,31
Std sapma	0,48	





# KAFEİN TAYİNİ LABORATUVAR İÇİ VALİDASYONU

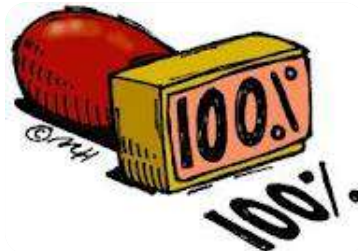
## Doğruluk Çalışması



### Fapas T0373

Analit	Doğru Değer (mg/L)	Aralık (mg/L)
Kafein	57,1	47,2-67,1

Gün 1 Bulunan (mg/L)	Gün 2 Bulunan (mg/L)	Gün 3 Bulunan (mg/L)
58,14	57,02	57,4
58,22	57,45	57,3





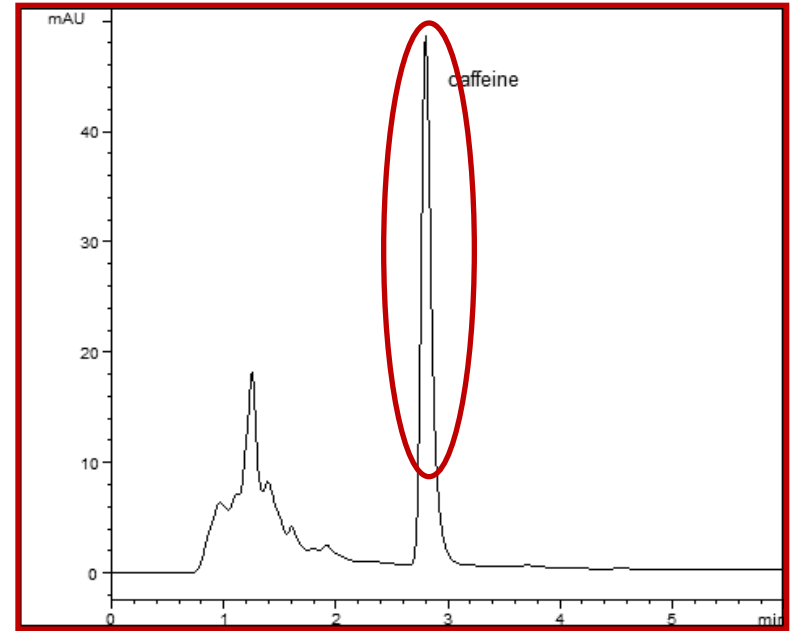
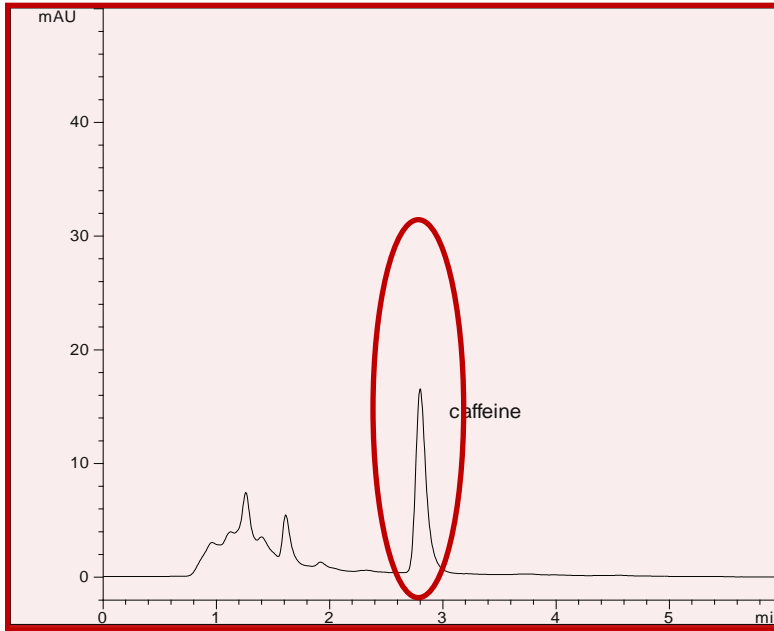
# KAHVEDE KAFEİN TAYİNİ

Hızlı çözünür

Gold Kahve: 30.02 mg/g

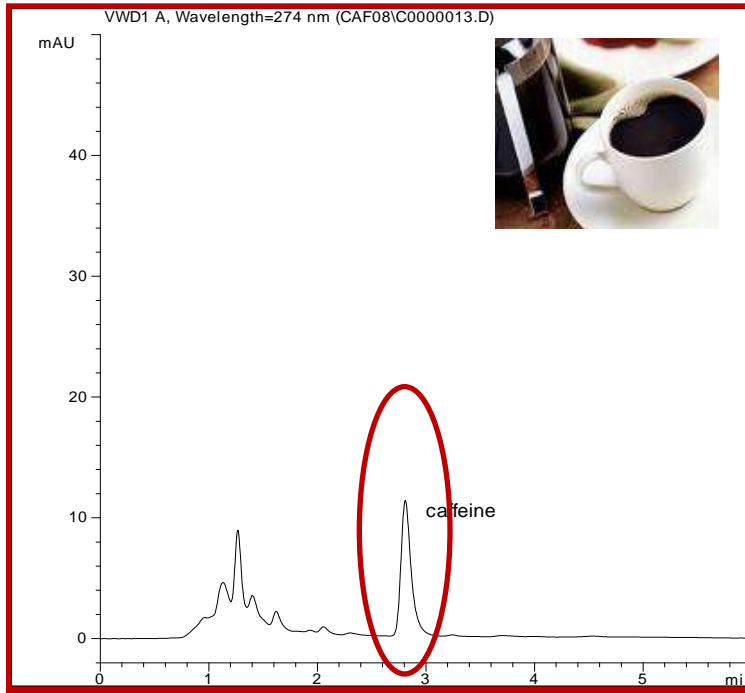
Hızlı Çözünür

Klasik kahve: 45.57mg/g

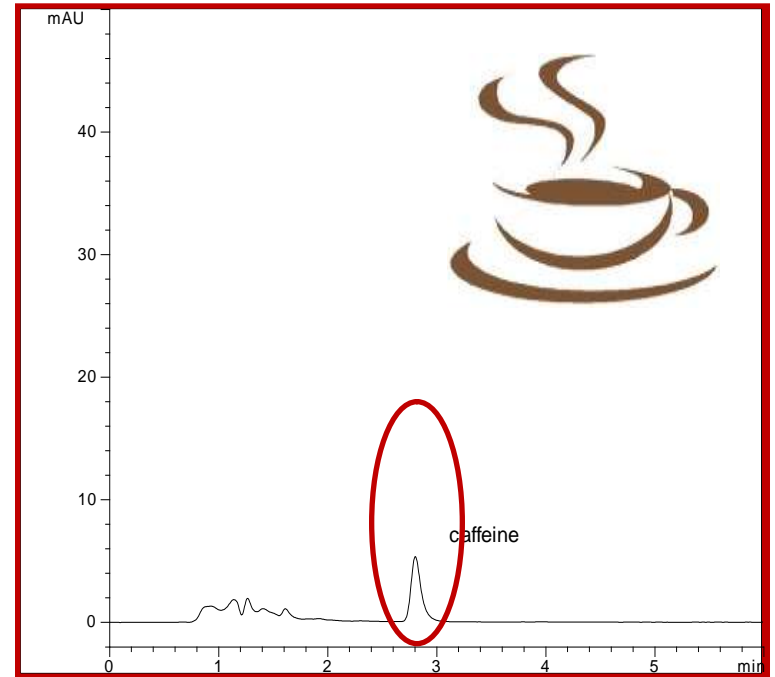


# KAHVEDE KAFEİN TAYİNİ

Filtre kahve: 10.82 mg/g

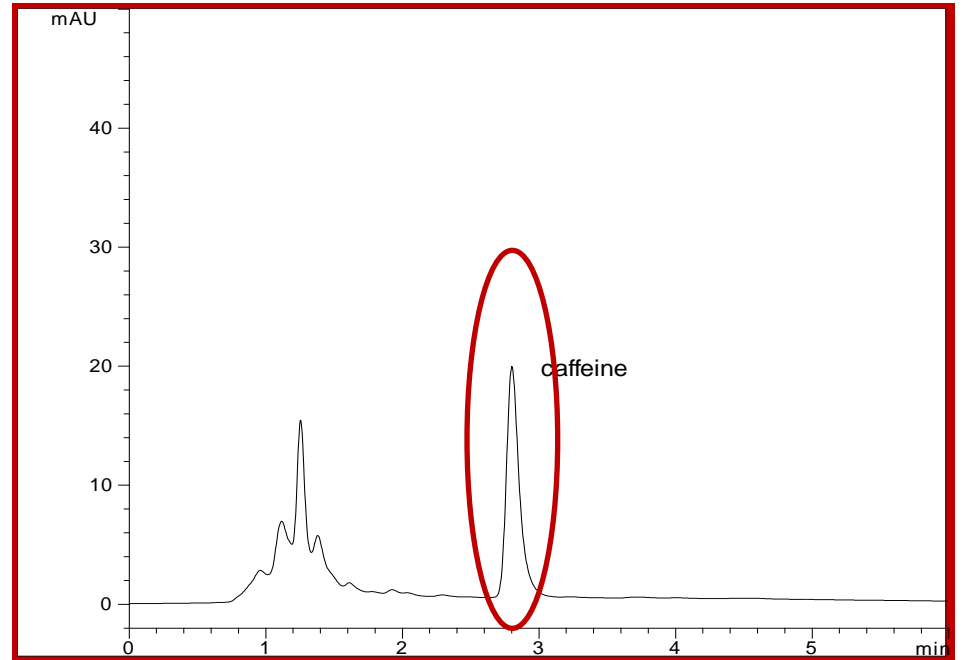


Üçü bir arada kahve:  
5.17 mg/g



# KAHVEDE KAFEİN TAYİNİ

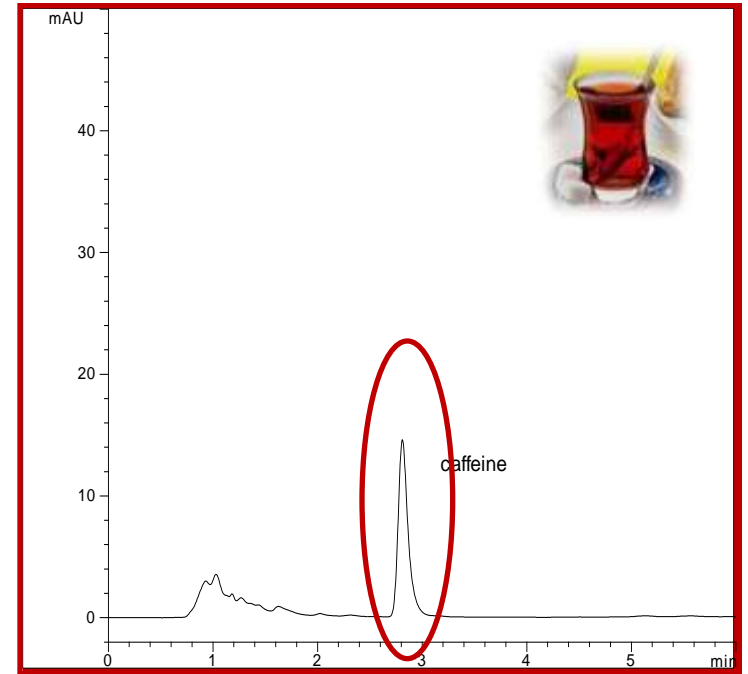
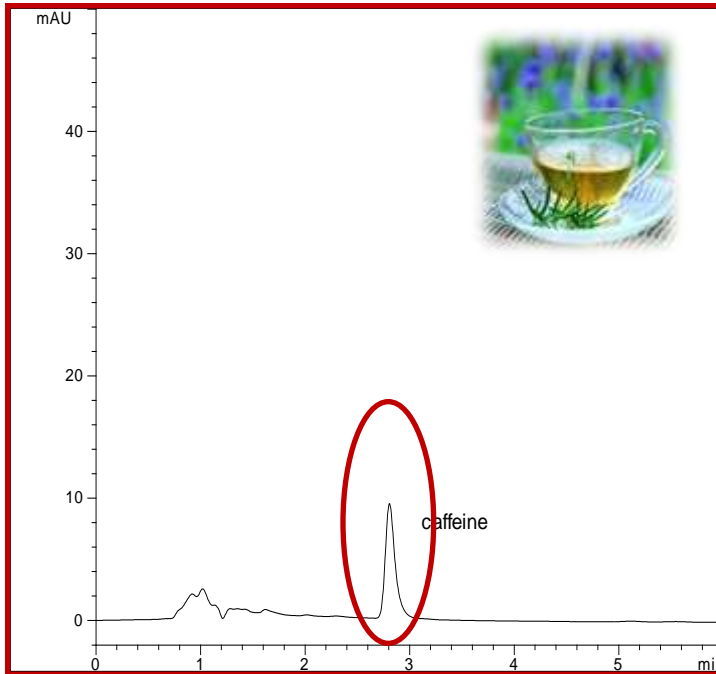
Türk kahvesi 13,82 mg/g



# ÇAYDA KAFEİN TAYİNİ

Yeşil çay: 9 mg/g

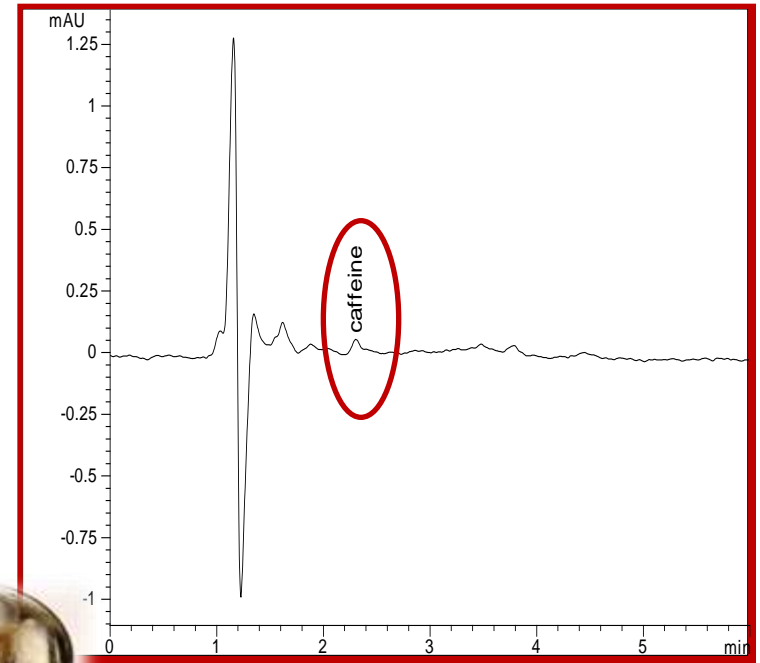
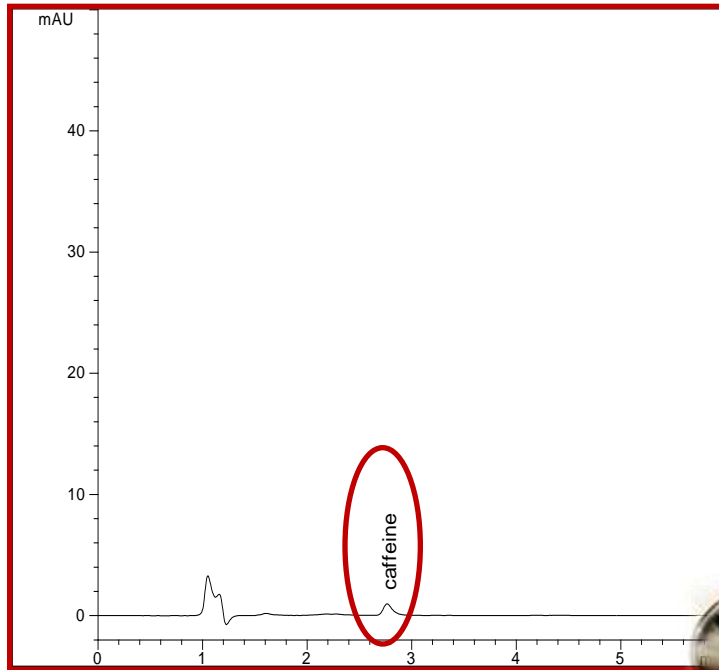
Siyah Çay: 13,96 mg/g





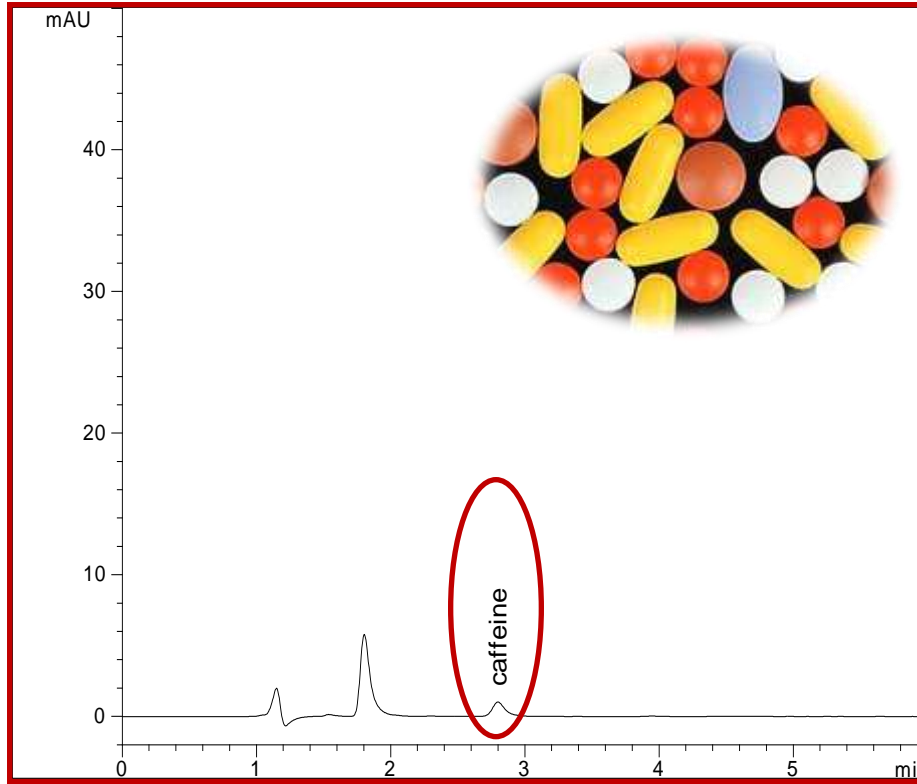
# KOLADA KAFEİN TAYİNİ

Kola: 1.2 g/L (max 1.5 g/L) Kafeinsiz kola: 0.002 mg/L



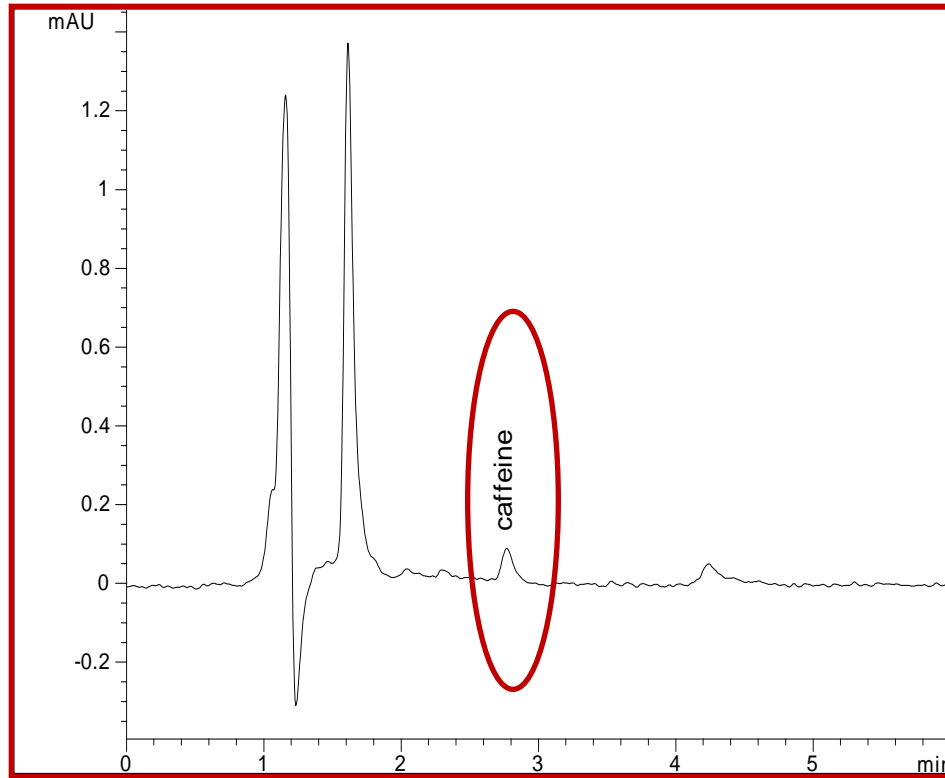
# İLACTA KAFEİN TAYİNİ

Ağrı kesici tablet : 33 mg/1 tablet  
(ihtiva 30 mg /1 tablet)



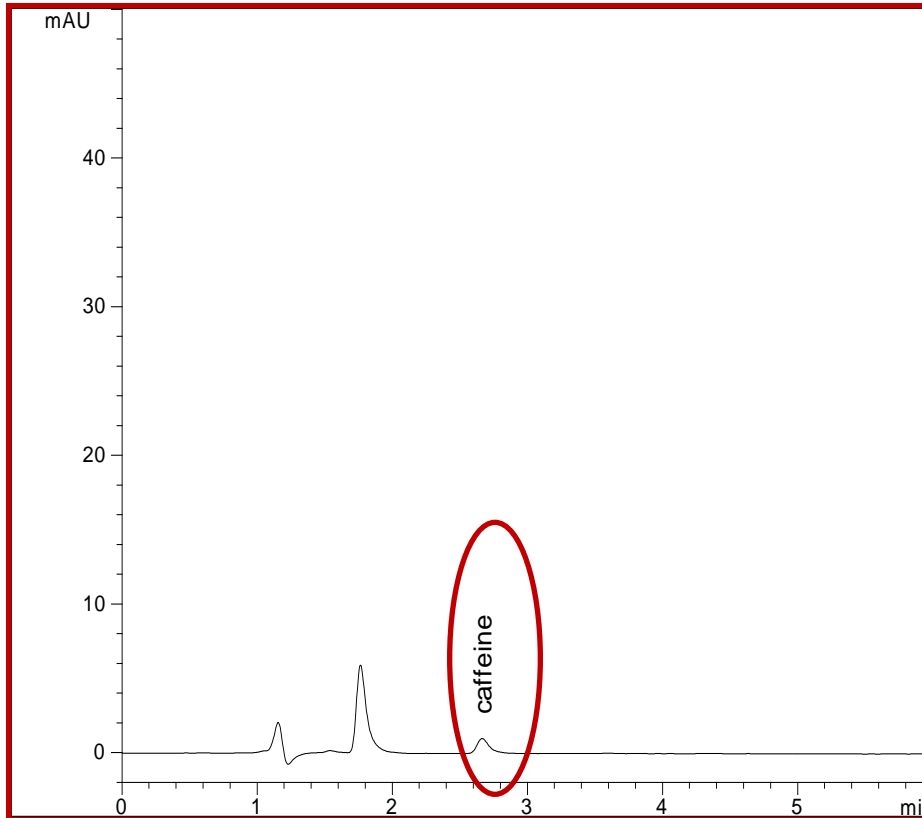
# KAKAO TOZUNDA KAFEİN TAYİNİ

Çocuk Kakao tozu 1.19 mg/g



# ENERJİ İÇECEĞİNDE KAFEİN TAYİNİ

Enerji İçeceği 1.1 mg/L  
(ihtiva 1.5 mg/L)





# REFERANSLAR

Abidoye RO, Chijioke AP. 1990. Effect of kolanut (cola nitida vent) on the antropometric measurement of newborn babies in Nigeria. Nutrition Research, Volume 10(10), 1091-1098

Choi H, Curhan G.2007. Coffee, Tea, and Caffeine Consumption and Serum Uric Acid Nutrition Examination Survey. American College of Rheumatology, 57(5),816-821

Dorea JG, & da Costa HM. 2005. Is coffee a functional food? British Journal of Nutrition, 93, 773–782.

Friedman M. 2007. Overview of antibacterial, antitoxin, antiviral, and antifungal activities of tea flavonoids and teas. Mol. Nutr. Food Res., 51, 116 – 134

Fujioka K., Shibamoto T.2008. Chlorogenic acid and caffeine contents in various commercial brewed coffees. Food Chemistry, 106, 217–221.





# REFERANSLAR

Greenberg JA, Axen KV, Schnoll R and Boozer CN. Coffee, tea and diabetes: the role of weight loss and caffeine. *International Journal of Obesity* (2005) 29, 1121–1129

Li M, Wang M, Guo W Wang, J Sun, X (2011). The effect of caffeine on intraocular pressure: a systematic review and meta-analysis. *Ophthalmologie* 249 (3): 435–42

Paganini A.H., Claudia H. Kawas, María M. 2007. Corrada Non-alcoholic beverage and caffeine consumption and mortality: The Leisure World Cohort Study. *Preventive Medicine* 44 (2007) 305–310

Pena A., Lino C., & Silveria M.I.N. 2005. Survey of caffeine levels in retail beverages in Portugal. *Food Additives and Contaminants*, 22(2): 91–96





## REFERANSLAR

Rivelli S, Diogo P. et al. 2007. Simultaneous determination of chlorogenic acid, caffeic acid and caffeine in hydroalcoholic and aqueous extracts of *Ilex paraguariensis* by HPLC and correlation with antioxidant capacity of the extracts by DPPH· reduction. *Rev. Bras. Cienc. Farm.* vol.43(2), 215-222.

Vatten L.J. and Kvinnsland S.1990. Body height and risk of breast cancer. A prospective study of 23,831 Norwegian women. *Br J Cancer*, 61(6): 881–885.





TEŞEKKÜR EDERİM

