

**FARKLI YÖNTEMLERLE ASPİR BİTKİSİNİN
TOHUMUNDAN YAĞ ELDESİ VE BU
YÖNTEMLERİN BİRBİRİ İLE
KARŞILAŞTIRILMASI**

FETHİYE TAKADAŞ

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANA BİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MERSİN

TEMMUZ – 2015

**FARKLI YÖNTEMLERLE ASPİR BİTKİSİNİN
TOHUMUNDAN YAĞ ELDESİ VE BU
YÖNTEMLERİN BİRBİRİ İLE
KARŞILAŞTIRILMASI**

FETHİYE TAKADAŞ

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANA BİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman

Yard. Doç. Dr. Onur DÖKER

MERSİN

TEMMUZ – 2015

Fethiye TAKADAŞ tarafından Yrd. Doç. Dr. Onur DÖKER danışmanlığında hazırlanan "Farklı Yöntemlerle Aspir Bitkisinin Tohumundan Yağ Eldesi ve Bu Yöntemlerin Birbiri ile Karşılaştırılması" başlıklı bu çalışma aşağıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. A. Murat GİZİR

Prof. Dr. Uğur SALGIN

Yrd. Doç. Dr. Onur DÖKER

İmza



Yukarıdaki Jüri kararı Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 31/09/2015 tarih ve 2015/396 sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Prof. Dr. Ayla ÇELİK
Enstitü Müdürü

Bu tezde kullanılan özgün bilgiler, şekil, çizelge ve fotoğraflardan kaynak göstermeden alıntı yapmak 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu hükümlerine tabidir.

FARKLI YÖNTEMLERLE ASPİR BİTKİSİ TOHUMUNDAN YAĞ ELDESİ VE BU YÖNTEMLERİN BİRBİRİ İLE KARŞILAŞTIRILMASI

FETHİYE TAKADAŞ

ÖZ

Ülkemizde ve dünyada artan nüfus ile birlikte, bitkisel yağ üretiminde ayçiçeği, soya gibi bitkiler dışında alternatif bitkilere yönelim başlamıştır. Aspir, kolza, kanola gibi bitkiler bu alternatif bitkiler arasındadır. Aspir bitkisi ise içerdiği linoleik asit miktarından dolayı büyük önem taşımaktadır. Bu yüksek lisans tez çalışmasında aspir bitkisi tohumundan farklı çözücüler ve yöntemlerle yağ ekstraksiyonu, ayrıca bu çözücülerin ve yöntemlerin birbiri ile karşılaştırılması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda beş farklı yöntem (klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu ve süperkritik akışkan ekstraksiyonu) ile kimyasal yapısı birbirinden farklı beş çözücü (dietil eter, petrol eteri, hekzan, aseton ve etanol) ile çalışmalar yapılmış, elde edilen yağlar gaz kromatografisi ile analiz edilmiştir.

Soxhlet ekstraksiyonunda hekzan kullanılarak tanecik büyüklüğünün etkisi incelenmiştir. Yapılan deneylere göre uygun tanecik büyüklüğü belirlenmiş (500µm – 1mm) ve deneylere bu tanecik büyüklüğü ile devam edilmiştir.

Genel olarak ekstraksiyon yöntemlerinin ve çözücü türlerinin incelendiği deneylerde ise; klasik çözücü, mikrodalga, ultrasonik ve süperkritik akışkan ekstraksiyonunda yaklaşık % 20 verime ulaşılmıştır. Sokslet ekstraksiyonunda ise en yüksek % 35 verim elde edilmiştir. Bunun yanı sıra en kısa ekstraksiyon süresi mikrodalga ekstraksiyonunda en uzun ekstraksiyon süresi klasik çözücü ve sokslet ekstraksiyonunda olmuştur. Saflaştırma işlemleri ile birlikte düşünüldüğünde ise toplamda en kısa işlem süresi süperkritik akışkan ekstraksiyonunda olmuştur.

Çözücü türlerine bakıldığı zaman kuru madde bazında ekstraksiyon verimi sırasıyla dietil eter > petrol eteri > hekzan > aseton > etanol olarak belirlenmiştir. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda kullanılan süperkritik karbondioksit ise organik çözücü olmaması toksik, yanıcı olmaması, ucuz olması açısından uygun bir çözücü olduğu düşünülmüştür.

Yapılan analizlerde her bir çözücü türü ve ekstraksiyon yöntemi için aspir bitkisi tohumu yağının % 70'inden fazlasının linoleik asit olduğu belirlenmiştir. İçerdiği yağ miktarı ve kalitesi açısından aspir yağının önemli olduğu anlaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Aspir, Ultrasonik, Mikrodalga, Süperkritik akışkan, Soxhlet

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Onur DÖKER, Mersin Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı.

EXTRACTION OF OILS FROM SAFFLOWER SEED VIA DIFFERENT METHODS AND COMPARISON OF THESE METHODS

FETHİYE TAKADAŞ

ABSTRACT

As a result of increase in population in our country and in world, a new trend of producing vegetable oils from alternative vegetables/plants except sunflower and soy bean has arised. Safflower, rapeseed(colza), canola are examples of these alternative vegetables. Safflower is garnered a great interest owing to its rich linoleic acid content.

In this master thesis, it is aimed to probe extraction oil from safflower via different kind of solvents and methods and to compare these solvents and methods in terms of variety of parameters which affect the process viability and the composition of the final product. To this end, five different methods (classical solvent extraction, soxhlet extraction, ultrasonic extraction, microwave extraction and supercritical extraction) and five solvents differing in chemical composition are studied and the obtained oils as final product are characterized by gas chromatography.

The effect of particle size using hexane in soxhlet extraction was examined. The experiments determined according to particle size (500µm – 1mm) and the experiments continued with this particle size.

Over all the experiments held to examine the extraction methods and solvent types; conventional solvents, microwave, ultrasonic, and supercritical fluid extraction has reached about 20% extraction yield (based on dry matter). In soxhlet extraction was obtain highest % 35 extraction yield. In additon, the shortest extraction time was reached in microwave extraction, the longest extraction time was reached in classical solvent extraction and soxhlet extraction. The short processing time in total when considered in conjunction with the purification process has been in supercritical fluid extraction

When it looks at the type of solvent the extraction yields (based on dry matter) of different solvents are sequenced as diethyl ether > petroleum ether > hexane > acetone > ethanol. Supercritical carbon dioxide used in supercritical fluid extraction are considered to be of a suitable solvent. Since supercritical carbon dioxide is the absence of organic solvent toxic, non-flammable, in terms of being cheap. Consequently, it is stated as a result of the analysis held after each extraction method and solvent that the oils extracted from safflower seed contains linoleic acid over %70 of its whole content. The safflower is pointed a major significance in terms of its oil content and quality.

Keywords: Safflower, Ultrasonic, Microwave, Supercritical fluid, Soxhlet

Advisor: Asst. Prof. Dr. Onur DÖKER, Department of Chemical Engineering, University of Mersin

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca her zaman bana destek olan, yanımda olan, yol gösteren, bilgilerinden faydalandığım Danışman Hocam; Yrd. Doç. Dr. Onur DÖKER'e,

Tavsiyeleri ile yol gösteren; Sayın Bölüm Başkanı, Prof. Dr. Ayla ÖZER' e ve Mersin Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümündeki değerli öğretim üyelerine,

Mersin Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Dekanı Sayın Prof. Dr. Ahmet Murat GİZİR'e ve araştıma görevlileri Erdal YABALAK ve Özkan GÖRMEZ'e,

Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde yaptığım deneyler için Uzm. Cihan GEÇGEL'e,

Yüksek lisans çalışmam boyunca yardımlarını esirgemeyip her zaman yanımda olan başta Onur ÜNLÜ olmak üzere ve Beyoğlu Gıda Ltd. Şti. çalışanlarına,

Hammadde temininde bize yardım eden Sayın Hakan ÇAKIROĞLU'na

Cumhuriyet Üniversitesi Kimya Mühendisliği öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Uğur SALGIN'a,

Deneylerim sırasında her zaman yanımda olan Deniz KÖLELİ'ye ve bilgilerini benimle paylaşan saygıdeğer ailesine,

Tezimin oluşturulmasında yardım eden Arş. Gör. İsmail Kutlugün AKBAY'a ve Tuğba TECİM'e ve Mersin Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümündeki Sevgili Yüksek Lisans öğrencilerine,

Eğitim hayatım boyunca her daim arkamda olan Sevgili Annem Sabahat TAKADAŞ ve Babam Nail TAKADAŞ'a,

Ablalarım Ezel TAKADAŞ, Nazmiye DESTİÖREN, abim Uğur DESTİÖREN'e ve varlığından her zaman güç alıp mutluluk duyduğum Aydın Eren DESTİÖREN'e En içten teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

| | Sayfa |
|--|------------|
| ABSTRACT | ii |
| TEŞEKKÜR | iii |
| İÇİNDEKİLER | iv |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | vi |
| ÇİZELGELER DİZİNİ | ix |
| 1.GİRİŞ | 1 |
| 1.1 ASPİR BİTKİSİ VE ÖZELLİKLERİ | 3 |
| 1.1.1Aspir Bitkisinin Botanik Özellikleri..... | 3 |
| 1.1.2 Yetiştirildiği Bölgeler | 4 |
| 1.1.3 Aspir Yağı..... | 6 |
| 1.1.4 Aspir Yağının Kullanım Alanları..... | 8 |
| 1.2 BİTKİSEL YAĞ ELDE ETME TEKNİKLERİ | 9 |
| 1.2.1 Soğuk Pres..... | 9 |
| 1.2.2 Ekstraksiyon..... | 9 |
| 1.2.2.1 Klasik çözücü ekstraksiyonu yöntemi | 9 |
| 1.2.2.2 Soxhlet ekstraksiyonu | 10 |
| 1.2.2.3 Ultrasonik ekstraksiyon..... | 11 |
| 1.2.2.4 Mikrodalga ekstraksiyonu | 12 |
| 1.2.2.5 Süperkritik akışkan ekstraksiyonu | 13 |
| 1.2.3 Ekstraksiyona Etki Eden Parametreler | 15 |
| 1.2.3.1 Çözücü seçimi..... | 15 |
| 1.2.3.2 Tanecik büyüklüğü | 16 |
| 1.2.3.3 Sıcaklığın etkisi | 16 |
| 1.2.3.4 Nem..... | 16 |
| 2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI | 18 |
| 3. MATERYAL ve YÖNTEM | 25 |
| 3.1 MATERYAL | 25 |
| 3.2 YÖNTEM | 25 |
| 3.2.1 Nem Tayini | 25 |
| 3.2.2 Öğütme..... | 25 |
| 3.2.3 Elek Analizi..... | 26 |
| 3.2.4 Klasik Çözücü Ekstraksiyonu | 26 |
| 3.2.5 Soxhlet Ekstraksiyonu | 26 |
| 3.2.6 Ultrasonik Ekstraksiyon..... | 27 |
| 3.2.7 Mikrodalga Ekstraksiyonu | 28 |
| 3.2.8 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu..... | 29 |
| 3.3 YAĞ ASİDİ KOMPOZİSYONUNUN BELİRLENMESİ | 31 |
| 3.3.1 Yağ Asidi Metil Esterlerinin Hazırlanması..... | 31 |
| 3.3.2 Gaz Kromatografisi Analizi..... | 32 |
| 4. BULGULAR ve TARTIŞMA | 34 |

| | |
|---|------------|
| 4.1. ASPİR TOHUMUNDAKİ NEM MİKTARI..... | 34 |
| 4.2. TANECİK BÜYÜKLÜĞÜNÜN EKSTRAKSİYON VERİMİNE ETKİSİ..... | 34 |
| 4.3. EKSTRAKSİYON VERİMİNE YÖNTEMİN ETKİSİ..... | 36 |
| 4.3.1. Klasik Çözücü Ekstraksiyonu Yöntemi..... | 36 |
| 4.3.1.1 Dietil eter..... | 37 |
| 4.3.1.2 Petrol eteri..... | 37 |
| 4.3.1.3 Hekzan..... | 38 |
| 4.3.1.4 Aseton..... | 39 |
| 4.3.1.5 Etanol..... | 40 |
| 4.3.2 Soxhlet Ekstraksiyonu..... | 42 |
| 4.3.3 Ultrasonik Ekstraksiyon..... | 45 |
| 4.3.3.1 Dietil eter..... | 46 |
| 4.3.3.2 Petrol Eteri..... | 47 |
| 4.3.3.3 Hekzan..... | 48 |
| 4.3.3.4 Aseton..... | 49 |
| 4.3.3.4 Etanol..... | 50 |
| 4.3.4 Mikrodalga Ekstraksiyonu..... | 52 |
| 4.3.5 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu..... | 56 |
| 4.4. EKSTRAKSİYON VERİMİNE ÇÖZÜCÜNÜN ETKİSİ..... | 60 |
| 4.4.1 Dietil Eter..... | 60 |
| 4.4.2 Petrol Eteri..... | 61 |
| 4.4.3 Hekzan..... | 62 |
| 4.4.4 Aseton..... | 63 |
| 4.4.5 Etanol..... | 63 |
| 4.5. YAĞ ASİDİ BİLEŞİMİNİN BELİRLENMESİ..... | 71 |
| 5. SONUÇLAR..... | 76 |
| KAYNAKLAR..... | 78 |
| EKLER..... | 82 |
| ÖZGEÇMİŞ VE ESERLER LİSTESİ..... | 103 |

ŞEKİLLER DİZİNİ

| | |
|--|----|
| Şekil 1. 1. Aspir çiçeği | 3 |
| Şekil 1. 2. Aspir tohumu kabuğu ve kabuk içi | 4 |
| Şekil 1. 3. Soxhlet cihazı..... | 11 |
| Şekil 1. 4. Ultrasonik ekstraksiyon sistemi | 12 |
| Şekil 1. 5. Mikrodalga ekstraksiyonu sistemi..... | 13 |
| Şekil 2. 1 Zamanın ve % genlik değerinin yağ verimine etkisi..... | 20 |
| Şekil 2. 2. Farklı çözücülerle elde edilen aspir yağının uçucu bileşen kompozisyonu | 21 |
| Şekil 2. 3. Tanecik büyüklüğünün zamanla yağ verimine etkisi..... | 22 |
| Şekil 3. 1. Bosch MKM 6000 kahve öğütücüsü görünümü. | 25 |
| Şekil 3. 2. Soxhlet ekstraksiyon sistemi..... | 27 |
| Şekil 3. 3. Ultrasonik su banyosu | 28 |
| Şekil 3. 4. Mikrodalga ekstraksiyonu sistem..... | 29 |
| Şekil 3. 5. Mersin Üniversitesi süperkritik akışkan ekstraksiyonu sistemi..... | 30 |
| Şekil 3. 6. Cumhuriyet Üniversitesi süperkritik akışkan ekstraksiyon sistemi | 31 |
| Şekil 3. 7. Gaz kromatografisi cihazı..... | 33 |
| Şekil 4. 1. Tanecik büyüklükleri a) elek altı b) 500 µm – 1 mm c) 1 mm – 2 mm | 35 |
| Şekil 4.2. Tanecik büyüklüğünün ekstraksiyon verimine etkisi..... | 36 |
| Şekil 4.3. Dietil eter ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 37 |
| Şekil 4.4. Petrol eteri ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 38 |
| Şekil 4.5. Hekzan ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 39 |
| Şekil 4.6. Aseton ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 40 |
| Şekil 4.7. Etanol ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 41 |
| Şekil 4.8. Klasik çözücü yönteminde çözücü türünün ekstraksiyon verimine etkisi..... | 42 |
| Şekil 4.9. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde çözücülere karşı % verim | 43 |
| Şekil 4.10. Soxhlet ekstraksiyonu ile elde edilen yağlar..... | 44 |
| Şekil 4.11. Soxhlet ekstraksiyonunda dietil eter ile yağ eldesinin sifon sayısına göre değişimi..... | 45 |
| Şekil 4. 12. Ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağ örneği..... | 46 |
| Şekil 4.13. Dietil eter ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 47 |
| Şekil 4.14. Petrol eteri ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 48 |

| | |
|--|----|
| Şekil 4.15. Hekzan ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 49 |
| Şekil 4.16. Aseton ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 50 |
| Şekil 4.17. Etanol ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi..... | 51 |
| Şekil 4.18. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde çözücü türünün ekstraksiyon verimine etkisi..... | 52 |
| Şekil 4.19. Mikrodalga ekstraksiyon tüpü..... | 53 |
| Şekil 4.20. Mikrodalga ekstraksiyonu ile elde edilen yağların görüntüsü..... | 54 |
| Şekil 4.21. Hekzan ile mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde zamanın ekstraksiyon verimine etkisi..... | 55 |
| Şekil 4.22. Mikrodalga ekstraksiyonuna çözücü türünün etkisi..... | 56 |
| Şekil 4.23. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda zamanla elde edilen yağ miktarındaki değişim (T=40°C, P=100 bar, q=0.2 ml/min)..... | 57 |
| Şekil 4.24. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda sıcaklığın ekstrakte edilen yağ miktarına etkisi (P : 300 bar, q : 3 ml/ min)..... | 58 |
| Şekil 4.25. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda sıcaklığın verime etkisi (P : 300 bar, q : 3 ml/ min)..... | 59 |
| Şekil 4.26. Dietil eter ile yağ eldesine ekstraksiyon türünün etkisi..... | 60 |
| Şekil 4.27. Petrol eteri ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi..... | 61 |
| Şekil 4.28. Hekzan ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi..... | 62 |
| Şekil 4.29. Aseton ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi..... | 63 |
| Şekil 4.30. Etanol ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi..... | 64 |
| Şekil 4.31. Farklı çözücüler kullanılarak yapılan ekstraksiyon süreçlerinin yağ..... | 65 |
| Şekil 4.32. Çözücü türünün ekstraksiyon verimine etkisi..... | 69 |
| Şekil 4.33. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi sonucu..... | 71 |
| e. 1. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde dietil eter ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 85 |
| e. 2. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde petrol eteri ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 86 |
| e. 3. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde hekzan ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 87 |
| e. 4. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 88 |
| e. 5. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde aseton ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 89 |
| e. 6. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde dietil eter ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 90 |
| e. 7. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde petrol eteri ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi..... | 91 |

| | |
|--|-----|
| e. 8. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde hekzan ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 92 |
| e. 9. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde aseton ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 93 |
| e. 10. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 94 |
| e. 11. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde petrol eteri ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 96 |
| e. 12. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde hekzan ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 98 |
| e. 13. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde aseton ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 100 |
| e. 14. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi | 102 |

ÇİZELGELER DİZİNİ

| | |
|--|----|
| Çizelge 1. 1. Türkiye' de yetiştirilen aspir bitkisinin çeşitleri ve özellikleri..... | 5 |
| Çizelge 1. 2. Aspir yağının fiziksel ve kimyasal özellikleri..... | 6 |
| Çizelge 1. 3. Aspir tohumu ağının yağ asidi kompozisyonu..... | 7 |
| Çizelge 2. 1. Sabit basınç ve akış hızında değişen sıcaklığın ekstraksiyon verimine etkisi..... | 19 |
| Çizelge 2. 2 Farklı ekstraksiyon yöntemleri ile çeşitli bitkilerden yağ eldesi ile ilgili süreli yayınlarda yayımlanan çalışmalar..... | 23 |
| Çizelge 3. 1. Yağ asidi kompozisyonunun belirlenmesi için gaz kromatografisi koşulları..... | 32 |
| Çizelge 4. 1 Çözücülerin fiziksel özellikleri..... | 70 |
| Çizelge 4.2. Soxhlet ekstraksiyonundan elde edilen aspir tohumu yağ kompozisyonu..... | 72 |
| Çizelge 4.3. Ultrasonik ekstraksiyondan elde edilen aspir tohumu yağ kompozisyonu..... | 74 |
| Çizelge 4.4. Mikrodalga ekstraksiyonundan elde edilen aspir tohumu yağ kompozisyonu..... | 75 |
| Çizelge e. 1 Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde dietil eter ile yapılan deneye ait deney sonuçları..... | 82 |
| Çizelge e. 2 Mikrodalga ekstraksiyon yönteminde aseton ile yapılan deneye ait deney sonuçları..... | 83 |

SİMGELER ve KISALTMALAR

AS : Aseton

DE : Dietil eter

EtOH : Etanol

HE : Hekzan

KE : Klasik çözücü ekstraksiyonu

ME : Mikrodalga ekstraksiyonu

n : Yapılan deney sayısı

PE : Petrol eteri

SSC CO₂ : Süperkritik karbondioksit

SFE : Süperkritik akışkan ekstraksiyonu

SE : Soxhlet ekstraksiyonu

UE : Ultrasonik ekstraksiyon

1.GİRİŞ

Temel besin maddelerinden biri olan yağ, insan beslenmesinde önemli bir yere sahiptir. Yetişkin bir insanın günlük faaliyetlerini sürdürebilmesi için yaklaşık 2000 kaloriye ihtiyacı vardır, bunun 650 – 700 kalori kadarının bitkisel yağlardan karşılanması gerekmektedir. Dünyadaki artan nüfus ile birlikte üretilen yağ miktarı insanlar için gerekli olan yağ miktarını karşılayamamaktadır. Türkiye'nin yıllık bitkisel yağ üretimi yaklaşık 1 milyon 354 bin tondur. Ülkemizde üretilen bitkisel yağların % 44'ü ayçiçeğinden, % 16'sı soyadan, % 13'ü pamuk çiğitinden, % 11'i zeytinden, % 9'u kolzadan ve geri kalan % 7'si mısır, keten tohumu ve susam gibi diğer yağ bitkilerinden elde edilmektedir. Ancak, yağ bitkileri ve bitkisel yağ üretimimiz tüketimimizi karşılayamadığı için her yıl ham ve rafine yağ ile yağlı tohum küspesi olarak bir milyar doların üzerinde yağlı tohum ithalatı yapılmaktadır. Nüfus artışı ile birlikte, Türkiye'nin bitkisel yağ açığı her geçen yıl ürkütücü boyutlarda artış göstermektedir. Bu nedenle bitkisel yağ üretimine katkıda bulunacak ve yağ açığımızın giderilmesinde etkili olacak yeni yağ bitkileri ile ilgili yapılan çalışmalar üzerinde önemle durulması gerekir. Kanola yağı, soya fasulyesi yağı, bezir yağı gibi bazı bitkisel yağlar alternatif oluştururlar. Aspir bitkisi de bu grubu oluşturan bitkilerden birisidir.

Yağı için yetiştirilen bitkilerden biri olan aspir tohumlarındaki yağ oranı % 48'e kadar çıkabilmektedir. Açık renkli olan yağı, daha çok doymamış yağ asitlerinden linoleik asiti içermektedir. Aspir, ülkemiz yağ açığını kapatma açısından büyük potansiyele sahip ve çok yönlü kullanımı olan kışlık bir yağ bitkisidir. Aspir tohumları yağ üretiminde, çiçek taç yaprakları ise gıda, tekstil ve yöresel yemeklerde renk verici olarak kullanılmaktadır. Yalancı safran olarak bilinen, aspir çiçeği taç yapraklarından sarı ve kırmızı renkli boyar madde içeren kartamin (% 0.3 – 0.6) elde edilir. Katraminin tıbbi olarak menopoz problemlerinde, kalp-damar hastalıkları ve travmaya bağlı şişliklerde kullanıldığı, ayrıca hipertansiyonu ve kolesterolü düşürüp, kan akışını hızlandırdığı bildirilmektedir.

Ayrıca aspir bitkisi doğal boya elde edilmesinde de kullanıma çok elverişlidir. Son zamanlarda, özellikle hazır gıdalarda kullanılan sentetik boyaların insan sağlığı üzerine olumsuz etkilerinin saptanması, bu maddelerin gelişmiş ülkelerde kullanımlarının kısıtlanması veya yasaklanması doğal gıda boyalarına olan ilginin artmasına neden olmuştur. Bu açıdan aspir çiçeklerinin taç yaprakları doğal gıda boyasının eldesi (Natural Red 26) olarak büyük önem taşımaktadır.

Aspir tohumlarından elde edilen yağ, yemeklik yağ üretimi yanında, sabun, boya, vernik ve cila üretiminde kullanılmaktadır. Tohumlarından elde edilen yağın yüksek oranda doymamış yağ asitleri (% 78 linoleik asit) ve E vitamini içermesi nedeniyle insan beslenmesindeki önemi her geçen gün artmaktadır. Diğer yağlı tohumlu bitkilere nazaran kurağa, soğuğa ve tuzluluğa toleranslı, yazlık ve kışlık tiplerinin geliştirilmiş olması, farklı iklimlerde ve farklı zamanlarda yetiştirilebilmesi nedeniyle kuru ve sululu tarım alanlarında münavebeye girerek bitkisel yağ açığımızın kapatılmasında oldukça önemli potansiyele sahip alternatif bir bitkidir.

Bitkisel yağlar genel olarak soğuk pres, su buharı destilasyonu ve farklı ekstraksiyon çeşitleriyle elde edilir. Her bir yöntemin kendi içerisinde avantajları ve dezavantajları bulunmaktadır.

Aspir bitkisinden yağ eldesinde çeşitli yöntemler kullanılır. Bu yöntemlerden en çok kullanılanları; soxhlet ekstraksiyonu, su buharı destilasyonu, soğuk pres yöntemi, ultrasonik ekstraksiyon ve son zamanlarda gelişmekte olup alternatif yöntem olan süperkritik akışkan ekstraksiyonudur.

Bu yüksek lisans çalışmasının amacı son zamanlarda içerdiği linoleik asit miktarı açısından önem kazanan aspir tohumu yağı eldesi için endüstriyel olarak tercih edilen soğuk pres yöntemine alternatif yöntemler geliştirmektir. Aynı zamanda farklı yöntemler ve çözücüler kullanarak uygun yöntem ve çözücünün belirlenmesidir.

1.1 ASPIR BİTKİSİ VE ÖZELLİKLERİ

Aspir (*Carthamus tinctorius*) *Compositae* familyasından, dikenli ve dikensiz çeşitleri olan tek yıllık yağlı tohumlu bir bitkidir. 2.3 – 3.0 m derinlere gidebilen kazık kök sistemine sahip olması nedeniyle kurak alanlara uyumu yüksektir. İnsanoğlunun tohumları için kültüre aldığı en eski bitkilerden biridir (Şimşekli 2010).



Şekil 1. 1. Aspir çiçeği

1.1.1 Aspir Bitkisinin Botanik Özellikleri

Aspir çok dallı, otsu, yapraklarında uzun ve keskin dikenleri olan yıllık bir bitkidir. Güçlü, kalınlaşmış kazık köklere sahiptir. Bitki sert, dairesel kesitli, temelde kalın olan fakat uzadıkça incelen tüysüz gövdelidir. Yaprakları belirli dönemlerde dökülen genellikle koyu yeşil, sapsız, tüysüz ve orta damarı belirgindir.

Aspir kökleri 2 – 3 m derine kadar uzanmasıyla birlikte, mevsim koşullarına bağlı olarak boyu 50 – 200 cm uzunluğunda değişir. Tohum boyu 6 – 10 mm uzunluğundadır, ayçiçeği tanesine benzer ama daha küçük ve serttir. Tohumun yaklaşık % 50'si kabuktur. Aspir tohumunun kabuğu ve iç kısmı Şekil 1.2'de gösterilmiştir. (Yılmaz, 2009).



Şekil 1. 2. Aspir tohumu kabuğu ve kabuk içi

1.1.2 Yetiştirildiği Bölgeler

Aspir bitkisi, ülkemizde Eskişehir, Yozgat, Ankara, Çorum, Çankırı, Niğde, Burdur ve Konya illerinde yağ bitkisi olarak, çiçeklerinden boyacılıkta ve gıda çeşnisi olarak faydalanmak amacıyla üretimi yapılmaktadır. Kişi başına düşen yağ tüketiminin 17.5 kg olduğu ülkemizde bitkisel yağ kaynağı olarak ayçiçeği, pamuk tohumu, susam, soya, haşhaş, yer fıstığı, kolza, aspir gibi yağlı tohumlar ile zeytin meyvesinden faydalanılmaktadır. Aspir yağı ABD’de, Avrupa’da ve bazı Asya ülkelerinde yemeklik yağ olarak tüketilmektedir (Bayrak 1997).

Aspir yetiştirme istekleri açısından hem seçici değildir, hem de diğer yağlı tohumlulara göre düşük sıcaklıklara (-12°C’ye kadar) daha dayanıklıdır. Kurağa dayanıklı olması ve sulanmadan yetiştirilmesi değişik koşullarda üretim imkânını sağlamakta, özellikle su faktörünün kısıtlayıcı etkisinden dolayı nadas uygulanan kuru tarım alanlarında önerilecek bir bitki olmaktadır (Yılmazlar 2008).

Aspir; soya, kolza, ayçiçeği gibi diğer yağlı tohumlu bitkilere oranla son dönemlerde önemi artan iklim değişikliklerinden dolayı daha da ön plana çıkmaktadır. Farklı iklim koşullarına uyum sağlayabilmesi, bakımının, yetiştiriciliğinin kolay olması ziraî açıdan büyük önem taşımaktadır. Tüm bu uygun yetiştiriciliğinin yanında aynı zamanda içerdiği yağ miktarının yüksek olması, yağ kalitesinin iyi olması, linoleik asit miktarınca zengin olması gibi özellikleri aspir yağını diğer yağlı tohumlardan ayıran önemli faktörlerdir. Bu özelliklerinden dolayı, Türkiye bitkisel yağ ve karma yem sektörleri için potansiyel hammadde kaynağı

olması, alternatif alanlarda yetiştirilebilmesi, ekim nöbetine girebilmesi, nadas alanlarını değerlendirmesi ve bu özelliklerinden dolayı hububat alanlarını daraltma ve gıda güvencesini tehdit etme gibi konularda önemli bir risk oluşturmayacağı için üzerinde önemle durulması gereken bir yağlı tohum bitkisidir (İlkdoğan, 2012).

Türkiye'de yetiştirilen aspir bitkisinin çeşitleri ve özellikleri Çizelge 1.1'de verilmiştir.

Çizelge 1. 1. Türkiye' de yetiştirilen aspir bitkisinin çeşitleri ve özellikleri

| ÇEŞİTLER | DİKENLİLİK | ÇİÇEK RENGİ | BİTKİ BOYU (cm) | TANE RENGİ | YAĞ ORANI (%) |
|----------------------|-------------------|--------------------|------------------------|-------------------|----------------------|
| YENİCE | Dikensiz | Kırmızı | 100 – 120 | Beyaz | 24 – 25 |
| DİNÇER | Dikensiz | Turuncu | 90 – 100 | Beyaz | 25 – 28 |
| REMZİBEY – 05 | Dikensiz | Sarı | 60 – 80 | Beyaz | 30 – 33 |
| BALCI | Dikenli | Sarı | 55 – 70 | Krem | 38 – 40 |

1.1.3 Aspir Yağı

Tohumunda ortalama % 40 oranında yağ bulunan aspir bitkisi yağlı tohumlar arasında bulunan bitkiler içerisinde büyük öneme sahiptir (http://www.albiyobir.org.tr/files/bdizel/yagli_tohum.pdf). Yüksek linoleik ve oleik asit miktarlarına göre iki çeşittir. Aspir yağının fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 1.2'de verilmiştir (Çiftçi, 2006).

Çizelge 1. 2. Aspir yağının fiziksel ve kimyasal özellikleri

| | Oleik asit | Linoleik asit |
|--------------------------|-------------------|----------------------|
| D₂₀ | 0.910 – 0.916 | 0.922 – 0.927 |
| V₂₀ | 70 – 75 | 52 – 54 |
| nD₂₀ | 1.470 – 1.474 | 1.474 – 1.478 |
| Katılma Noktası | | -15 |
| İyot İndisi | 91 – 95 | 135 – 150 |
| Sabunlaşma Sayısı | 188 – 198 | 186 – 198 |

Aspir yağ asitlerinin gaz kromatografisi ile tespit edilen yağ asitleri kompozisyonu toplam yağ asitleri yüzdesi olarak Çizelge 1.3'de görüldüğü gibidir (Türk Gıda Kodeksi 2012).

Çizelge 1. 3. Aspir tohumu ağının yağ asidi kompozisyonu

| Yağ asidi | Yüksek linoleik asit | Yüksek oleik asit |
|------------------------------|----------------------|--------------------|
| Kaproik | TED | TED |
| Kaprilik | TED | TED |
| Kaprik | TED | TED |
| Laurik | TED | TED – 0.2 |
| Miristik | TED - 0.2 | TED – 0.2 |
| Palmitik | 5.3 – 8.0 | 3.6 – 6.0 |
| Palmitoleik | TED – 0.2 | TED – 0.2 |
| Margirik | TED – 0.1 | TED – 0.1 |
| Heptadesonik | TED – 0.1 | TED – 0.1 |
| Stearik | 1.9 – 2.9 | 1.5 – 2.4 |
| Oleik | 8.4 – 21.3 | 70.0 – 83.7 |
| Linoleik | 67.8 – 83.2 | 9.0 – 19.9 |
| Linolenik | TED – 0.1 | TED – 1.2 |
| Araşidik | 0.2 – 0.4 | 0.3 – 0.6 |
| Eikosenoik (Gadoleik) | 0.1 – 0.3 | 0.1 – 0.5 |
| Eikosadienoik | TED | TED |
| Behenik | TED – 0.1 | TED – 0.4 |
| Dokosenoik | TED – 1.8 | TED – 0.3 |
| Dokosadienoik | TED | TED |
| Lignoserik | TED – 0.2 | TED – 0.3 |
| Nervonik | TED – 0.2 | TED – 0.3 |

TED: Tespit edilemeyen düzey (\leq % 0.05)

1.1.4 Aspir Yağının Kullanım Alanları

İnsan sağlığı açısından yağlardaki toplam doymamış yağ asidi oranı büyük öneme sahiptir. Yemeklik yağ olarak kullanılan ayçiçeği yağında % 86 oranında doymamış yağ asidi bulunmaktadır. Aspir bitkisinin tohumundan elde edilen yağlarda ise bu oran % 90 – 93 civarındadır. Bu bilgiler doğrultusunda aspir tohumundaki doymamış yağ asidi oranının ayçiçeğine göre yüksek olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca günümüzde oleik asit (Omega 9) oranı yüksek yağlar önem kazanmaktadır. Zeytin yağında bu oran % 56 – 83 arasında değişiklik gösterirken, aspir tohumunun yağında % 85 civarındadır. Aynı zamanda aspir yağının yüksek oleik asitli ve yüksek linoleik asitli olarak iki farklı çeşitte olması her iki türün de kendi içinde önemli olduğu durumlarda kullanılabilirliğini ve genel olarak kullanılan ayçiçeği ve zeytin yağının önemli bir ikame ürünü olmasını sağlamaktadır.

Yapılan araştırmalarda yüksek oleik asitli (% 85) aspir yağlarının yanı sıra yüksek linoleik asitli yağlarında önemli olduğu görülmüştür. Linoleik tipteki yağlar ise, yüksek oranda doymamış (ayçiçeği yağından daha yüksek) ve düşük oranda da doymuş yağ asidi (ayçiçeği yağından daha düşük) içerir. Bu haliyle tüketmeye alıştığımız birçok yağdan daha kalitelidir (İşler, 2015).

Aspir bitkisinin diğer kullanım alanları, yağından biodizel üretimi, sapının yakacak olarak kullanılması ve taç yapraklarından boyar madde eldesi sıralanabilir. Taç yapraklarından elde edilen boyar madde gümlük olarak tükettiğimiz pek çok meşrubat ve makarnalarda kullanılabilir. Genel olarak aspir bitkisi geniş bir kullanım alanına sahiptir (Süer 2011, <http://www.mku.edu.tr/getblogfile.php?keyid=1022>).

1.2 BİTKİSEL YAĞ ELDE ETME TEKNİKLERİ

1.2.1 Soğuk Pres

İsviçre’de soğuk pres yağları 50°C’ye ulaşılmamış yağlar olarak tanımlanır. Bu yöntemde presleme (sıkma) işlemi gerçekleşir. Materyal ham olarak herhangi bir ön işleme maruz kalmadan sıkma işlemine tabi tutulur. Materyal sıcaklığa maruz kalmadığı için ısıl bozunmaya uğramaz. Bu yüzden bitkisel yağ elde edilmesi için uygun bir yöntemdir. Ayrıca ekstraksiyon sonrasında bir ayırma işlemine gerek duyulmaz. Endüstriyel olarak tercih edilen bir yöntemdir. Organik çözücü kullanmaması önemli bir avantajken, işlem esnasında mekanik aksamalarda yağ kalması ve tohumların kabukla birlikte sıkılması ise bu yöntemin dezavantajıdır.

1.2.2 Ekstraksiyon

Herhangi bir katı veya sıvı içinde çözünmüş halde bulunan bir bileşenin, bulunduğu fazdan uygun bir çözücü yardımı ile çıkarılması işlemine ekstraksiyon denir (Yalçın ve Gürü 2005). Bu işlem katı – sıvı veya sıvı – sıvı ekstraksiyon olarak adlandırılır. Ekstraksiyon kesikli veya sürekli olarak yapılabilir. Örneğin bitkisel tohumlardan yağ elde edilmesi organik çözücülerle sürekli ve kesikli ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak yapılabilir (Dölen, 2002). Ekstraksiyon işlemi farklı yöntemlerle uygulanabilir. Bunlardan bazıları; soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu, klasik çözücü ekstraksiyonu ve süperkritik akışkan ekstraksiyonudur.

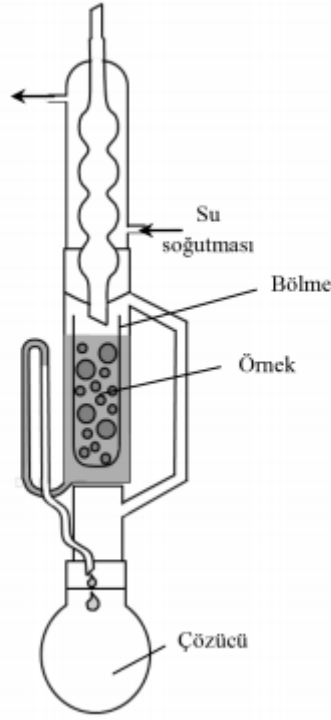
1.2.2.1 Klasik çözücü ekstraksiyonu yöntemi

Geleneksel ekstraksiyon yöntemi olup katı yapı, direkt olarak oda sıcaklığında çözücünün içerisine temas halinde bırakılır (Kılıç, 2008). Katı - sıvı ekstraksiyon yöntemi, petrol eteri, benzen, hekzan gibi uçucu olan çözücülerle ekstraksiyon esasına dayanmaktadır (Bozkırlı, 2007). İşletim koşulları zor olmayan basit bir yöntemdir. Katı materyal ince toz halinde ise kabın dibinde bir tabaka oluşturur. Bu durumda çözücü katı yapı içerisine tam olarak nüfuz edemez ve yeterli ekstraksiyon verimi sağlanamaz (Başer, 2010). Klasik çözücü ekstraksiyon yöntemi,

fazla miktarda çözücü gerektirmekte, uzun sürmekte, birden fazla basamak içermekte ve geride kalıntı bırakmaktadır (Şanal, 2004).

1.2.2.2 Soxhlet ekstraksiyonu

Soxhlet ekstraktörü; 1879 yılında Franz von Soxhlet tarafından katı bir deney numunesinden yağ ekstrakte edilmesi amacıyla icat edilen bir laboratuvar cihazıdır (Şekil 1.3). Yağ ekstrakte etmek için tasarlanmış olmasına rağmen bir bileşiği bir katıdan ekstrakte etmek zor olduğu her şartta kullanılabilir. Genellikle, kuru deney numunesi soxhlet ekstraktörüne yerleştirilen, filtre kâğıdından yapılmış yüksük şeklinde bir ekstraksiyon tüpüne konur. Ekstraktöre, çözücü içeren şilifli bir cam balon ve yoğunlaştırıcı takılır. Çözücü ısıtılır ve böylece buharlaştırılır. Sıcak çözücü buharı yoğunlaştırıcıya ilerler, yoğunlaşarak katı numunenin üzerine damlar. Numuneyi içeren ekstraksiyon tüpünün bulunduğu yüksük yoğunlaşan çözücü ile tam dolduğunda, yan geçiş kolunun seviyesine ulaşır ve sifon oluşarak çözücü tekrar cam balona boşalır. Bu yoğunlaşma, yükselme ve sifon döngüsü, "reflux" olarak adlandırılır ve sürekli tekrar edilir. Her döngü sırasında, katının içerdiği bir miktar yağ çözücüde çözünür. Ama çözücünün ısıtılan cam balonuna ulaştığında orada kalır, döngüye tekrar katılmaz. Bu durum, bu ekstraksiyon metodunun en önemli avantajıdır, sadece saf çözücü, katıyı ekstrakte etmek için buharlaşır ve yoğunlaşır, döngüye katılır. Bu nedenle, bir cam balonda katıyı çözücü içerisinde ısıtarak ekstrakte etme yöntemiyle karşılaştırıldığında soxhlet ekstraktörü ile uygulanan bu yöntemin verimi daha yüksektir. Bir ekstraksiyonun sonunda arta kalan çözücü, ekstrakte edilen yağı bırakarak döner buharlaştırıcısı ile uzaklaştırılabilir (Kayan 2009). Soxhlet ekstraksiyonu verim açısından yüksektir fakat işletim olarak oldukça uzun sürmesi bu yöntemin en belirgin dezavantajıdır. Ayrıca organik çözücü kullanımı esasında dayandığı için son dönemlerde alternatif yöntemlere yönelmesine sebep olmuştur.



Şekil 1. 3. Soxhlet cihazı

1.2.2.3 Ultrasonik ekstraksiyon

Bu işlem 20 – 2000 kHz arasındaki frekanslarda olan ses dalgalarının kullanımını kapsamaktadır. Buradaki ses dalgaları hücre duvarlarının geçirgenliğini artırır ve kavitasyon üretir. Ultrasonik ekstraksiyon bazı durumlarda avantajlı olsa da geniş ölçekli uygulamalar için yüksek maliyetli bir yöntemdir. İşlemin bir dezavantajı da yüksek ses dalgası sebebiyle bitki veya ilaç materyalinin bileşenlerinde istemeyen değişikliklere sebep olmasıdır (Handa vd, 2008).

Ekstraksiyon verimini artırmak için çözücü türü, sıcaklık ve sonikasyon genliği koşulları gibi farklı faktörleri optimize etmek gereklidir. Ekstraksiyon verimini etkileyen diğer parametreler; sonikasyon zamanı, örnek tanecik büyüklüğü, örnek miktarı ve kullanılan cihazdır. Son zamanlarda, çözücü miktarını azaltmayı sağlamak için analitik örnek hazırlama işlemlerine özel önem verilmektedir (Büyüktuncel, 2012).



Şekil 1. 4. Ultrasonik ekstraksiyon sistemi

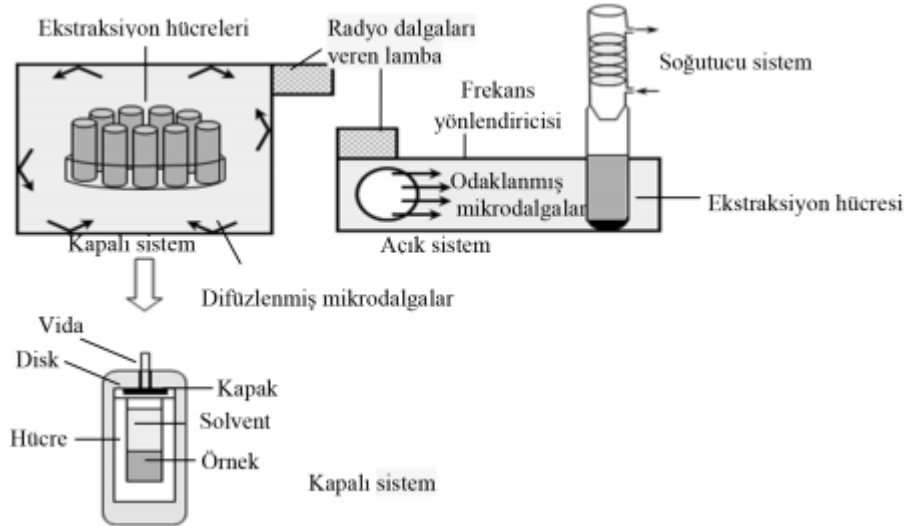
1.2.2.4 Mikrodalga ekstraksiyonu

Mikrodalga ekstraksiyonu yöntemi son zamanlarda alternatif olarak tercih edilen bir ekstraksiyon yöntemidir. Mikrodalga yüksek frekanslı elektromanyetik dalgadır (300 – 300000 MHz). Mikrodalga enerji kullanılarak ısıtmanın prensibi, iyonların iletimi ve dipol rotasyonu (dönme) yoluyla molekül üzerine mikrodalga'nın direkt etkisi temeline dayanır. Çoğu uygulamada bu iki mekanizma eş zamanlı meydana gelir. İyonik iletim, bir manyetik alan uygulandığında iyonların elektroforetik göçüdür. Çözeltinin bu iyon akışına direnci sürtünme (frikasyon) ile sonuçlanır ve böylece çözelti ısınır. Dipol rotasyonu, uygulanan manyetik alanla dipollerin yeniden düzenlenmesi anlamına gelir.

Ticari sistemlerde kullanılan 2450 MHz'de dipoller düzenlenir ve saniyede 534 defa rastgele dağılır. Bu zorlanmış moleküler hareket, ısınmayla sonuçlanır. Mikrodalga ekstraksiyonunda (ME) mikrodalga ışıması, ekstraksiyon çözücüsü ve böylece de örneği ısıtmak için kullanılır. Başarılı bir ekstraksiyon gerçekleştirmek

için uygun çözücü seçimi çok önemlidir. Seçilen çözücülerde mikrodalga ışımasını absorplaması, çözücünün katı yapıyla etkileşimi ve analitin çözücüdeki çözünürlüğü göz önüne alınmalıdır. Daha büyük dipol momente sahip olan çözücü, mikrodalga ışıması altında daha hızlı ısınacaktır.

Temel olarak iki tip ME sistemi kullanılabilir: Kapalı kap sistemi (kontrollü sıcaklık ve basınç altında) ve açık kap sistemi (atmosfer sıcaklığında). Her iki sistem de Şekil 1.5'te gösterilmiştir. Kapalı kap sisteminde hücreler eşzamanlı olarak ısıtılırken, açık sistemde kaplar sıralı olarak ısıtılır. Açık kaplarda sıcaklık çözücünün atmosferik basınçta kaynama noktasıyla sınırlıyken, kapalı kaplarda sıcaklık uygulanan basınçla yükseltilebilir. Kapalı kap sisteminin uçucu bileşikler olması durumunda en uygun sistem olduğu görülmektedir (Büyüktuncel, 2012).



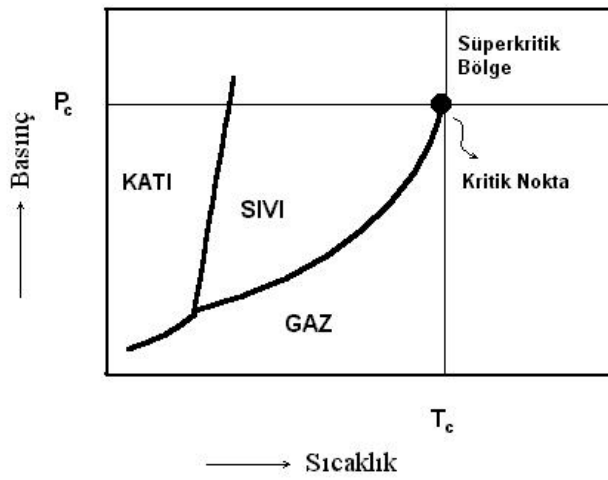
Şekil 1. 5. Mikrodalga ekstraksiyonu sistemi

1.2.2.5 Süperkritik akışkan ekstraksiyonu

Bir süperkritik akışkan, "sıcaklığı ve basıncı kendi kritik sıcaklığı ve basıncının üstünde olan, gaza benzeyen, içinde bulunduğu kabı doldurup onun şeklini alabilen ve sıkıştırılabilen bir akışkan" olarak tanımlanmaktadır. Süperkritik akışkan bir sıvı değildir fakat sıvıya benzer bir yoğunluğa (0.1 – 1 g/ml) ve çözücü gücüne sahiptir.

Kritik sıcaklık, bu sıcaklığın yukarısında bir gazın basıncını yükseltmek suretiyle sıvılaştırılmasının mümkün olmadığı sıcaklıktır. Kritik basınç ise, kritik

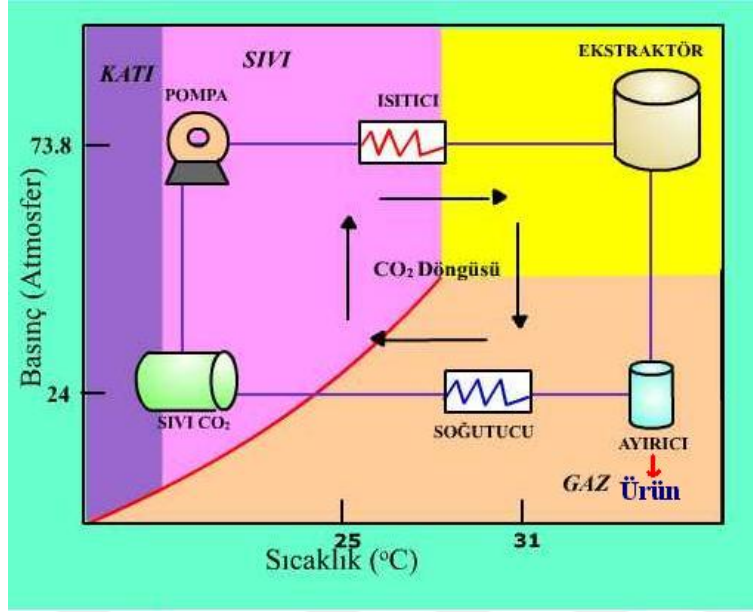
sıcaklıktaki bir gazın sıvılaştırabilmesi için gerekli olan basınçtır. Bir basınç - sıcaklık diyagramında, kritik sıcaklık ve kritik basınç noktalarından diğer eksene çizilen yatayların kesim noktasının (kritik nokta) ötesinde kalan bölge "süperkritik akışkan" bölgesi olarak adlandırılır (Şekil 1.6). Bu bölgede madde hem sıvı hem de gaz özelliklerini beraberinde taşır. Bu nedenle bu bölgedeki madde ne sıvı ne de gaz olarak kabul edilir. Sadece "akışkan" olarak adlandırılır (Yucayurt, 2008).



Şekil 1.6. Saf bir sıvının faz diyagramı

Ekstraksiyonda süperkritik akışkan kullanılmasının klasik çözücü kullanımına göre bazı avantajları vardır. Örneğin, süperkritik akışkanlarla ekstraksiyon hızlıdır. Sahip oldukları düşük viskozite onlara, sıvılara nazaran daha iyi bir kütle transferi karakteristiği sağlar. Sıvı ekstraksiyon süreleri birkaç saatten birkaç güne değişirken kantitatif bir süperkritik akışkan ekstraksiyonu 10 – 60 dakikada tamamlanmaktadır.

Süperkritik akışkanlarla ekstraksiyon için en çok kullanılan ve en güvenli süperkritik akışkan olarak karbondioksit tercih edilir. Çünkü kritik sıcaklığı neredeyse oda sıcaklığının hemen üzerinde (31.42°C) olup, kritik basıncı ise ulaşılması güç bir basınç değildir (73.8 bar). Bunun yanı sıra yamcı ve patlayıcı özelliğe sahip olmaması, inert olması, toksik olmaması, kokusuz ve ucuz olması da diğer avantajlarıdır (Başer, 2010).



Şekil 1.7. Süperkritik akışkan ekstraksiyonu sistemi

1.2.3 Ekstraksiyona Etki Eden Parametreler

Ekstraksiyon sistemi genel olarak aynı temele dayansa da çok çeşitli ekstraksiyon süreçleri vardır ve süreçlerin çalışma prensiplerine bağlı olarak sisteme etki eden birçok parametre mevcuttur. Bunların başında, sıcaklık, basınç, tanecik büyüklüğü, nem, çözücü türü olarak gelmektedir. Bu parametrelerin bazıları aşağıda incelenmiştir.

1.2.3.1 Çözücü seçimi

Hedeflenen bileşenin ekstraksiyonu için uygun çözücünün seçilmesi gereklidir. Çeşitli çözeltiler değişik kompozisyonlarda farklı verim sağlayacaktır. "Benzer benzeri çözer" kuralı nedeniyle ekstrakte edilecek materyalin kimyasal yapısı çözücü seçimini etkileyen ilk parametredir (Yılmaz, 2009).

Çözücüler arasında polar protik, polar aprotik ve apolar çözücüler olarak farklı polarite grupları vardır. Bu çözücüler sahip oldukları dipol momente göre seçimlilik gösterirler.

Çözücü seçiminde viskozite de polarite kadar önemlidir. Düşük viskoziteye sahip çözücüler kolay diffüzenir. Çözücü katı yapının porlarından daha rahat geçer. Böylece daha hızlı ve kolay bir ekstraksiyon gerçekleşir (Rezaie vd. 2015).

1.2.3.2 Tanecik büyüklüğü

Ekstraksiyon işlemlerini gerçekleştirirken en iyi verim ve ürün kalitesinin sağlanabilmesi için önemli parametrelerden biri de ekstrakte edilecek taneciğin büyüklüğüdür. Ekstraksiyon işleminin temelini oluşturan difüzyon olayı tanecik büyüklüğü ile doğrudan ilişkilidir. Tanecik büyüklüğü küçüldükçe difüzyon ve dolayısı ile ekstraksiyon işlemi kolaylaşır ve böylece ekstraksiyon verimi de artar. Ancak bu artış belli bir değere kadar devam eder. Belli bir noktadan sonra artış ya durur ya da azalır. Bu yüzden optimum verim sağlanabilmesi için uygun tanecik büyüklüğü belirlenmelidir (Başer, 2010).

1.2.3.3 Sıcaklığın etkisi

Ekstraksiyon işleminin kullanılan çözücünün kaynama noktasına yakın sıcaklıkta yapılması, ekstraksiyon hızını arttırır. Ekstraksiyon sıcaklığının yükselmesi ile çözücü ve çözünenin viskozitesi düşmekte ve kütle aktarım dirençleri azalmaktadır. Bu durumda çözücü katı yapı içine kolayca nüfuz ederek çözünen bileşikler daha kısa sürede çözebilmektedir (Yılmaz 2009). Aynı zamanda sıcaklık artışıyla çözücünün yoğunluğu azalmaktadır. Azalan yoğunlukla birlikte çözücünün çözme gücü de düşer. Bu durumda viskozitenin azalışı ve yoğunluğun azalması birbiri ile yarışmalı olarak etki eden parametrelerdir. Viskozitedeki azalma ve yoğunluktaki azalma miktarının farkı ekstraksiyon veriminin azalmasını veya artmasını belirler.

Sıcaklık artışı istenmeyen maddelerin bozunma olayını da beraberinde getirir. Bu sebeple ekstrakte edilecek maddelerin hangi sıcaklığa kadar bozunma olmaksızın çıkabileceğinin bilinmesi gerekir (Başer, 2010).

1.2.3.4 Nem

Katı yapının taşıdığı nem miktarı ekstraksiyon işleminde büyük önem taşımaktadır. Çözücünün derişimini değiştirerek farklı özellikteki ürünlerin eldesine sebep olabilir. Ortamdaki nemin artması ile karışımın yoğunluğu, viskozitesi, polaritesi değişir. Bu durumda ekstraksiyon verimi de değişecektir. Öte yandan

verim hesaplamalarının kuru madde üzerinden yapılabilmesi için nem miktarının tayin edilmesi gereklidir (Başer, 2010)



2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI

Bitkisel yağ elde edilmesinde çok çeşitli yöntemlerle çalışılmıştır. Bu bölümde süreli yayınlarda aspir tohumundan farklı ekstraksiyon çeşitleri ile yağ eldesi incelenecektir.

Aspir tohumundan yağ eldesinin yapılmış olduğu yüksek lisans tez çalışmasında (Yılmaz, 2009) süperkritik akışkan ekstraksiyonu ve soxhlet ekstraksiyonu yöntemleri kullanılmıştır. Soxhlet ekstraksiyonu ile yapılan çalışmada verim kuru madde üzerinden ancak sekiz saatin sonunda %40 olarak belirlenmiştir.

Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda akış hızının, akışkan yoğunluğunun, sıcaklığın ve basıncın etkisi incelenmiştir.

Sabit sıcaklık ve basınçta süperkritik CO₂ akış hızı 1, 2 ve 3 ml/min olarak değiştirilmiştir. Artan akış hızıyla yağ veriminin de arttığı görülmüştür. Soxhlet ekstraksiyonu ile elde edilen toplam yağ miktarı temel alınarak, 100 dakikada 1 ml/min akış hızında toplam yağın % 26.03'ü, 2 ml/min akış hızında % 47,50'si ve 3 ml/min akış hızında ise % 63.23'ü elde edilmiştir. 3 ml/min akış hızında ise sürenin artmasıyla da elde edilen yağ miktarının arttığı görülmüştür. Yağın 80 dakikada % 60.00'ı, 100 dakikada % 63.23'ü, 120 dakikada ise % 64.68'i, elde edilmiştir. Artan ekstraksiyon süresi ile yağ veriminin arttığı söylenmiştir.

Sabit sıcaklık ve akış hızında basıncın etkisi incelenirken 323 K sıcaklıkta ve 3 ml/min akış hızında, 30, 40, 50, 55 ve 60 MPa basınçta deneyler yapılmıştır. Artan basınç ile 55 MPa'a kadar elde edilen yağ veriminin arttığı görülmüştür. 55 MPa'dan 60 MPa'a geçerken yağ veriminde düşme gözlenmiştir. 55 MPa basınçta soxhlet ekstraksiyonunda elde edilen toplam yağ miktarının % 77.20'si elde edilmiştir. 60 MPa'da ise yağın % 67.45'i elde edilmiştir.

Çalışmada aynı zamanda ekstraksiyon süresinin farklı sıcaklık değerlerinde etkisi incelenmiş sonuçlar Çizelge 2.1'de verilmiştir. Ekstraksiyon süresi artması ile ekstraksiyon veriminin arttığı ancak ekstraksiyon hızının azaldığı görülmüştür.

Çalışılan her ekstraksiyon süresi için sıcaklığın artması ile 55 MPa'a kadar verimin arttığı, 55 MPa'dan sonra azaldığı görülmüştür. 60 dakikada 323 K'de soxhlet

ekstraksiyonu ile elde edilen toplam yağın %79.80'i, 328 K'de %84.55'i ve 333 K'de %93.03'ü elde edilmiştir.

Çizelge 2. 1. Sabit basınç ve akış hızında değişen sıcaklığın ekstraksiyon verimine etkisi

| Zaman (min) | % Yağ Verimi | | |
|------------------------|---------------------|--------------|--------------|
| | 323 K | 328 K | 333 K |
| 20 | 24.37 | 26.78 | 31.53 |
| 40 | 30.81 | 32.65 | 36.32 |
| 60 | 31.92 | 33.82 | 37.21 |

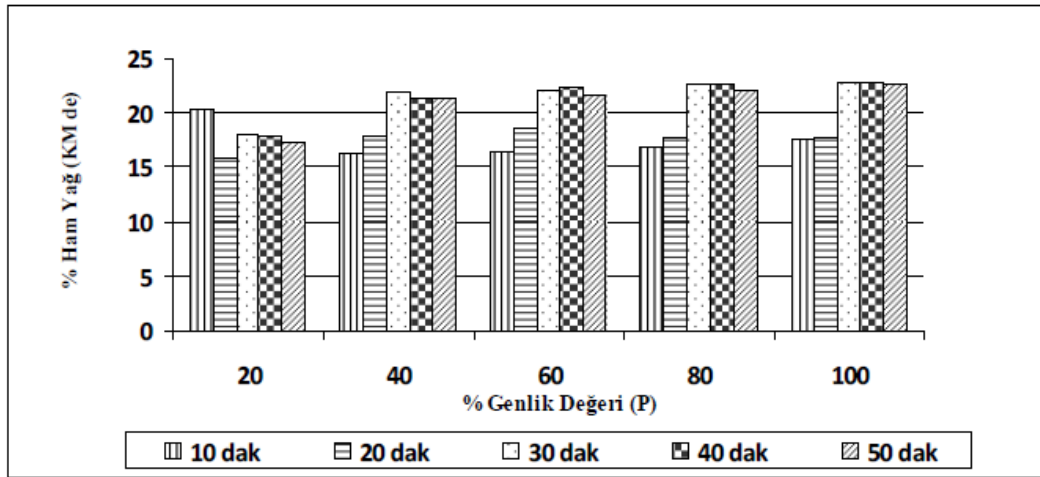
Sonuç olarak süperkritik akışkan ekstraksiyonu yönteminin uygun koşullarda aspir yağı eldesi için verimli olduğu söylenmiştir.

Şimşekli ve arkadaşlarının 2010 yılında yaptığı çalışmada aspir yağının ultrasonik ekstraksiyon ile eldesi incelenmiştir. Farklı ekstraksiyon süreleri kullanılarak klasik soxhlet metodu ile yapılan ham yağ ekstraksiyonunda en düşük % ham yağ (%22.83) 2 saat ekstraksiyon süresinde, en yüksek % ham yağ ortalaması ise (% 30.82) 12 saat ekstraksiyon süresinde elde edilmiştir (Çizelge 2.2). 2, 4 ve 6 saat ekstraksiyon süreleri sonunda elde edilen değerler arasında ve uygulanan 6, 8, 10 ve 12 saat farklı ekstraksiyon sürelerinin aspir örneklerinde % ham yağ eldesine etkisinin istatistiksel olarak farklı olmadığı söylenmiştir. 6 saatten sonra yapılan ekstraksiyonun artan süreye göre çok fazla verim arttırmadığı, artan verimin geçen süreye göre önemsiz olduğu görülmüştür. Bu durumda uygun ekstraksiyon süresi 6 saat olduğu söylenmiştir.

Çizelge 2. 2 Klasik soxhlet yöntemi ile farklı ekstraksiyon sürelerinde elde edilen % ham yağ ortalama değerleri

| Ekstraksiyon Süreleri (h) | % Ham Yağ |
|---------------------------|-----------|
| 2 | 22.83 |
| 4 | 25.03 |
| 6 | 27.86 |
| 8 | 30.02 |
| 10 | 30.64 |
| 12 | 30.82 |

Aspir tohumlarının ham yağ ekstraksiyonunda ultrason destekli ekstraksiyon uygulamasında zaman ile % genlik değeri interaksiyonunda optimum koşulların 30 dakika ekstraksiyon süresinde % 40 genlik değeri uygulaması olduğu önerilmektedir (Şekil 2.1). Fakat, uygulanan % 40 genlik değeri üzerindeki görülen küçük oransal ham yağ artışlarının sonunda elde edilen yağ miktarları, yüksek üretim kapasitelerinde önemsenebilir bir değere ulaşabileceğinden, gerekli maliyet analizleri yapılarak, üretilecek yağ oranından meydana gelen kâr ile enerji, zaman ve işçilik gibi diğer faktörler de hesaba katıldığında % 40 genlik değeri ve 30 dakikanın üzerine çıkabileceği söylenmiştir.



Şekil 2. 1 Zamanın ve % genlik değerinin yağ verimine etkisi

2011 yılında Jia ve arkadaşları tarafından yapılmış olan çalışmada aspir bitkisinden ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile yağ elde edilmiştir. Bu çalışmada

farklı çözücü çeşitlerinin ekstraksiyon verimine etkisi incelenmiştir. Diklorometan, dietileter, etanol, aseton ve etil asetat çözücü olarak kullanılmıştır. Ekstraksiyon verimleri % 4.35 ile % 13.85 arasında değişim göstermiştir. En yüksek verim etil asetat varlığında elde edilmiştir. Elde edilen yağ bileşimine GC analizi ile bakılmıştır. Elde edilen GC analizi sonuçları Şekil 2.2'de verilmiştir.

| No. | Retention time | Name of compounds | Molecular weight | Molecular formula | Content (%) | | | | | | | | | | |
|-----|----------------|--|------------------|--|-------------|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|---|
| | | | | | No. 1 | | | | | No. 2 | | | | | |
| | | | | | a | b | c | d | e | a | b | c | d | e | |
| 1 | 11.97 | 5-hydroxymethyl-2-Furanaldehyde | 126 | C ₆ H ₆ O ₃ | - | 8.41 | 0.66 | - | - | - | - | - | 0.9 | - | - |
| 2 | 18.49 | 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)- phenol | 206 | C ₁₄ H ₂₂ O | 1.05 | - | - | - | - | 1.46 | - | - | - | 1.07 | - |
| 3 | 24.48 | Tetradecanoic acid | 228 | C ₁₄ H ₂₈ O ₂ | - | 1.48 | 0.72 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 4 | 25.8 | 3,7,11,15-Tetramethyl-2-hexadecen-1-ol | 296 | C ₂₀ H ₄₀ O | 0.81 | 2.12 | 1.43 | - | 1.58 | - | - | - | - | - | - |
| 5 | 25.97 | 6,10,14-trimethyl-2-Pentadecanone | 268 | C ₁₉ H ₃₈ O | - | 0.83 | - | - | 0.57 | - | - | - | - | - | - |
| 6 | 28.79 | n-Hexadecanoic acid | 256 | C ₁₆ H ₃₂ O ₂ | 11.3 | 24.9 | 11 | 8 | 12.2 | 13.1 | 31.7 | 15.2 | 10.9 | 17.9 | - |
| 7 | 31.94 | (Z,Z)-9,12,15-Octadecatrienoic acid methyl ester | 292 | C ₁₉ H ₃₂ O ₂ | 5.14 | 9.49 | 3.84 | 5.68 | 4.61 | 14.6 | 30.3 | - | 12.6 | - | - |
| 8 | 32.02 | (Z,Z)-9,12-Octadecadienoic acid | 280 | C ₁₈ H ₃₂ O ₂ | 4.81 | 13.2 | 6.19 | - | 8.2 | - | - | 17.4 | 2.14 | 22.2 | - |
| 9 | 32.4 | Octadecanoic acid | 284 | C ₁₈ H ₃₆ O ₂ | 2.8 | 2.97 | 1.6 | 1.31 | 2.03 | - | 3.73 | 2.08 | - | 2.91 | - |
| 10 | 34.59 | Heicosane | 296 | C ₂₀ H ₄₂ | 3.04 | 2.19 | 5.71 | 3.3 | 5.3 | 2.6 | 1.41 | 3.9 | 1.52 | 2.77 | - |
| 11 | 35.83 | 7,9-Docosadiene | 338 | C ₂₂ H ₄₂ O ₂ | 5.47 | 11.4 | 7.18 | 3.64 | 8.14 | - | 4.2 | 4.38 | 1.31 | 2.96 | - |
| 12 | 37.83 | Pentacosane | 352 | C ₂₅ H ₅₂ | - | - | 1.61 | 1.74 | 1.34 | 1.95 | - | 1.92 | - | 2.07 | - |
| 13 | 38.11 | 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl hexadecanoic acid ester | 330 | C ₁₉ H ₃₆ O ₄ | 1.97 | - | - | - | - | - | - | - | 2.05 | - | - |
| 14 | 39.13 | Octacosane | 394 | C ₂₈ H ₅₈ | - | - | 6.41 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 15 | 41.86 | Nonacosane | 408 | C ₂₉ H ₆₀ | 10.1 | 1.62 | 13.6 | 22.3 | 8.33 | 19.9 | 1.35 | 20.5 | 18.5 | 8.48 | - |
| 16 | 45.64 | Stigmasta-5,22-dien-3-ol | 412 | C ₂₉ H ₄₈ O | - | - | 2.93 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 17 | 46.57 | γ-Sitosterol | 414 | C ₂₉ H ₄₈ O | 1.58 | - | 2.02 | - | 2.5 | 1.95 | - | 2.35 | - | 2.1 | - |
| 18 | 47.87 | Dotriacontane | 450 | C ₃₂ H ₆₆ | - | - | - | 28.1 | - | 19.9 | - | - | - | 2.97 | - |
| 19 | 48.13 | Nonacosanol | 424 | C ₂₉ H ₆₀ O | 10.8 | - | 10.1 | - | 6.38 | - | - | 12.5 | 18.5 | - | - |
| 20 | 50.33 | β-Amyrin | 426 | C ₃₀ H ₅₀ O | 2.03 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

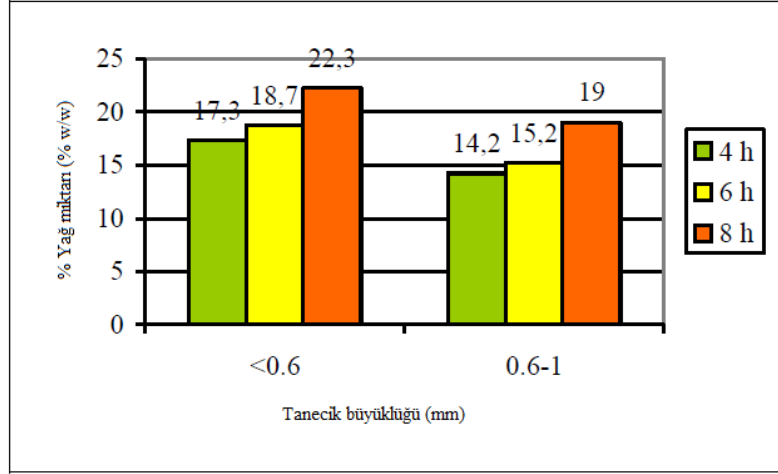
a, diethyl ether; b, ethanol; c, ethyl acetate; d, dichloromethane; e, acetone.

Şekil 2. 2. Farklı çözücülerle elde edilen aspit yağının uçucu bileşen kompozisyonu

Gibbins ve arkadaşlarının 2012 yılında yaptığı çalışmada aspir tohumundan çevre dostu ve ekonomik bir yöntemle kaliteli yağ üretimi hedeflenmiştir. Bu amaçla, Alcalase 2.5L ve Celluclast 1.5L enzimleri varlığında aspiden sulu fazda enzimatik ekstraksiyon yöntemiyle yağ eldesi incelenmiş ve reaksiyon parametreleri cevap – yüzey metodu kullanılarak optimize edilmiştir. Alcalase 2.5L enzimi varlığında yürütülen ekstraksiyon işleminde daha fazla miktarda yağ elde edilmesine karşın Celluclast 1.5L enzimi kullanıldığında reaksiyon parametrelerinin yağ miktarı üzerinde daha etkili olması sebebiyle Celluclast 1.5L ile optimizasyon gerçekleştirilmiştir. Soxhlet ve enzimatik ekstraksiyonla elde edilen yağların asit değeri, sabunlaşma değeri, sabunlaşmayan madde miktarı, serbest yağ asidi bileşimi ve kırılma indisi gibi fizikokimyasal özellikleri analiz edilerek kıyaslanmıştır.

Yapılan deneyler sonucu en çok % 33.3 oranında (% 79.7 verim) yağ elde edilmiştir. Yağ verimi üzerinde en etkili faktörlerin sırasıyla inkübasyon sıcaklığı, enzim miktarı ve tampon çözelti pH'ı olduğu saptanmıştır.

Şekil 2.3'te görüldüğü gibi her iki tanecik büyüklüğünde de kendi içindeki çalışmalarda ekstraksiyon süresi arttıkça yağ verimi artmaktadır. Fakat tanecik büyüklüğü ile ilgili yapılan çalışmalarda ise tanecik büyüklüğü arttıkça verimde bir azalış görülmektedir. Bunun nedeni düşük tanecik büyüklüklerinde kütle aktarım kısıtlamalarının azaldığı ve enzimlerin daha kolay diffüzenmesi ve büyük tanecik büyüklüklerinde ise kabuk ile tohum arasında homojenliğin sağlanamaması olduğu düşünülmüştür.



Şekil 2. 3. Tanecik büyüklüğünün zamanla yağ verimine etkisi

Sürelili yayınlarda aspir tohumundan yağ eldesi ile ilgili ve çeşitli bitkilerden farklı ekstraksiyon çeşitleri ile yapılan bazı çalışmalar genel olarak Çizelge 2.3'de verilmiştir.

Çizelge 2. 3 Farklı ekstraksiyon yöntemleri ile çeşitli bitkilerden yağ eldesi ile ilgili süreli yayınlarda yayımlanan çalışmalar

| KAYNAK | KATI YAPI | YÖNTEM | ÇÖZÜCÜ | VERİM (%) |
|------------------------------|---------------------------|--|---|------------------|
| Yılmaz vd. 2009 | Aspir Tohumu | Soxhlet | Hekzan | 40.00 |
| | | Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu | Süperkritik CO₂ | 36.90 |
| Şimşekli vd. 2010 | Aspir Tohumu | Soxhlet | Hekzan | 30.82 |
| | | Ultrasonik Ekstraksiyon | Hekzan | 22.10 |
| Jia vd. 2011 | Aspir Tohumu | Ultrasonik Ekstraksiyon | Etil Asetat | %3.85 |
| Gibbs vd. 2010 | Aspir Tohumu | Enzimatik Ekstraksiyon | Alcalese ve Celluclast Enzimleri | 33.30 |
| Jokic vd. 2012 | Soya Fasulyesi | Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu | Süperkritik CO₂ | 18.00 |
| Tian vd. 2013 | Nar | Ultrasonik Ekstraksiyon | Petrol Eteri | 20.67 |
| | | | Hekzan | 20.48 |
| | | | Dietil Eter | 19.94 |
| | | | İzopropanol Alkol | 18.56 |
| | | | Aseton | 19.87 |
| | | | Etil Asetat | 20.04 |
| Uquiche vd. 2008 | Şili Fındığı | Mikrodalga Ekstraksiyonu | Hekzan | 45.30 |

Çizelge 2.3'ün devamı,

| KAYNAK | YÖNTEM | KATI YAPI | ÇÖZÜCÜ | VERİM (%) |
|------------------------------------|-----------------------------------|---------------------|--------------------------------------|-----------|
| Armani, Kadi. 2010 | Mikrodalga Ekstraksiyonu | Zeytin Küspesi | Hekzan | 4.58 |
| Costa vd. 2014 | Mikrodalga Ekstraksiyonu | Nane Yağı (karvon) | Etanol/Hekzan | 0.09 |
| Hashemi vd. 2015 | Ultrasonik Ekstraksiyon | Kolkhoung Çekirdeği | Hekzan | 77.50 |
| Castro-Vargas vd. 2011 | Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu | Guava Tohumu | Süperkritik CO ₂ / Etanol | 7.30 |
| Nde vd. 2015 | Mikrodalga Ekstraksiyonu | Maun Ağacı | Hekzan | 29.38 |
| Stanisavljevic vd. 2007 | Ultrasonik Ekstraksiyon | Tütün Tohumu | Hekzan | 24.03 |
| | | | Petrol Eteri | 23.08 |
| Zhang vd. 2008 | Ultrasonik Ekstraksiyon | Keten Tohumu | Hekzan | 84.90 |

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1 MATERYAL

Deneysel çalışmalarda kullanılan aspir tohumu Mersin ili Serbest Bölgede kozmetik sektöründe faaliyet gösteren Çakıroğlu Uçucu Yağ Sanayi Tarım Orman ve Petrol Ürünleri İmalat İhr. Turz. Taş. Tic. Ltd. Şti'den temin edilmiştir. 2015 yılının eylül ayında temin edilen tohumlar Kütahya yöresinden alınmıştır.

3.2 YÖNTEM

3.2.1 Nem Tayini

Yaklaşık olarak 5 g tartılan bitki materyalinde TS 1607 EN ISO 662 prosedüründeki Metod B'ye göre nem tayin edilmiştir. Hesaplamalar uygulanan metoda göre yapılmıştır.

3.2.2 Öğütme

Temin edilen aspir tohumlarının tanecik büyüklüğü Bosch MKM 6000 marka kahve öğütücüsü (Şekil 3.1) ile küçültülmüştür.



Şekil 3.1. Bosch MKM 6000 kahve öğütücüsü.

3.2.3 Elek Analizi

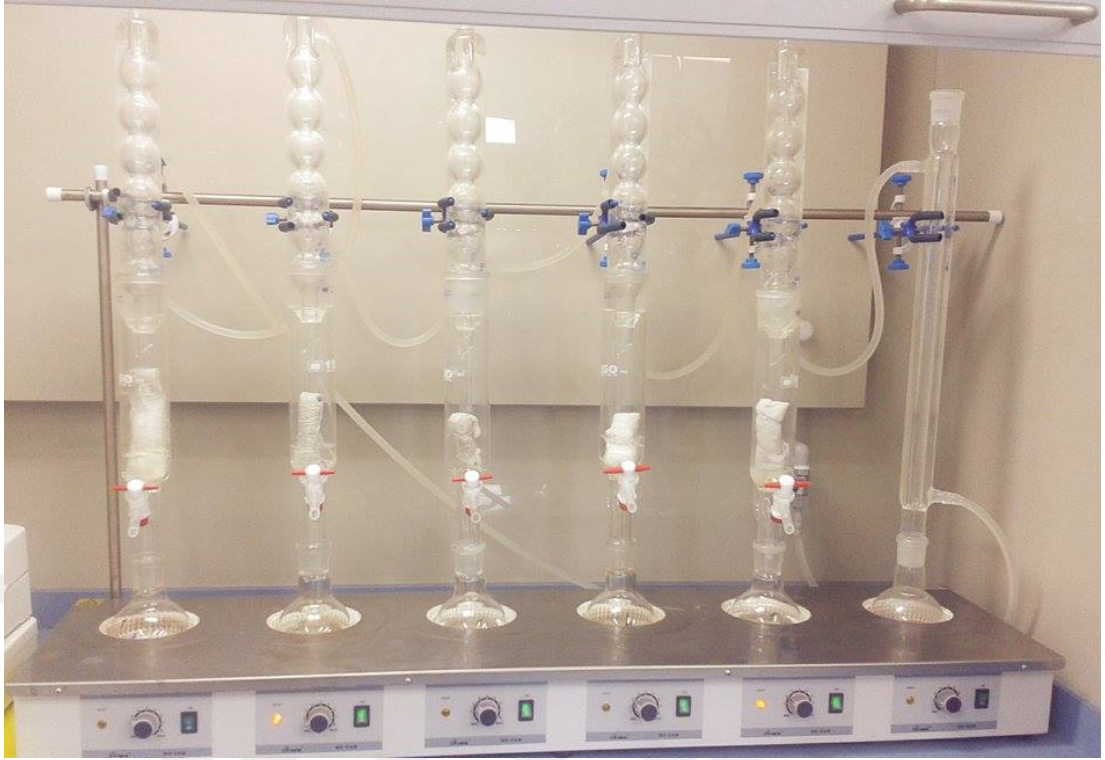
Tanecik büyüklükleri küçültülen tohumlar Fristch marka vibrasyonlu elek sarsma makinesi ile elenmiştir. Deneysel çalışmalarda 500 µm ile 1 mm'lik elekler arasında kalan tanecik büyüklüğü kullanılmıştır.

3.2.4 Klasik Çözücü Ekstraksiyonu

Öğütülmüş 2 g aspir tohumu, 20 ml çözücü ile klasik çözücü ekstraksiyonu yapılmıştır. Çözücü olarak etanol, dietil eter, petrol eteri, hekzan ve aseton kullanılmıştır. Ekstraksiyon farklı sürelerde 3 paralel çalışma ile gerçekleştirilmiştir.

3.2.5 Soxhlet Ekstraksiyonu

Geleneksel olarak maksimum verimin elde edildiği düşünülen soxhlet ekstraksiyonunda klasik soxhlet ekstraktöründe (Şekil 3.2) gerçekleştirilmiştir. 10 g aspir tohumu 200 ml çözücü ile ekstraksiyon işlemi öğütülmüş tohumdaki yağ tükenene kadar devam etmiştir. Ekstraksiyon işleminde çözücü olarak etanol, dietil eter, petrol eteri, hekzan ve aseton kullanılmıştır. İşlem tamamlandıktan sonra yağ sabit tartıma gelene kadar çözücü uzaklaştırılmıştır. Yağ verimi kuru madde bazında hesaplanmıştır.



Şekil 3. 2. Soxhlet ekstraksiyon sistemi

3.2.6 Ultrasonik Ekstraksiyon

Ultrasonik ekstraksiyonda, 2 g öğütülmüş aspir tohumu ile 20 ml çözücü karışımı hazırlanarak Bandelin marka ultrasonik su banyosu cihazında (Şekil 3.3) ultrasonik titreşime maruz kalmıştır. Farklı ekstraksiyon sürelerinde deneysel işlem gerçekleştirilmiştir. Çözücü olarak etanol, dietil eter, petrol eteri, hekzan ve aseton kullanılmıştır.



Şekil 3. 3. Ultrasonik su banyosu

3.2.7 Mikrodalga Ekstraksiyonu

Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim, Araştırma ve Uygulama Merkezi bünyesinde bulunan CEM-SARS marka mikrodalga ekstraksiyon cihazında (Şekil 3.4) gerçekleştirilen deneylerde özel basınca dayanıklı ekstraksiyon kaplarına 2 g öğütülmüş aspir tohumu ve 20 ml çözücü (etanol, petrol eteri, hekzan ve aseton) karışımı koyulmuştur. Deneyler 800W güçte % 100 performansla 80°C sabit sıcaklıkta 10 dakika ekstraksiyon süresi ile yapılmıştır.



Şekil 3. 4. Mikrodalga ekstraksiyonu sistem

3.2.8 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu

Süperkritik akışkan ekstraksiyon deneylerinin düşük basınç ve akış hızı ile olan çalışmaları Mersin Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü bünyesindeki Teledyne ISCO 260 D yüksek basınç şırınga pompa ile Teknosem TF R400 fırın ile birleştirilen ekstraksiyon sistemi (Şekil 3.5) ile yapılmıştır. Ekstraksiyon 100 bar basınç, 40°C sıcaklık ve 0.2 ml/min akış hızında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 5. Mersin Üniversitesi süperkritik akışkan ekstraksiyonu sistemi

Yüksek basınç ve akış hızı ile yapılan deneyler ise Cumhuriyet Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümünde yaptırılmıştır. ISCO SFX 220 süperkritik akışkan ekstraksiyonu sistemi (Şekil 3.6) kullanılmıştır. Ekstraksiyon 300 bar sabit basınçta 3 ml/min sabit akış hızında 40, 50 ve 60°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. 6. SFX 220 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyon Sistemi

3.3 YAĞ ASİDİ KOMPOZİSYONUNUN BELİRLENMESİ

3.3.1 Yağ Asidi Metil Esterlerinin Hazırlanması

Yaklaşık olarak 6 – 7 g yağ numunesi üzerine 10 ml hekzan, 1.5 g sodyum sülfat ve 0.75 ml 2N metanollü potasyum hidroksit ilave edilir ve el ile çalkalanmıştır. Ardından 10 dakika boyunca 4000 rpm dönme hızında santrifüjlenmiştir. Çözelitin üst fazından 1 µl alınarak gaz kromatografisine verilmiştir.

3.3.2 Gaz Kromatografisi Analizi

Yağ asitleri metil esterlerine çevrildikten sonra gaz kromatografisi ile yağ asidi kompozisyonu belirlenmiştir. Gaz kromatografisi koşulları Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3. 1. Yağ asidi kompozisyonunun belirlenmesi için gaz kromatografisi koşulları

| | |
|------------------------|--|
| Sistem | Agilent 6890N |
| Kolon | HP-88 kapiler kolon (100 m x 250 m x 0.20 m) |
| Dedektör | FID |
| Taşıyıcı gaz | He |
| Taşıyıcı gaz akış hızı | 1.0 ml/min |
| Enjeksiyon Sıcaklığı | 250°C |
| Dedektör sıcaklığı | 260°C |
| Split oranı | 40:1 |
| Enjeksiyon miktarı | 1 µl |

Gaz kromatografisi analizleri Beyoğlu Gıda Ltd. Şti. laboratuvarında yapılmıştır. Sistem Şekil 3.7'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 7. Gaz kromatografisi cihazı

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

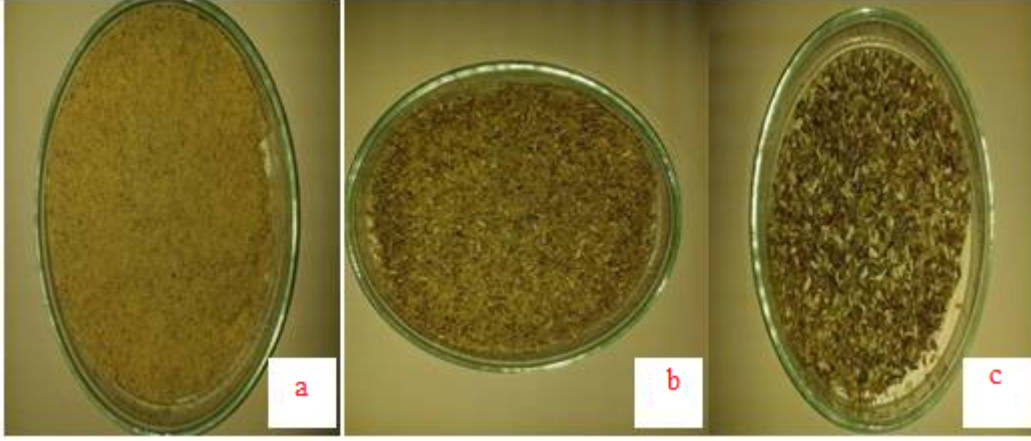
Bu çalışmada aspir tohumundan yağ eldesi gerçekleştirilmiştir. Çeşitli ekstraksiyon yöntemleri ve çözücüler kullanılarak ekstraksiyon verimine yöntemin ve çözücünün etkisi araştırılmıştır. Deneysel sonuçlardan elde edilen veriler ekstraksiyon süresine karşı, kuru madde bazında % verim değerleri (örnek hesaplamalar Ek 1'de verilmiştir) grafiğe geçirilmiş, elde edilen verilerin daha iyi yorumlanabilmesi için deneysel noktalardan geçen en uygun polinomal eğri grafiğe eklenmiştir. Elde edilen sonuçlar ışığında ekstraksiyon yöntemine göre sürece etki eden parametreler incelenmiştir. Yöntemlerin birbirlerine göre avantaj ve dezavantajları süreli yayınlarda yer alan benzer çalışmalarla karşılaştırılmıştır.

4.1. ASPİR TOHUMUNDAKİ NEM MİKTARI

Yaklaşık olarak 5 g tartılan bitki materyalinde TS 1607 EN ISO 662 prosedüründeki Metod B'ye göre nem tayin edilmiştir. Hesaplamalar uygulanan metoda göre yapılmıştır. Her deney 3 paralel ile tekrar edilmiştir. Yapılan hesaplamaların sonucunda nem miktarı % 5.28 olarak belirlenmiştir. TS 1607 EN ISO 662 prosedürüne göre % 10'un altında olduğu için kurutma işlemi yapılmasına gerek duyulmamıştır.

4.2. TANECİK BÜYÜKLÜĞÜNÜN EKSTRAKSİYON VERİMİNE ETKİSİ

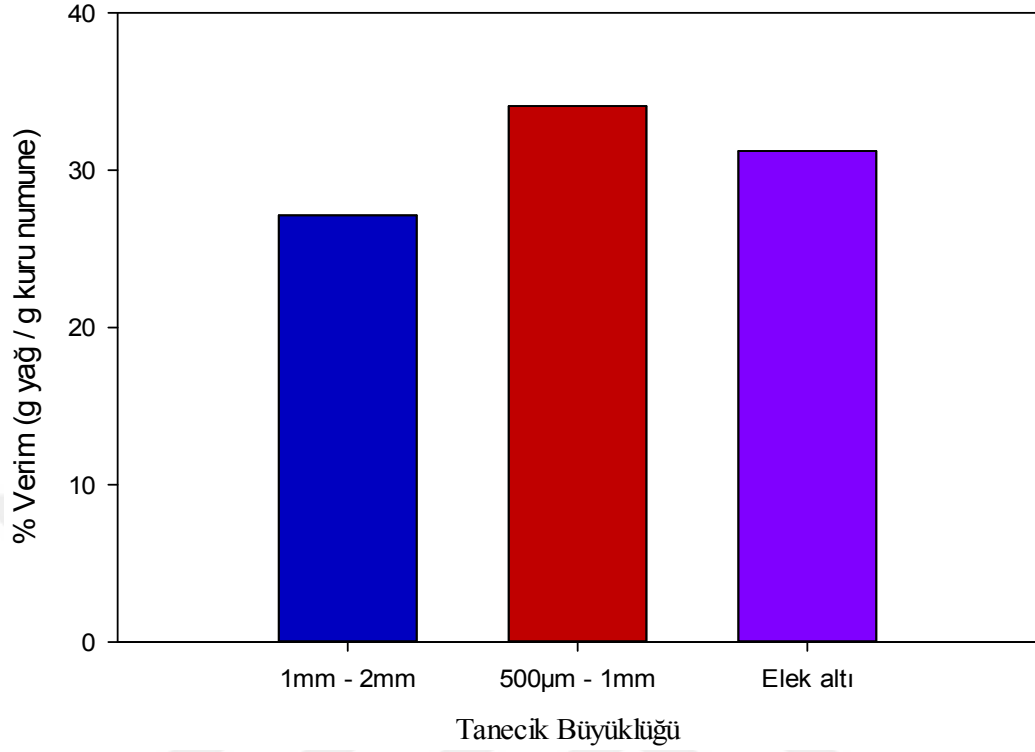
Öğütülmüş kuru aspir tohumları vibrasyonlu elek cihazında eleme işlemine tabi tutulmuştur. Elek altı, 500 µm – 1 mm ve 1 mm – 2 mm arasındaki büyüklükte tohumlarla tanecik büyüklüğünün ekstraksiyon verimine etkisi incelenmiştir (Şekil 4.1).



Şekil 4. 1. Tanecik büyüklükleri a) elek altı b) 500 μm – 1 mm c) 1 mm – 2 mm

Ekstraksiyon yöntemi olarak temel alınan geleneksel yöntem olan soxhlet ekstraksiyonu seçilmiştir. Çözücü olarak ise en sık kullanılan hekzan tercih edilmiştir. Yapılan deneyler sonucu tanecik büyüklüğü azaldıkça verim önce artmış sonra azalmıştır (Şekil 4.2) 1 mm – 2 mm arasındaki tanecik büyüklüğündeki tohum ile yapılan deneyde ekstraksiyon % 27.13, 500 μm – 1 mm arasındaki tanecik büyüklüğündeki tohum ile yapılan deneyde ekstraksiyon verimi % 34.08 elek altı ile yapılan deneyde ise ekstraksiyon verimi % 31.22 bulunmuştur. Şekil 4.2’de de görüldüğü gibi 1 mm – 2 mm arasındaki tanecik büyüklüğünde öğütülmüş aspir tohumunun kabuk oranı diğerlerine göre daha fazla olması ölü hacmin artmasına ve ekstraksiyon veriminin düşmesine neden olmuştur. 500 μm – 1 mm tanecik büyüklüğü ve elek altında ise tanecik büyüklüğü azaldıkça ekstraksiyon veriminde az miktarda bir azalma söz konusudur. Bu azalmanın sebebi ise öğütme işlemi sırasındaki fiziksel işlemlerde yağ kaybının olması ihtimali olarak düşünülmüştür. Bundan sonraki çalışmalarda 500 μm – 1 mm tanecik büyüklüğündeki örnekler kullanılmıştır.

Sulaiman ve arkadaşlarının 2013 yılında soxhlet ekstraksiyonu yönteminde hekzan ile Hindistan cevizi yağı eldesi çalışmasında tanecik büyüklüğünün etkisi incelendiğinde benzer şekilde tanecik büyüklüğü azaldıkça % yağ veriminde önce artma ve ardından azalma meydana geldiği görülmüştür.



Şekil 4.2. Tanecik büyüklüğünün ekstraksiyon verimine etkisi

4.3. EKSTRAKSİYON VERİMİNE YÖNTEMİN ETKİSİ

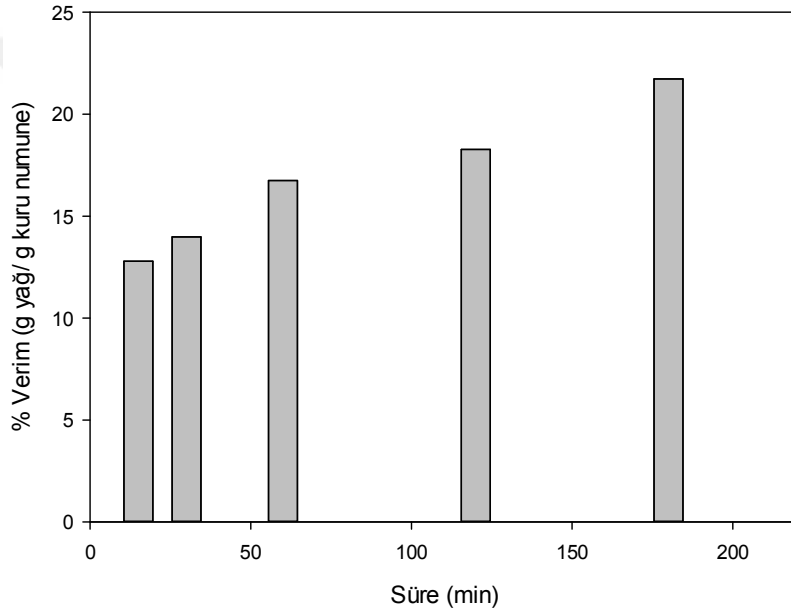
Aspir tohumundan yağ eldesinde beş farklı ekstraksiyon yöntemi (klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu, süperkritik akışkan ekstraksiyonu) kullanılmıştır.

4.3.1. Klasik Çözücü Ekstraksiyonu Yöntemi

Geleneksel bir yöntem olan klasik çözücü yöntemi katı – sıvı ekstraksiyonu temeline dayanarak beş farklı çözücü (dietil eter, petrol eteri, hekzan, aseton, etanol) ile yapılmıştır. Farklı ekstraksiyon süreleri ile kesikli olarak yapılan çalışmalar sonunda yöntemin avantaj ve dezavantajları incelenmiştir.

4.3.1.1 Dietil eter

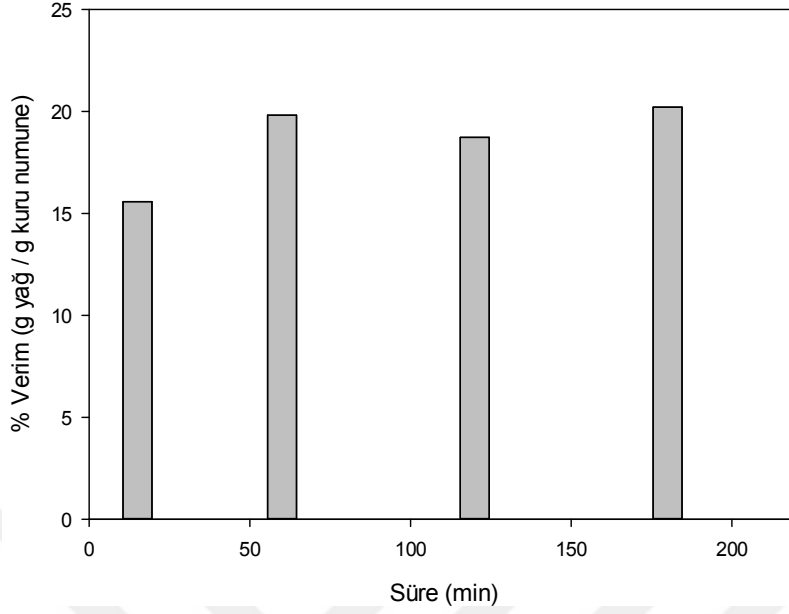
Klasik çözücü yöntemiyle dietil eter kullanılarak aspir tohumundan farklı ekstraksiyon sürelerinde yağ elde edilmiştir. Zamana karşı ekstraksiyon verimi Şekil 4.3'te verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi ekstraksiyon dengeye gelmiştir. Üç saatin sonunda % 20.72 ekstraksiyon verimine ulaşan sistemde son değer denge dışında çıkması kullanılan tohumun kabuğu ile birlikte olmasından kaynaklanan ölü hacimlerin etkisiyle numunenin kabuk kısmından daha çok tohum kısmının denk gelmesi olabileceği düşünülmüştür.



Şekil 4.3. Dietil eter ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi.

4.3.1.2 Petrol eteri

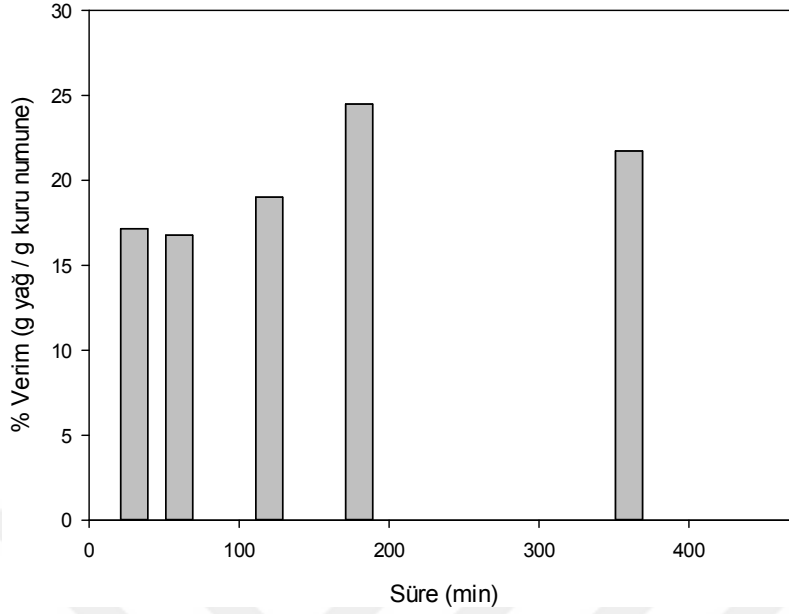
Petrol eteri kullanılarak aspir tohumundan klasik çözücü yöntemiyle farklı ekstraksiyon sürelerinde yağ elde edilmiştir. Üç saatin sonunda ekstraksiyon dengeye yaklaşmış ekstraksiyon verimindeki değişim azalmıştır (Şekil 4.4). Ekstraksiyon verimi üç saatin sonunda % 20.21 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.4. Petrol eteri ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi.

4.3.1.3 Hekzan

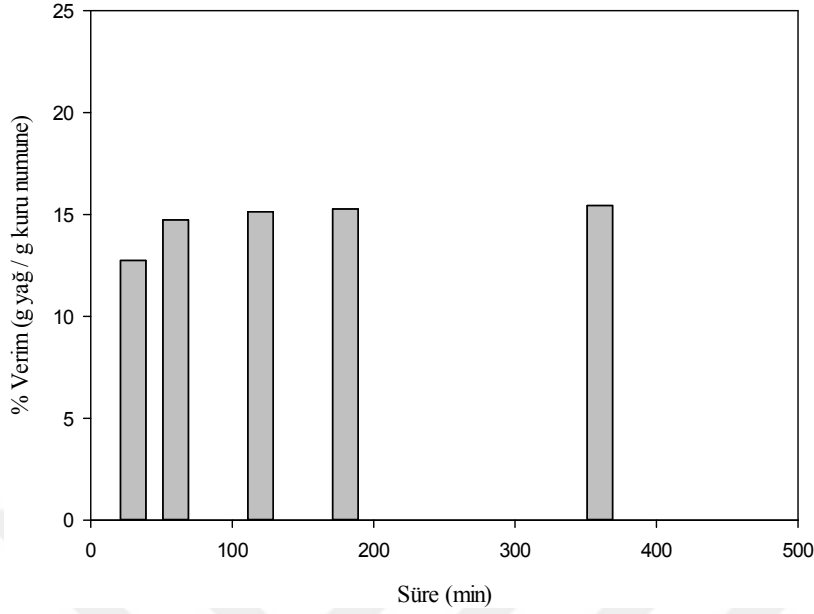
Klasik çözücü ekstraksiyonunda hekzan ile yapılan deneylerde zamana karşı ekstraksiyon verimi Şekil 4.5'te görüldüğü gibidir. Grafikte ekstraksiyon başlangıç hızının yüksek olduğu görülmüştür. İki saatten sonra dengeye gelen ekstraksiyon on beş saatin sonunda % 19.55 ekstraksiyon verimine ulaşmıştır



Şekil 4.5. Hekzan ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi.

4.3.1.4 Aseton

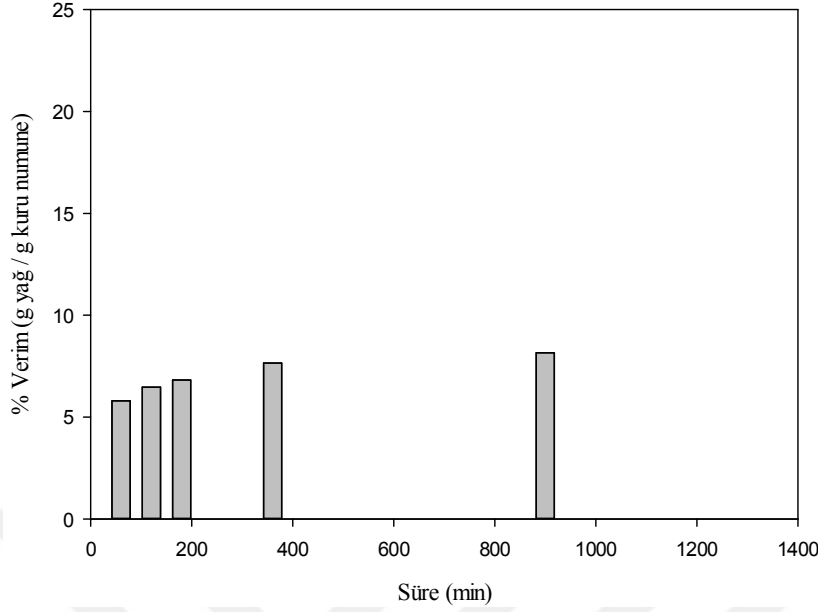
Klasik çözücü yöntemiyle aseton kullanılarak aspir tohumundan farklı ekstraksiyon sürelerinde yağ elde edilmiştir. Zamana karşı ekstraksiyon verimi Şekil 4.6'da görüldüğü gibidir. Altı saatin sonunda dengeye gelen ekstraksiyon % 15.44 ekstraksiyon verimine ulaşmıştır.



Şekil 4.6. Aseton ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi.

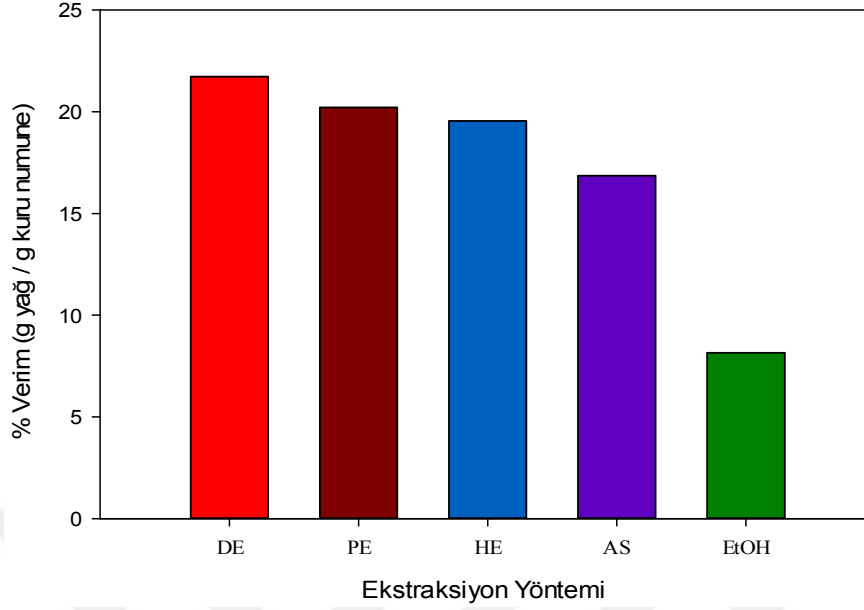
4.3.1.5 Etanol

Etanol kullanılarak yapılan klasik çözücü ekstraksiyonu yönteminde aspir tohumundan farklı ekstraksiyon sürelerinde yağ elde edilmiştir. On beş saatin sonunda ancak % 8.15 verimine ulaşan ekstraksiyon dengeye gelmese de ekstraksiyon hızında yavaşlama görülmüştür (Şekil 4.7).



Şekil 4.7. Etanol ile klasik çözücü ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi.

Genel olarak bakacak olursak klasik çözücü ekstraksiyonu yöntemine çözücü türünün etkisi incelendiğinde; aspir tohumundan temel bir yöntem olan klasik çözücü yöntemi ile yağ eldesinde beş farklı çözücü (dietileter, petrol eteri, hekzan, aseton ve etanol) kullanılmıştır. Sırasıyla kuru madde bazında ekstraksiyon verimleri % 21.73 % 20.21, % 19.55, % 24.55 ve % 8.15 olarak bulunmuştur (Şekil 4.8). En yüksek verime dietil eter varlığında gerçekleşen deneylerde ulaşılmıştır. En düşük verim ise çözücü olarak etanolün kullanıldığı deneylerde elde edilmiştir. Dietil eterin polaritesi, viskozitesi ve kimyasal yapısının aspir yağını ekstrakste etmede daha uygun olduğu görülmüştür.

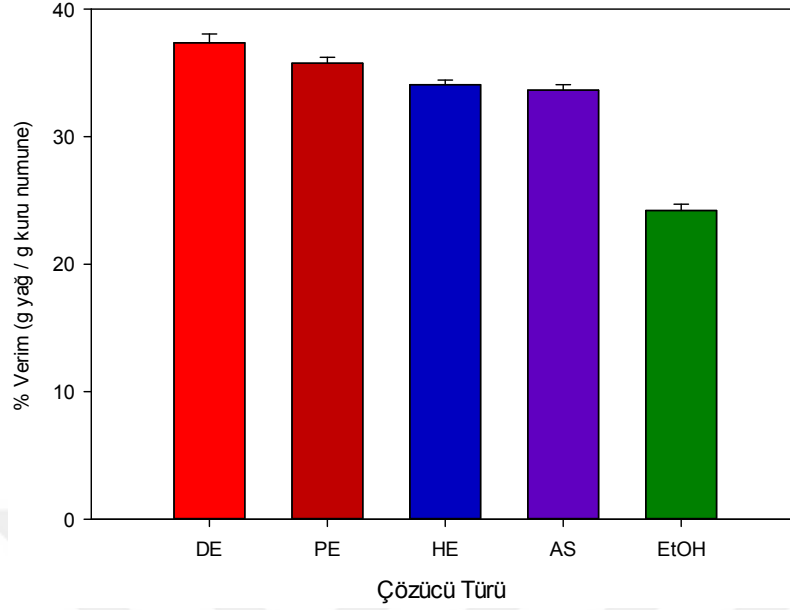


Şekil 4.8. Klasik çözücü yönteminde çözücü türünün ekstraksiyon verimine etkisi.

4.3.2 Soxhlet Ekstraksiyonu

Klasik çözücü ekstraksiyonu gibi geleneksel yöntemlerden biri olan soxhlet ekstraksiyonu uzun yıllardır temel alınan bir ekstraksiyon yöntemidir. Soxhlet ekstraksiyonu yöntemiyle de farklı kimyasal yapılara sahip olan beş ayrı çözücü (dietil eter, petrol eteri, hekzan, aseton, etanol) kullanılarak aspir tohumundan yağ elde edilmiştir. Tüm deneylerde 1:20 oranında katı madde:çözücü kullanılmıştır. 10 g aspir tohumu ile yapılan deneyler, 200 ml çözücü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir çözücü ile yapılan deney için üç tekrar yapılmıştır.

Deneyler sonunda çözücü uzaklaştırılmış ve kalan yağ miktarına göre kuru madde bazında % verim hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar genel olarak Şekil 4.9'de genel olarak verilmiştir.



Şekil 4.9. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde çözücülere karşı % verim

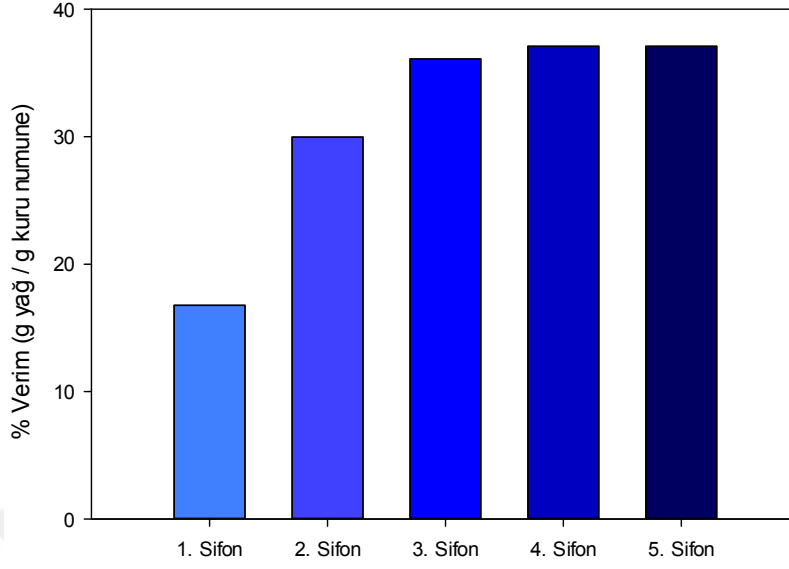
Düşük kaynama noktasına (34.5°C) sahip bir çözücü olan dietil eter ile yapılan soxhlet ekstraksiyonu dört saatte sekiz sifon ile tamamlanmıştır. Kuru madde bazında ekstraksiyon verimi % 37.36 (0.376 g yağ / 1 g kuru tohum) olarak hesaplanmıştır. Petrol eteri ile yapılan deneylerde dört saat süren ekstraksiyon sekiz sifon sonunda sonlandırılmıştır ve %35.76 olarak hesaplanmıştır. Hekzan ile yapılan deneyler, 10 sifon ile 6 saat sürmüştür. Ortamdan çözücü uzaklaştırıldıktan sonra kalan yağ miktarına göre kuru madde bazında verim % 34.08 olarak hesaplanmıştır. On sifon ile sekiz saat sonunda ekstraksiyon sonlanan aseton ile yapılan deneylerde ise % 33.65 verim elde edilmiştir. Etanol ile yapılan deneyler ise 10 saat, dokuz sifon ile tamamlanmıştır. Deney sonunda % 24.21 ekstraksiyon verimine ulaşılmıştır. Elde edilen yağlar Şekil 4.10'da gösterilmiştir.



Şekil 4.10. Soxhlet ekstraksiyonu ile elde edilen yağlar

Farklı kimyasal yapılara sahip olan çözücüler kullanılarak yapılan bu deneylerde en yüksek verime dietil eter ile ulaşılırken en düşük verim ise etanol ile yapılan deneylerde elde edilmiştir. En yüksek verimlere soxhlet ekstraksiyonunda ulaşılmasına rağmen, diğer yöntemlere göre çok daha uzun süren ekstraksiyon işlemine sahip soxhlet ekstraksiyonunda çözücü miktarı da genel olarak diğer yöntemlerden on kat daha fazladır.

Ayrıca soxhlet ekstraksiyonunda dietil eter varlığında ekstraksiyon kinetiği çalışılmış her bir sifon sonrası ekstrakte edilen yağ miktarı belirlenerek grafiğe geçirilmiştir (Şekil 4.11).



Şekil 4.11. Soxhlet ekstraksiyonunda dietil eter ile yağ eldesinin sifon sayısına göre değişimi

Grafikte de görüldüğü üzere ilk sifon sonrası 1.6763 g (% 16.76), ikinci sifon sonrası 2,9977 g (% 229.97), üçüncü sifon sonrası 3.6114 g (% 36.10), dördüncü sifon sonrası 3.6938 g (%37.10) ve beşinci sifon sonrasında 3.7326 g (%37.10) yağ ekstrakte edilmiştir. Toplam ekstraksiyon işlemi 4 saat 20 dakika sürmüştür. Grafikte de görüldüğü üzere 3 saatten sonra ekstraksiyonun dengeye geldiği anlaşılmıştır.

4.3.3 Ultrasonik Ekstraksiyon

Ultrasonik ses dalgaları aracılığı ile çözücünün etkileşimini artırarak ve katı yapının duvarını kırarak ekstraksiyon verimini artırmayı hedefleyen ultrasonik ekstraksiyon, geleneksel yöntemlere alternatiftir. Bu yöntem ile gerçekleştirilen deneylerde de 5 farklı çözücü kullanılmıştır.

Ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağlardan örnek olarak Şekil 4.12'de gösterilmiştir.

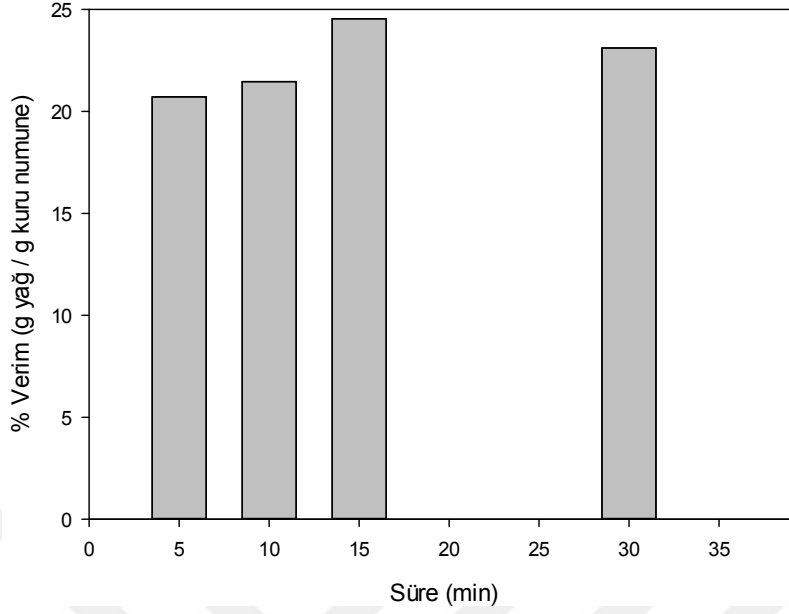


Şekil 4. 12. Ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağ örneği

2 g aspir tohumu numunesinin 20 ml hekzan varlığında ultrasonik ekstraksiyonunda elde edilen yağ şekilde görüldüğü gibidir.

4.3.3.1 Dietil eter

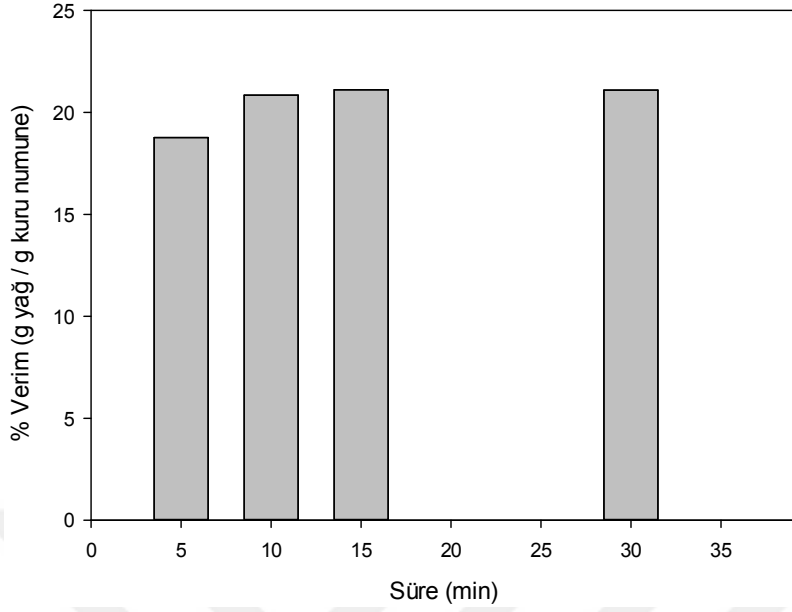
Yanıcı ve parlayıcı bir çözücü olması sebebiyle 5, 10, 15 ve 30 dakika süre ile deneyler gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon işleminden sonra çözücü ortamdan uzaklaştırılmış olup verim kuru madde bazında hesaplanmıştır. Ekstraksiyon hızlı bir şekilde gerçekleşip verimi ilk 5 dakikada % 20.72'ye ulaşmıştır. 15 dakika sonunda ise verim % 24.54'e ulaşmıştır. Şekil 4.13'de görüldüğü üzere başlangıç ekstraksiyon hızı yüksek olan dietil eter varlığındaki ekstraksiyon için grafiğin zamanla dengeye geldiği görülmüştür.



Şekil 4.13. Dietyl eter ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi

4.3.3.2 Petrol Eteri

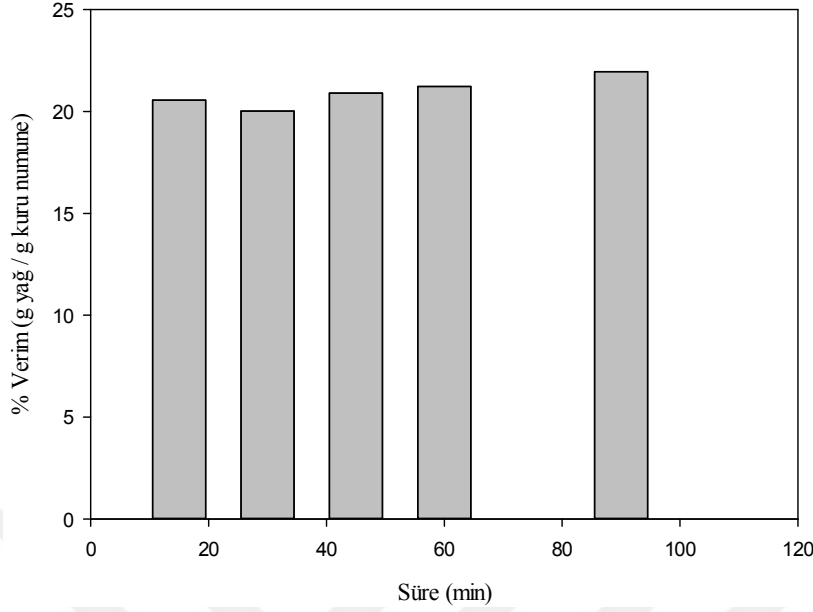
Karışım halinde bir çözücü olan petrol eteri yağ ekstraksiyonunda kullanılan çözücülerden biridir. Ekstraksiyon işlemi 5, 10, 15 ve 30 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir. Zamanla ekstraksiyon veriminin değişimi Şekil 4.14'te verilmiştir. İlk beş dakikada tohumdan %18.76 verimle yağ elde edilirken bu değer 30 dakikada % 20.10'a ulaşmıştır. Onuncu dakikadan sonra ekstraksiyon dengeye gelmeye başlamış zamanla ekstraksiyon verimindeki artışta azalma olmuştur.



Şekil 4.14. Petrol eteri ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi

4.3.3.3 Hekzan

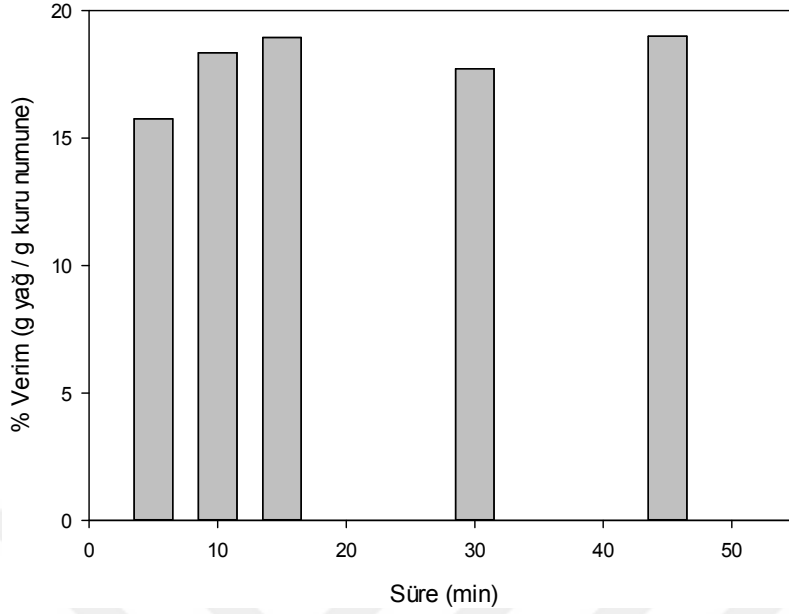
Apolar bir çözücü olan hekzan ile yapılan deneyler farklı ekstraksiyon sürelerinde (15, 30, 45, 60 ve 90 min) gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon işlemi sonunda çözücü ortamdan uzaklaştırılıp kalan yağ miktarı belirlenmiştir. Zamanla ekstraksiyon veriminin değişimi Şekil 4.15’de verilmiştir. 45. dakikadan sonra ekstraksiyon verimindeki artmada azalma görülmüş bunun sonucunda ekstraksiyon dengeye gelmeye başlamıştır. 15 dakika sonunda kuru madde bazında verim % 20.56 iken 90 dakikanın sonunda kuru madde bazında verim % 21.95 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.15. Hekzan ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi

4.3.3.4 Aseton

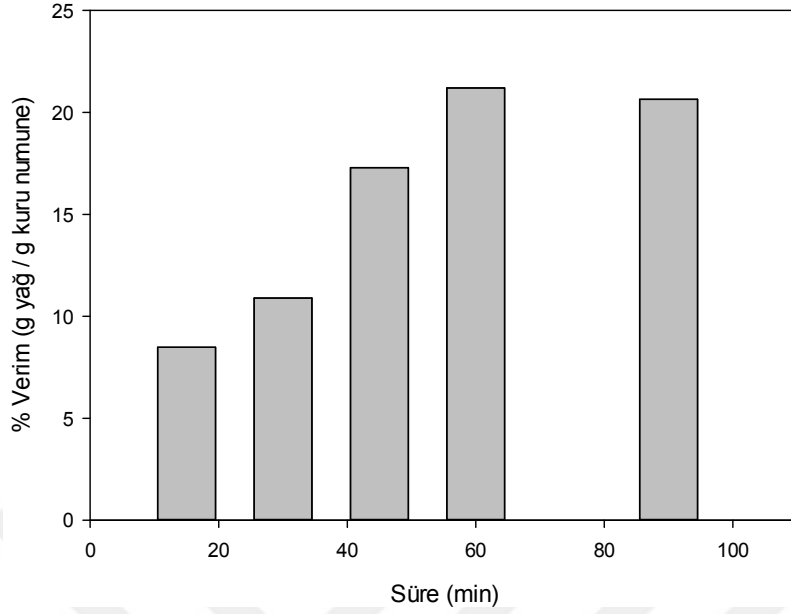
Keton grubu bir çözücü olan aseton ile yapılan ultrasonik ekstraksiyonda deneyler farklı ekstraksiyon sürelerinde (5, 10, 15, 30 ve 45 min) üç paralel tekrar ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.16'de de görüldüğü gibi zamanla ekstraksiyon veriminde bir artış gözlenmiştir. 5 dakika sonunda kuru madde bazında verim % 15.76 iken 45 dakika sonunda % 19.00'a ulaşmıştır. 15 dakikanın sonunda sistem dengeye gelmeye başlamış, 15. dakika ile 45. dakika arasında ekstraksiyon verimindeki artmada azalma görülmüştür. 15. dakikada ekstraksiyon verimi % 18.94 iken kırk beşinci dakikada % 18.99 olarak hesaplanmıştır. Bu durum ekstraksiyonun 15. dakikadan sonra dengeye geldiğini göstermiştir.



Şekil 4.16. Aseton ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi

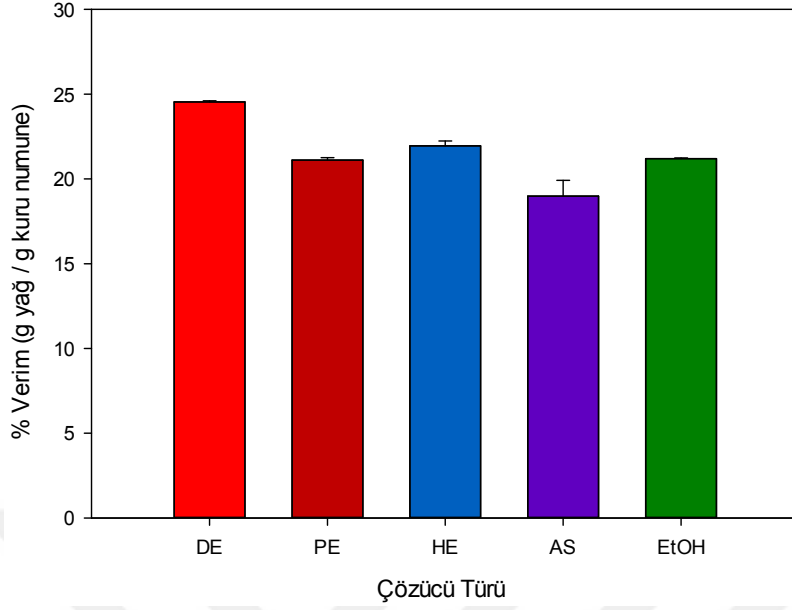
4.3.3.4 Etanol

Alkol grubundan bir çözücü olan etanol ile yapılan deneyler farklı ekstraksiyon sürelerinde (15, 30, 45, 60 ve 90 min) gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon veriminde zamanla diğer çözücülere göre daha fazla bir artış gözlenmiştir (Şekil 4.17). 15 dakika sonunda kuru madde bazında ekstraksiyon verimi % 8.49 iken 90 dakikanın sonunda verim % 20.65'e ulaşmıştır. Başlangıç ekstraksiyon hızı çok yavaş olan etanolün dengeye ancak bir saatlik ekstraksiyon süresi sonunda ulaşabilmiştir. Yüksek viskozitesi ve polaritesinden dolayı etanol daha yavaş ve daha az miktarda yağ ekstrakte ettiği görülmüştür.



Şekil 4.17. Etanol ile ultrasonik ekstraksiyon yönteminde zamana göre % verim değişimi

Genel olarak ultrasonik yöntemine çözücü türünün etkisini incelersek, beş farklı çözücünün kullanıldığı ultrasonik ekstraksiyon yönteminde çözücü etkisi Şekil 4.18'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre en yüksek verim kuru madde bazında % 24.51 ile dietil eter kullanılarak, en düşük verim ise % 18.99 ile aseton kullanılarak yapılan deneylerde elde edilmiştir.



Şekil 4.18. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde çözücü türünün ekstraksiyon verimine etkisi

4.3.4 Mikrodalga Ekstraksiyonu

Geleneksel yöntemlere alternatif olan yöntemlerden bir diğeri de mikrodalga ekstraksiyonu yöntemidir. Mikrodalgalar yüksek frekanslı elektromanyetik dalgalardır (300 – 300000 MHz). Mikrodalga enerji kullanılarak ısıtmanın prensibi, iyonların iletimi ve dipol rotasyonu (dönme) yoluyla molekül üzerine mikrodalganın direkt etkisi temeline dayanır. Bu yöntemlerle mikrodalga enerjisi katı yapının kütle aktarım dirençlerini azaltarak çözücünün difüzyonunu kolaylaştırır. Bu şekilde daha kısa sürede daha yüksek miktarda yağ ekstrakte edilmesi amaçlanır. Başlangıç ekstraksiyon hızını arttıran bu sistem diğer sistemlere göre kısa sürede ekstraksiyon gerçekleştirir.

Mikrodalga ekstraksiyonu ile yapılan deneylerde yanıcılığı ve parlayıcılığı çok yüksek olduğu için dietil eter kullanılmamıştır. Petrol eteri, hekzan, aseton ve etanol ile deneyler yapılmıştır. 20 ml çözücünün kullanıldığı deney 800 W mikrodalga gücü ve sıcaklık 80°C'de 10 dakika sürede gerçekleştirilmiştir. Sıcaklığa ve basınca dayanıklı ekstraksiyon tüplerinde deneyler yapılmıştır

(Şekil 4.19).Mikrodalga ekstraksiyonu sonucu elde edilen yağların görüntüleri Şekil 4.20’de verilmiştir.



Şekil 4.19. Mikrodalga ekstraksiyon tüpü

Çözücü olarak hekzanın kullanıldığı deneylerde 800 W mikrodalga gücü ve sıcaklık 80°C’de sabit tutulup; 5, 10 ve 15 dakika olarak değişen ekstraksiyon sürelerinde deneyler gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon verimi kuru madde bazında beş dakikada % 23.28, 10 dakikada % 23.10 ve 15 dakikada ise % 23.68 olarak hesaplanmıştır. Artan ekstraksiyon süresi ile ekstraksiyon veriminde ciddi bir değişimin olmadığı gözlenmiştir (Şekil 4.21). Ekstraksiyon işlemi ilk beş dakika içerisinde büyük ölçüde gerçekleşmiş ve tamamlanmıştır.

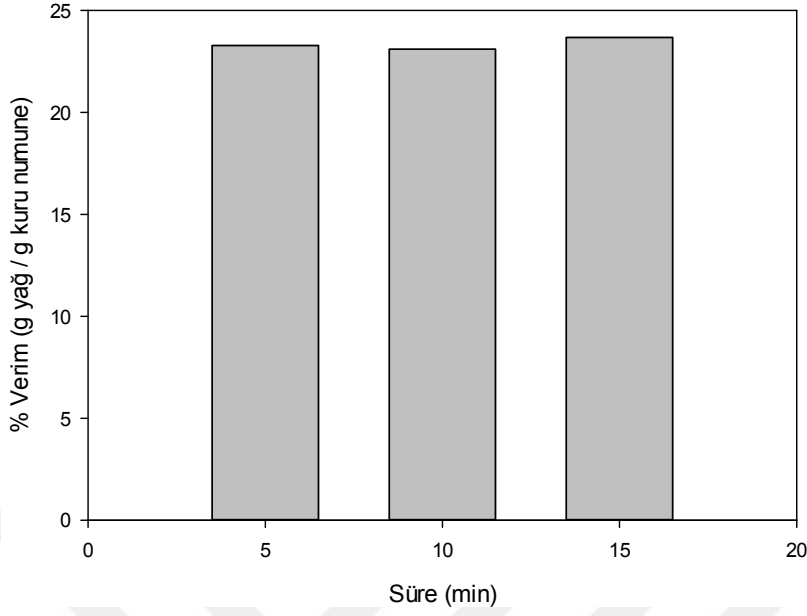


Şekil 4.20. Mikrodalga ekstraksiyonu ile elde edilen yağların görüntüsü

Görüldüğü üzere yağ renklerinde değişiklik tespit edilmiştir. Bunun sebebi mikrodalga ekstraksiyonu ile renk pigmentlerinin ya da başka bileşenlerin de yağ ile birlikte ekstrakte edilmiş olması olarak düşünülmüştür.

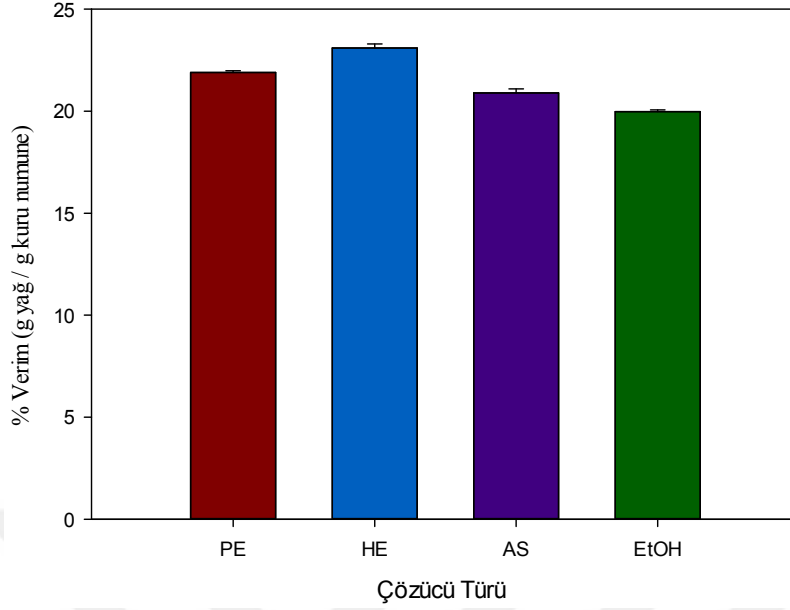
Terigar ve arkadaşlarının 2010 yılında, mikrodalga ekstraksiyonu ile soya unundan isoflovan eldesinin incelendiği çalışmada da benzer şekilde ekstraksiyon süresinin ekstraksiyon verimine etkisi olmadığı görülmüştür. (Terigar vd, 2010).

Bu sonuçtan yola çıkarak diğer çözücülerle de yapılan tüm deneyler ortalama olan 10 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.21. Hekzan ile mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde zamanın ekstraksiyon verimine etkisi

Mikrodalga ekstraksiyonu çalışmalarında diğer çözücülerle yapılan deneylerde ise; petrol eterinde % 21.86, aseton ile % 23.68 ve etanol ile % 19.98 ekstraksiyon verimine ulaşılmıştır (Şekil 4.22).



Şekil 4.22. Mikrodalga ekstraksiyonuna çözücü türünün etkisi

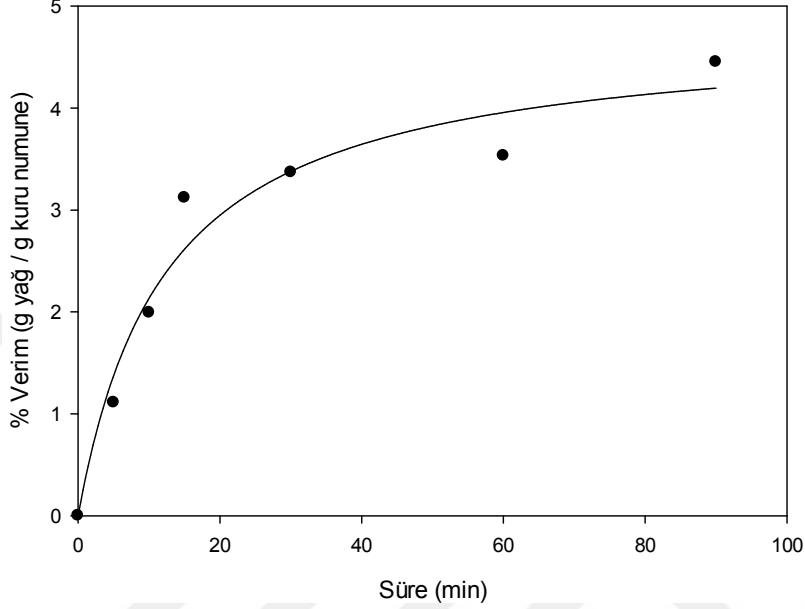
Şekilde görüldüğü gibi diğer yöntemlerden farklı olarak hekzan ile yapılan deneylerdeki verim petrol eteri ile yapılan deneylerden daha yüksektir. Bunun nedeni, 80 °C'ye ayarlanan sıcaklıkta, daha uçucu olan petrol eterinin buhar fazına daha kolay geçmesi, hekzanda ise katı yapı – çözücü temasının daha fazla olmasından kaynaklı olabileceği düşünülmüştür.

4.3.5 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu

Gelişen teknoloji ile birlikte ekstraksiyon yöntemleri de ilerleme kazanmaktadır. Son zamanlarda yeşil kimyaya olan yönelimle birlikte süperkritik akışkan ekstraksiyonuna (SFE) eğilim artmıştır. Genellikle kritik basınç ve sıcaklığı düşük olması, toksik olmaması, yanıcı olmaması, inert olması sebebiyle süperkritik akışkan olarak CO₂ (SC CO₂) seçilmektedir. Bu çalışmada süperkritik akışkan olarak CO₂ kullanılmıştır.

Düşük basınç ve akış hızındaki deneyler Mersin Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya bölümünde yapılmıştır. Deneyler öncelikle 40°C sıcaklık 100 bar basınç ve 0.2 ml/min akış hızında 5, 10, 15, 30, 60 ve 90 dakika ile sürekli sistemde gerçekleştirilmiştir. Yaklaşık 1 g aspir tohumu ile yapılan deneyde elde edilen yağ

miktarı 0.0445 g olarak hesaplanmıştır. Kuru madde bazında % verim % 4,45 olarak bulunmuştur. Zamanla ekstrakte edilen yağ miktarındaki değişim Şekil 4.23'te gösterilmiştir.

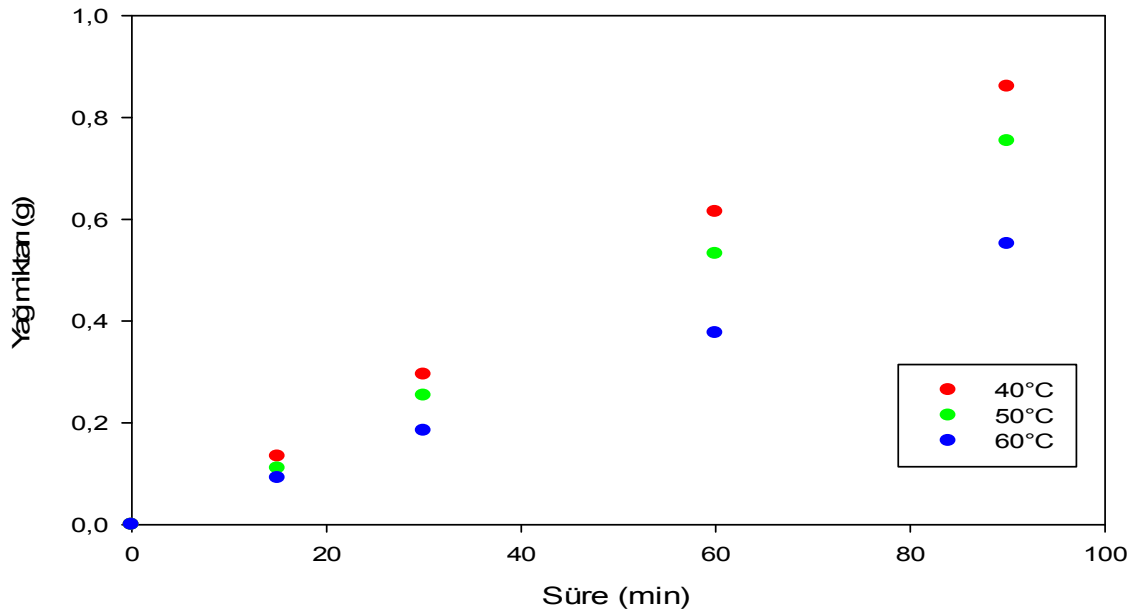


Şekil 4.23. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda zamanla elde edilen yağ miktarındaki değişim (T=40°C, P=100 bar, q=0.2 ml/min)

Düşük basınç ve akış hızı ile yapılan çalışmalarda ekstraksiyon veriminin oldukça düşük olduğu görülmüştür. Basıncın artmasıyla akışkanın yoğunluğu artar, artan yoğunlukla birlikte akışkanın çözme gücü de artmaktadır. Aynı zamanda akış hızı arttıkça türbülans sağlanacağından homojenlik artacak ve aynı zamanda katı yapının yüzeyindeki kütle aktarım dirençleri azalacağından difüzyon kolaylaşacak böylelikle ekstraksiyon veriminde artma sözü konusu olacaktır. Sistemin mekanik koşullarından dolayı yüksek basınçlara çıkamaması, yüksek akış hızında çalışılmaması, yüksek akış hızında akış hızının sabit tutulmaması gibi sebeplerden dolayı deneylerin bir kısmı Cumhuriyet Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünde yaptırılmıştır.

3 ml/min sabit süperkritik CO₂ akış hızında 300 bar sabit basınçta sıcaklığın ekstraksiyon verimi üzerindeki etkisi incelenmiştir. 40, 50 ve 60°C’de yapılan deneylerde elde edilen yağ miktarındaki değişim Şekil 4.24’de gösterilmiştir.

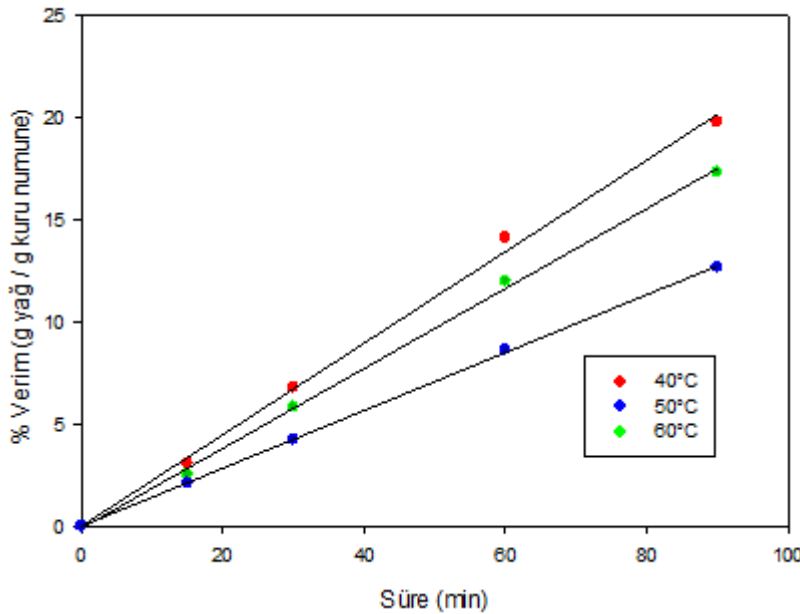
Zamanla ekstrakte edilen madde miktarı artarken, sıcaklığın artışıyla ekstrakte edilen madde miktarında azalma görülmüştür. 40°C sıcaklıkta 0.8608 g yağ (% 19.77) elde edilirken, 50°C’de 0.7538 g (% 17.33) ve 60°C sıcaklıkta ise 0.5516 g yağ (% 12.68) elde edilmiştir. Başlangıç ekstraksiyon hızına bakılacak olursa sıcaklık arttıkça başlangıç ekstraksiyon hızının azaldığı görülmüştür. Sıcaklıkla yoğunluğun ters orantılı olması çözücünün çözme gücünü düşürmüş ve bu yüzden başlangıç ekstraksiyon hızında azalma görülmüştür. Şekilde görüldüğü gibi ekstraksiyon dengeye gelmemiştir. Deneylerde kullanılan madde miktarının fazla olması buna bağlı olarak da ekstrakte edilebilecek yağ miktarının artması dengeye gelmemesine sebep olmuştur.



Şekil 4.24. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda sıcaklığın ekstrakte edilen yağ miktarına etkisi (P : 300 bar, q : 3 ml/ min)

Elde edilen yağ miktarlarına göre % verim incelendiği zaman 40°C sıcaklıkta kuru madde bazında %19.77, 50°C sıcaklıkta 17.33 ve 60°C sıcaklıkta %12.68 olarak hesaplanmıştır. Sıcaklık ile ekstraksiyon veriminin ters orantılı olduğu görülmüştür (Şekil 4.25). Sıcaklığın artışıyla etkin difüzyon katsayısı ve kütle aktarım katsayısı artmaktadır. Bu durumda karbondioksitin katı matris içerisine difüzyonu zorlaştırır. Bu nedenle sıcaklık arttıkça verimin azalmasına neden olmaktadır. Aynı zamanda gazların yoğunluğu sabit basınç altında sıcaklık arttıkça azalmaktadır. Yoğunluğun azalması çözme gücünün düşmesine sebep olur. Bu iki nedenden dolayı sıcaklığın artışıyla verimde azalma gözlenmiştir.

2007 yılında Gomes ve arkadaşlarının yapmış olduğu süperkritik akışkan ekstraksiyonuyla ıtır çiçeğinden uçucu yağ eldesi çalışmasında da benzer şekilde artan sıcaklıkla beraber ekstraksiyon veriminde azalma söz konusu olduğu söylenmiştir. Aynı zamana kavun (miskavun) tohumundan süperkritik akışkan ekstraksiyonuyla yağ eldesinin çalışıldığı bir diğer çalışmada ise yine benzer şekilde yüksek basınç değerlerinde sıcaklığın artışıyla ekstraksiyon veriminde düşme gözlenmiştir (Maran ve Priya, 2015).



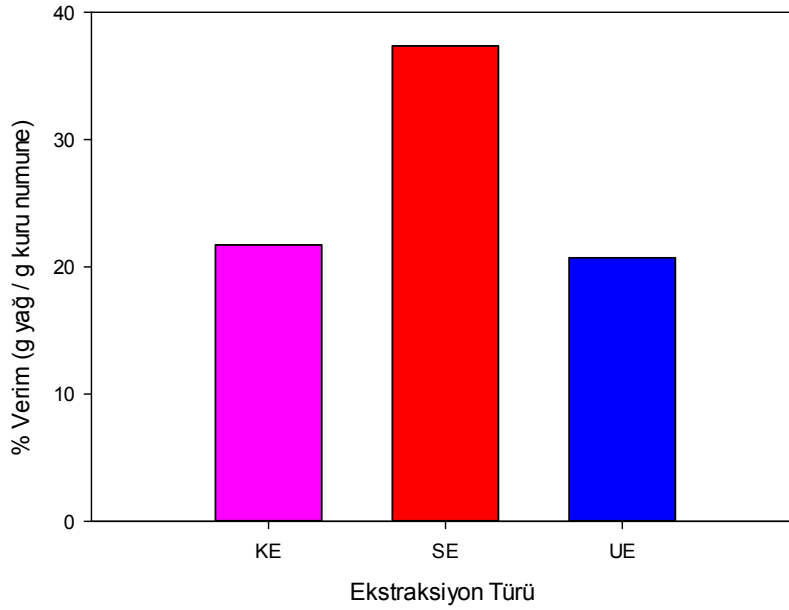
Şekil 4.25. Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda sıcaklığın verime etkisi (P : 300 bar, q : 3 ml/ min)

4.4. EKSTRAKSİYON VERİMENE ÇÖZÜCÜNÜN ETKİSİ

Aspir tohumundan yağ eldesinde beş farklı çözücü (dietil eter, petrol eteri, hekzan, aseton ve etanol) kullanılmıştır. Çeşitli özelliklere ve yapılaraya sahip olan bu çözücülerin ekstraksiyon verimine etkisi incelenmiştir.

4.4.1 Dietil Eter

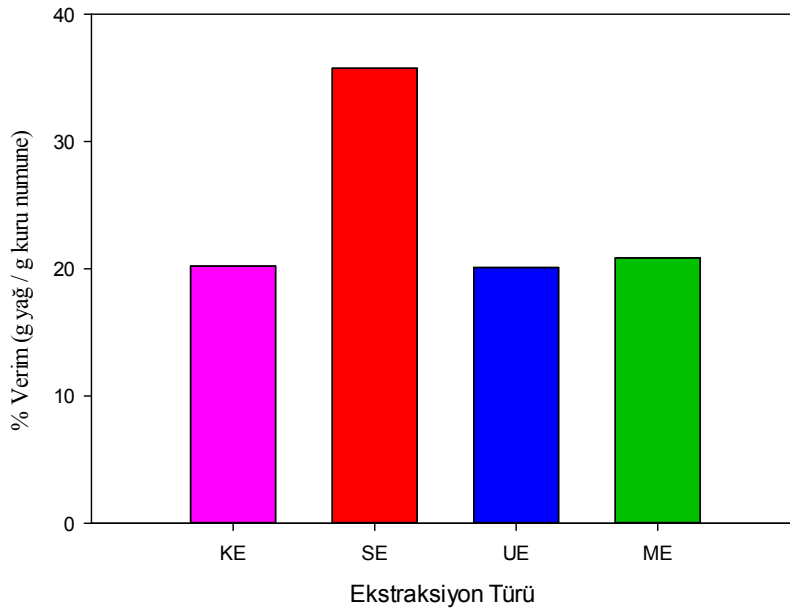
Düşük kaynama noktası ve yüksek uçuculuğa sahip dietil eter ile üç farklı ekstraksiyon çeşidi ile aspir tohumundan yağ elde edilmiştir. Kaynama noktasının düşük olması sebebiyle mikrodalga ekstraksiyonu sisteminde kullanılmayan dietil eter, soxhlet ekstraksiyonu (SE), klasik çözücü ekstraksiyonu (KE) ve ultrasonik (UE) ekstraksiyonda kullanılmıştır. Dietil eter varlığında en yüksek verime soxhlet ekstraksiyonunda ulaşılırken, en düşük verim ise klasik çözücü ekstraksiyonu yönteminde gözlenmiştir (Şekil 4.26). Soxhlet ekstraksiyonunda çözücünün sifon sayesinde sürekli olarak doymamış çözücü kullanılması, yüksek miktarda çözücü kullanılması daha yüksek verimde olmasını sağlarken, klasik çözücü ekstraksiyonunda katı yapı – çözücü temasının sınırlı olması daha düşük verimde olmasına neden olmuştur.



Şekil 4.26. Dietil eter ile yağ eldesine ekstraksiyon türünün etkisi

4.4.2 Petrol Eteri

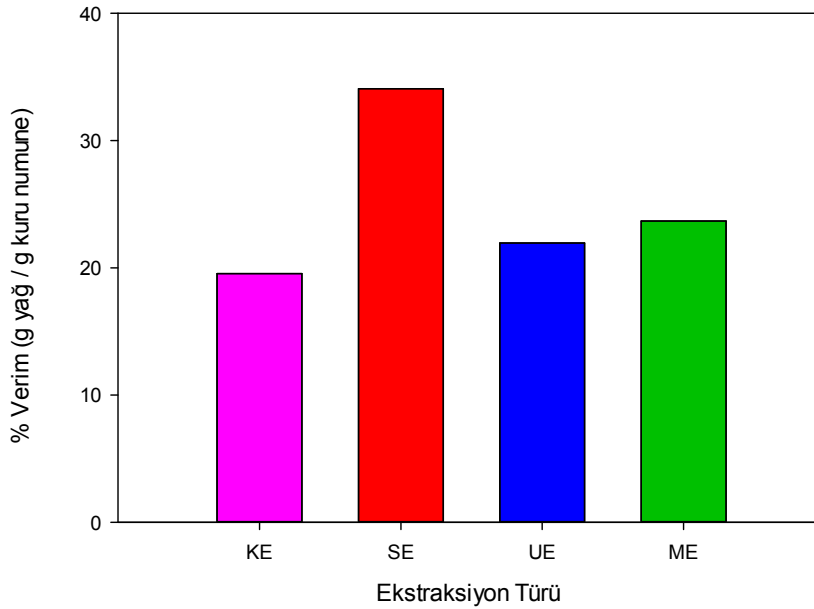
Petrol türevi bir karışım olan petrol eteri ile klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, (ultrasonik ekstraksiyon ve mikrodalga ekstraksiyonu (ME) ile aspir tohumundan yağ eldesi çalışılmıştır. Elde edilen verilere göre en yüksek verime soxhlet ekstraksiyonu yöntemi kullanıldığında ulaşılmıştır. En düşük verim ise (% 20.10) ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilirken klasik çözücü yönteminde ise ultrasonik ekstraksiyona yaklaşık bir verim (% 20.21) elde edilmiştir (Şekil 4.27). Mikrodalga ekstraksiyonunda ultrasonik ekstraksiyona nazaran daha yüksek bir güç uygulanması katı yapının kütle aktarım dirençlerini daha fazla azaltacağından daha yüksek verime ulaşılmıştır. Ultrasonik ekstraksiyon ve klasik çözücü ekstraksiyonunu kıyaslayacak olursak birbirine çok yakın bir verime ulaşılmıştır. Fakat bu değere klasik çözücü ekstraksiyonunda 180 dakikanın sonunda ulaşılırken, ultrasonik ekstraksiyon yöntemiyle 30 dakikada ulaşılmıştır. Aynı verime sahip olmalarına rağmen klasik çözücü yönteminin uzun süren ekstraksiyon süreci ultrasonik ekstraksiyon yöntemine göre dezavantajdır.



Şekil 4.27. Petrol eteri ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi

4.4.3 Hekzan

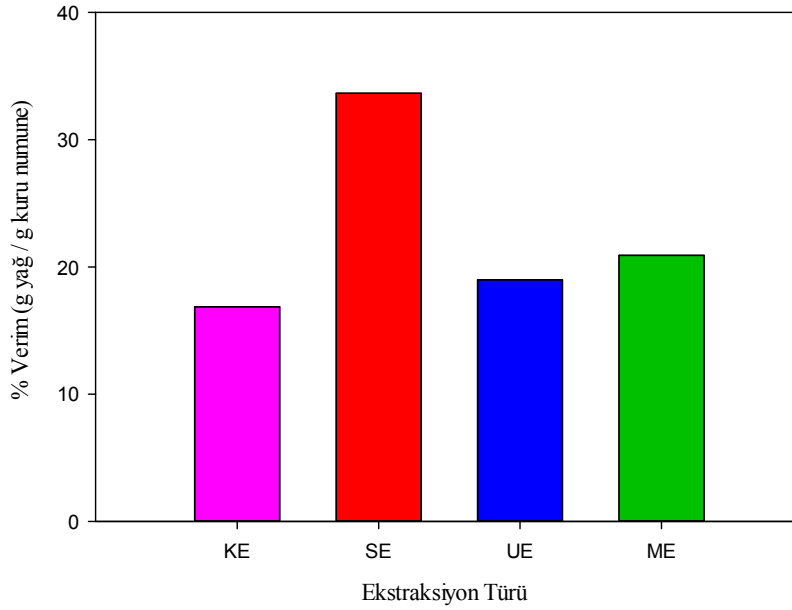
Bitkisel yağ ekstraksiyonunda sıklıkla kullanılan çözücülerin başında gelen hekzan, dört farklı ekstraksiyon çeşidinde (klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu) kullanılarak aspir tohumundan yağ ekstraksiyonu üzerindeki etkisi incelenmiştir (Şekil 4.28). En yüksek verime soxhlet ekstraksiyonu ile ulaşılırken en düşük verime klasik çözücü ekstraksiyonunda ulaşılmıştır. Klasik çözücü ekstraksiyonunun soxhlet ekstraksiyonundan farklı olarak sifon yapılmasıyla aynı çözücünün tekrar tekrar saf olarak kullanılması daha yüksek verimlere çıkılmasını sağlamıştır. Bu sebepten dolayı soxhlet ekstraksiyonunda (6 saat) % 34.08 verime ulaşılırken, klasik çözücü ekstraksiyonunda (15 saat) verim % 19.55 olarak hesaplanmıştır. Soxhlet ekstraksiyonundan sonra mikrodalga ekstraksiyonu yöntemini verim olarak diğerlerine göre daha fazladır. 10 dakika gibi kısa bir sürede mikrodalga ekstraksiyonu ile % 23.68 verime ulaşılmıştır. Ultrasonik ekstraksiyonda ise doksan dakikanın sonunda % 21.95 olarak hesaplanmıştır. Bu durumda ekstraksiyon süresi ve verimi açısından mikrodalga ekstraksiyonu avantajlı görülmektedir.



Şekil 4.28. Hekzan ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi

4.4.4 Aseton

Bitkisel yağ ekstraksiyonunda kullanılan çözücülerden bir diğeri olan aseton ile de çeşitli ekstraksiyon süreçleri (klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu) ile aspir tohumundan yağ elde edilmiştir. Temel alınan yöntem olan soxhlet ekstraksiyonu ile en yüksek verime ulaşılmıştır (% 33.65). En düşük verim (% 16.86) ise eski bir yöntem olan klasik çözücü ekstraksiyonu ile elde edilmiştir (Şekil 4.29). Aseton ile yapılan deneylerde de yöntemlerin verim sıralaması diğer çözücülerle benzer sonuçlar göstermiştir. 10 dakika sonunda % 20.92 ekstraksiyon verimine ulaşan mikrodalga ekstraksiyonu soxhletten sonra en yüksek verime ulaşmasının yanı sıra soxhlet ekstraksiyonu 10 saatte tamamlanırken mikrodalga ekstraksiyon 10 dakikada tamamlanmıştır.

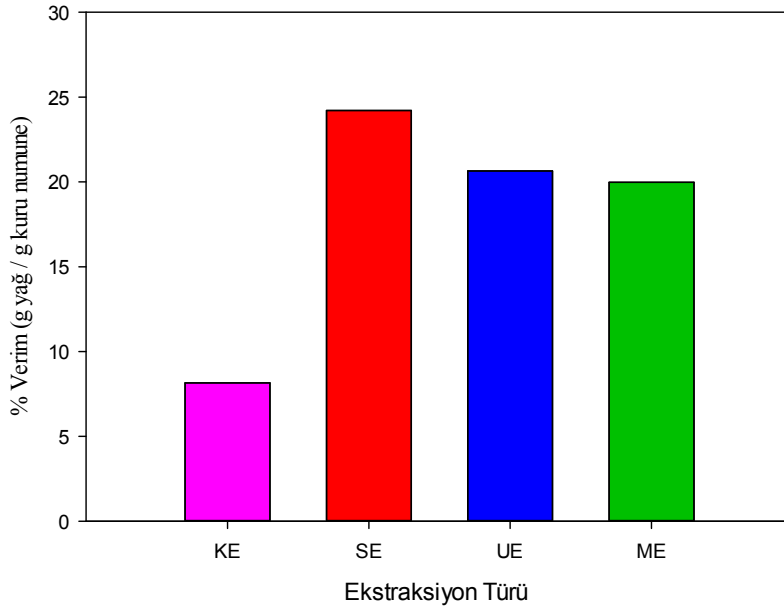


Şekil 4.29. Aseton ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi

4.4.5 Etanol

Çeşitli ekstraksiyon süreçlerinde (klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu) etanol varlığında

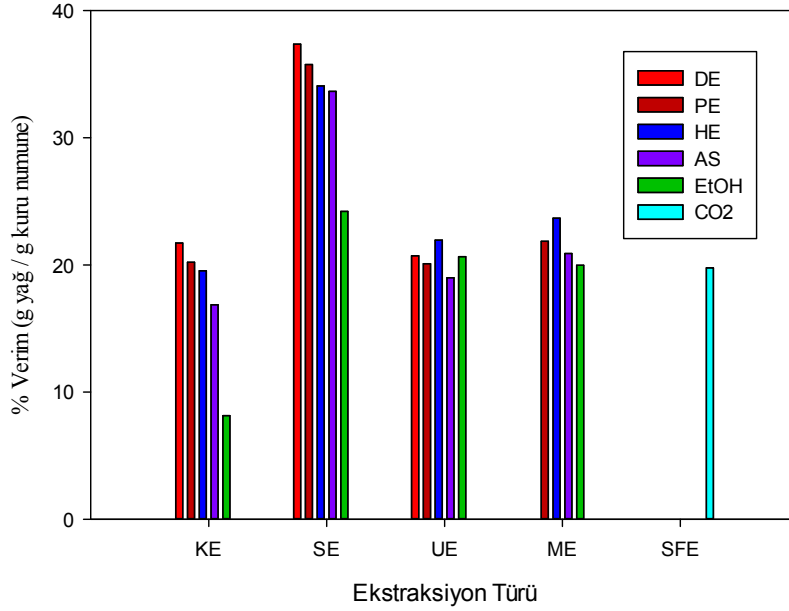
da çalışmalar yapılmıştır. En yüksek verim soxhlet ekstraksiyonu ile % 24.21 iken en düşük kuru madde bazında aspir tohumundan elde edilen yağ verimi klasik çözücü ekstraksiyonu ile % 8.15 olmuştur (Şekil 4.30). 15 saat süren klasik çözücü ekstraksiyonunun % 8.15 ekstraksiyon verimine ulaşması etanolün diğerlerine göre daha yavaş ekstrakte eden bir çözücü olduğunu göstermiştir. Etanolün yüksek viskozitesi çözücünün katı yapı içerisine nüfus etmesini zorlaştırmaktadır. Bu yüzden ultrasonik ekstraksiyon ve mikrodalga ekstraksiyonu gibi yöntemlerle katı yapı parçalanıp etanol daha kolay nüfus etmesini sağlamıştır. Bu sebeple mikrodalga ekstraksiyonunda verim on dakikada %19.98 iken ultrasonik ekstraksiyon yönteminde doksan dakikada % 20.65 olarak hesaplanmıştır. Etanol ile yapılan deneylerde diğer çözücülerle yapılan deneylere göre mikrodalga ekstraksiyon yönteminin verimi ultrasonik ekstraksiyon yönteminden daha düşük çıkmıştır. Bunun sebebinin ise yine etanolün ekstraksiyonun daha yavaş tamamlanmasından dolayı 10 dakika ekstraksiyon süresinin mikrodalga ekstraksiyonu için yeterli olmamasından dolayı olduğu düşünülmüştür.



Şekil 4.30. Etanol ile yağ eldesinde ekstraksiyon türünün etkisi

Genel olarak bu yüksek lisans tez çalışmasında genel olarak aspir tohumundan yağ eldesinde ekstraksiyon türünün ve çözücü türünün ekstraksiyon

verimine etkisi incelenmiştir. Ekstraksiyon çeşitleri olarak geleneksel yöntemler olan klasik çözücü ekstraksiyonu ve soxhlet ekstraksiyonu ile son yıllarda gelişmekte olan ekstraksiyon yöntemleri olan ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu ve süperkritik akışkan ekstraksiyonu uygulanmıştır. Her bir yöntemin avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Şekil 4.31'de görüldüğü üzere genel olarak tüm çözücüler için en yüksek verim soxhlet ekstraksiyonu ile yapılan deneylerde elde edilmiştir. Ardından sırasıyla mikrodalga ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, klasik çözücü ekstraksiyonu gelmektedir. Süperkritik akışkan ekstraksiyonu ile yapılan deneylerde ekstraksiyon dengeye gelmemesine rağmen ortalama bir verime (% 19.77) ulaşılmıştır.



Şekil 4.31. Farklı çözücüler kullanılarak yapılan ekstraksiyon süreçlerinin yağ verimine etkisi

Yapılan çalışmada klasik çözücü ekstraksiyonunda dietil eter ile üç saatin sonunda kuru madde bazında % verimi % 21.73, petrol eteri ile altı saatin sonunda % 20.21, hekzan ile onbeş saatin sonunda % 19.55, aseton ile on beş saatin sonunda % 16.86 ve etanol ile ise on beş saatin sonunda % 8.15 olarak belirlenmiştir. Bilinen en eski katı – sıvı ekstraksiyon yöntemi olan klasik çözücü ekstraksiyonunda yüksek verimlere 15 saat gibi uzun süreler sonunda ulaşılmaktadır. Bunun sebebi klasik

çözücü ekstraksiyonunda difüzyon işleminin yavaş olması, çözücü – katı yapı temasının sınırlı olmasıdır. Bu dezavantajları gidermek amacıyla soxhlet ekstraksiyonu geliştirilmiştir.

Soxhlet ekstraksiyonu temelinde ekstraksiyon sırasında yapılan her bir sifon sonrası ekstraktöre çözücünün saf olarak gitmesiyle yağ veriminin arttırılması vardır. Yapılan her sifonda katı yapı üzerine tekrar doymamış çözücü gönderilmesi tohum içerisinde kalan yağların alınmasını sağlar. Bu mantık doğrultusunda bu yöntem en yüksek verimin ulaşıldığı temel yöntem olarak bilinir. Yüksek verimlere ulaşmasına karşın bu yöntem, çok fazla çözücü kullanımı, uzun süren ekstraksiyon işlemi gibi dezavantajlara sahiptir. Bu yöntemle aspir tohumundan yağ eldesinde dört saatin sonunda dietil eter ile % 37.36, dört saatte petrol eteri ile % 35.76, altı saatte hekzan ile % 34.08, on saatte aseton ile % 33.65 ve on saatte etanol ile % 24.21 verim elde edilmiştir. Soxhlet ekstraksiyonu ile yapılan deneylerde yüksek verim olmasına rağmen bu verime ancak dört – on saat gibi çok uzun ekstraksiyon süresinde ve diğerlerine göre on kat daha fazla çözücü kullanımında ulaşılabilmektedir.

Wang ve Weller'in 2006 yılında yayınlanmış olan derlemesine göre de geleneksel yöntemler gelişen teknolojiyle birlikte, bu sorunlara çözüm olması açısından yeni yöntemler doğurduğu söylenmiştir.

Yeni ekstraksiyon yöntemlerinden biri olan ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile on beş dakikada dietil eter ile % 24.54, petrol eteri ile otuz dakikada % 20.11, hekzan ile doksan dakikada % 21.95, aseton ile kırk beş dakikada % 19.00 ve etanol ile doksan dakikada % 20.65 verim elde edilmiştir. Bu yöntemin avantajı soxhlet ve klasik çözücü ekstraksiyonuna göre avantajı düşük hacimde çözücü kullanılarak kısa sürede yüksek verimlere ulaşmasıdır. Verim olarak soxhlet ekstraksiyonun altında kalmıştır. Fakat soxhlet ekstraksiyonun elde ettiği verimin yarısından fazlasına soxhlet ekstraksiyonuna göre çok daha kısa sürelerde ulaşılmıştır. Dezavantajı ise geleneksel yöntemlere göre daha çok enerji harcaması maliyeti arttırırken, ultrasonik ses dalgalarının meydana getirdiği ısıyı da kontrol edilmesinin gerekliliğidir.

2014 yılında Samaram ve arkadaşlarının papaya tohumundan klasik çözücü ekstraksiyonu ve ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile yağ eldesinde de benzer

sonuçlar elde edilmiştir. 12 saat süren klasik çözücü ekstraksiyonuna göre ultrasonik ekstraksiyon yönteminin çok saha kısa sürede (30 dakika) gerçekleştiği söylenmiştir.

Gelişmekte olan bir diğer yöntem ise mikrodalga ekstraksiyonu yöntemidir. Bu yöntem Şekil 4.33'te de belirtildiği gibi çok hızlı ekstraksiyon dengesine ulaşan bir yöntemdir. Yapılan bu çalışmada mikro dalga ekstraksiyonu ile 10 dakikada kuru madde bazında petrol eteri ile % 21.86, hekzan ile % 23.68, aseton ile % 20.92 ve etanol ile % 19.98 verim elde edilmiştir. Kısa sürede ekstraksiyon yapması ve yüksek verime ulaşması en belirgin avantajıyken, yüksek maliyet ve mikrodalga enerjisinin bitkisel katı yapılarda yüksek sıcaklıkla birlikte bozunmaya uğraması, ekstrakte edilen maddelerin bileşiminin değişmesi ise dezavantajları arasındadır. Genel olarak ultrasonik ekstraksiyon ve klasik çözücü ekstraksiyonu yöntemi ile birbirine yakın verimler elde edilmesine rağmen bu verime mikrodalga ekstraksiyonunda 10 dakika gibi çok kısa bir sürede ulaşılmıştır. Katı yapıdaki bozulmalardan dolayı oluşan kompozisyon değişikliği ise mikrodalga gücünün düşürülmesi ile kontrol edilebileceği düşünülmüştür.

Tsukui ve arkadaşlarının 2014 yılında yeşil kahve çekirdeğinden mikrodalga ekstraksiyonu ve soxhlet ekstraksiyonu ile yağ eldesi çalışılmıştır. Bu çalışmada da benzer şekilde on dakika içerisinde tamamlanan mikrodalga ekstraksiyonunun, dört saat süren sokhlet ekstraksiyonuna göre oldukça hızlı bir yöntem olduğu söylenmiştir.

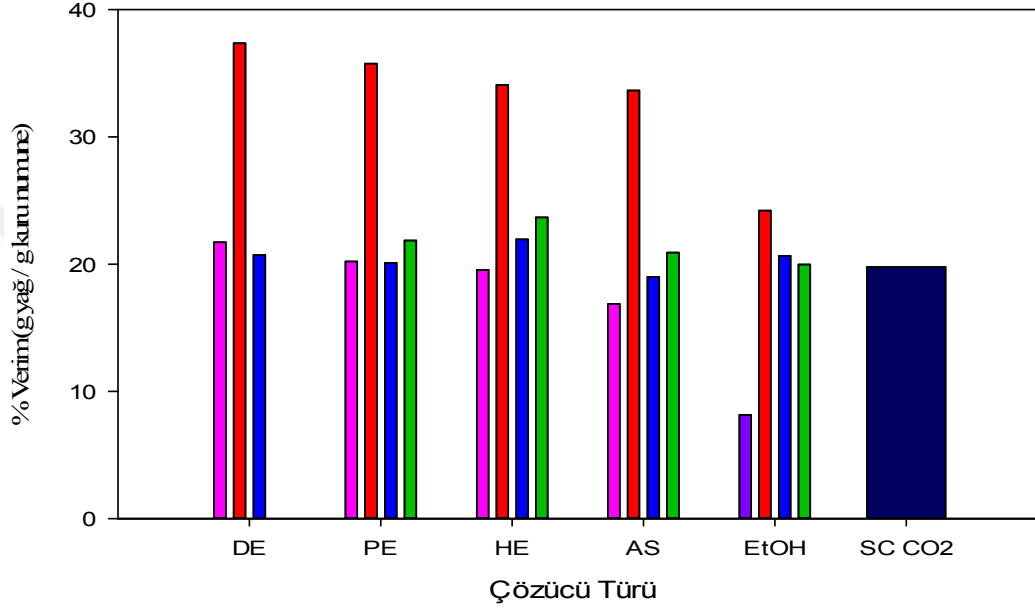
Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım örgütü (FAO) tarafından sağlık açısından organik çözücü kullanımının sağlık açısından zararlı olduğunun düşünülmektedir. Bu da daha farklı ekstraksiyon süreçlerine ihtiyaç duyulmasına sebep olmuştur. Son zamanlarda süperkritik akışkan ekstraksiyonu ile bu gereksinimin giderilmesi amaçlanmaktadır. Süperkritik akışkan olarak karbondioksit kullanımı; toksik olamaması, yanıcı parlayıcı olamaması, kolay ulaşılabilir işletme koşulları, inert olması açısından tercih edilen akışkan olmuştur. Bu çalışmada da süperkritik CO₂ kullanılarak aspir tohumundan yağ eldesinde 300 bar basınç, 40°C sıcaklıkta doksan dakikanın sonunda % 19.77, % verime ulaşılmıştır. Soxhlet ekstraksiyonu temel alındığında bu yöntemle yağın % 52.92'si elde edilmiştir. Bu yöntemin dezavantajı ise

ilk kurulum maliyetinin yüksek olması ve işletme parametrelerinin kontrolünün diğer yöntemlere kıyasla daha zor olmasıdır.

Genel olarak bakacak olursak geleneksel yöntemlerin yerini yeni yöntemler almaya başlamıştır. Bu yöntemler arasında soxhlet ekstraksiyonu yüksek verimlere on iki saat gibi uzun ekstraksiyon sürelerinde ulaşmıştır. Bunun yanı sıra diğer yöntemlere nazaran daha fazla çözücü tüketimine sahiptir. Geri kalan dört yöntem ise yaklaşık olarak aynı verimlere ulaştığı görülmüştür. Bu yöntemler içerisinde organik çözücü kullanılan yöntemler olan klasik çözücü ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon ve mikrodalga ekstraksiyonunu inceleyecek olursak; klasik çözücü ekstraksiyonu da 15 saat gibi uzun süren ekstraksiyon süresine sahiptir. Ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ve mikrodalga ekstraksiyonunda ise, ultrasonik ekstraksiyon yönteminde süre 15 dakika ile 90 dakika arasında değişiklik gösterirken, mikrodalga on dakika gibi kısa bir ekstraksiyon süresine sahiptir. Mikrodalga ekstraksiyonunun dezavantajı yüksek mikrodalga gücünün (800 W) katı yapıda değişiklikler yapmasıdır. Bunun için ileriki çalışmalarda mikrodalga gücü ve sıcaklığının verime ve kimyasal kompozisyona etkisinin incelenerek geliştirilebileceği düşünülmüştür. Bu yöntemlerin yanı sıra organik çözücü kullanılmaması gibi çok önemli bir avantaja sahip olan süperkritik akışkan ekstraksiyonu da soxhlet ekstraksiyonu haricindeki yöntemlerle yaklaşık ekstraksiyon verimine sahiptir. Ekstraksiyon yapılan bu çalışmada henüz tamamlanmamış olup, % 19.55'in de üzerine çıkılabileceği düşünülmüştür. Bu durumda ekstraksiyon süresi olarak doksan dakikayı geçmesi süreyi uzatmış olacaktır. Fakat geride organik çözücü kalıntısının olmaması ve bu şekilde yaklaşık doksan dakika aspir tohumu içerisindeki yağın önemli bir kısmını ekstrakte etmesi diğer yöntemlere göre daha elverişli bir yöntem olduğunu göstermektedir.

2014 yılında Bampouili ve arkadaşları tarafından yapılmış olan çalışmada da farklı ekstraksiyon yöntemleri (UE, SE, SFE, ME) ile damla sakızı ağacından uçucu yağ ekstrakte edilmiştir. Bu çalışmada da benzer şekilde soxhlet ekstraksiyonu uzun sürede yüksek verime ulaşmış, ve mikrodalga ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon ve süperkritik akışkan ekstraksiyonu daha az fakat daha kısa sürede yaklaşık ekstraksiyon verimlerine ulaşmıştır.

Ekstraksiyon çeşitlerinin yanı sıra çözücü türlerinde incelendiği bu çalışmada farklı kimyasal özelliklere sahip olan beş ayrı çözücü (dietiler, petrol eteri, hekzan, aseton ve etanol) ile çalışmalar yapılmıştır. Farklı çözücü türlerinin her bir ekstraksiyon yönteminde aspir tohumundan yağ eldesinde kuru madde bazında % verimler karşılaştırılmıştır (Şekil 4.32).



Şekil 4.32. Çözücü türünün ekstraksiyon verimine etkisi

Şekil 4.32’de görüldüğü organik çözücülerin kullanıldığı ekstraksiyon türlerinde verim genel olarak sırasıyla dietil eter > petrol eteri > hekzan > aseton > etanol şeklindedir. Ekstraksiyon işlemlerinde çözücü türü önemli bir parametre olarak görülmektedir. Çözücülerin polaritesi, viskozitesi, dielektrik sabitleri, uçuculukları ekstraksiyon verimlerinde çözücülerini birbirinden ayıran parametrelerdir.

Benzer benzeri çözer ilkesine dayanarak polar çözücüler polar yapıları, apolar çözücüler ise apolar yapıları daha kolay ekstrakte etmektedir.

Hekzan ve petrol eteri, dietil eterden daha apolar olmasına rağmen dietil eter ile yapılan deneylerde daha yüksek verim elde edilmiştir. Bunun sebebi dietil eterin daha kolay difüzyonu hızlı ekstrakte etmesi ve düşük viskozitesi olarak

düşünülmüştür. Aynı zamanda hekzan ve petrol eteri eşit polariteye sahipken petrol eterinin de hekzandan daha yüksek verime ulaşması hekzanın viskozitesinin petrol eterinden daha yüksek olması olarak söylenebilir. Aseton ve etanol de birbirine çok yakın polariteye sahip olmasına rağmen diğerlerine göre (hekzan, dietil eter, petrol eteri) daha düşük ekstraksiyon verimine sahiptir. Etanolün yüksek vizkositesi asetondan daha düşük ekstraksiyon verimine ve daha yüksek ekstraksiyon süresine sahip olmasına neden olmuştur. Çözücülerin fiziksel özellikleri Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4. 1 Çözücülerin fiziksel özellikleri

| ÇÖZÜCÜ | YOĞUNLUK (g/cm³) | VİSKOZİTE (cp) | POLARİTE | DİELEKTİRİK SABİTİ |
|-------------------------|--|---------------------------|-----------------|-------------------------------|
| DIETİL ETER | 0.71 | 0.22 | 2.8 | 4.3 |
| PETROL ETERİ | 0.64 – 0.66 | 0.3 cp | 0.1 | 1.89 |
| HEKZAN | 0.65 | 0.3 | 0.1 | 1.89 |
| ASETON | 0.79 | 0.29 | 5.1 | 20.7 |
| ETANOL | 0.79 | 0.56 | 5.2 | 24.3 |

Tüm bunlar göz önüne alındığında temel olarak polarite ekstraksiyon veriminin sıralanmasına sebep olsa da çözücülerin viskozitesi de birbirine yakın polariteli çözücüler için ayırt edici önemli bir parametredir

Ekstraksiyon süreçlerinde en yüksek verim dietil eter kullanılan deneylerde elde edilmiştir. Düşük polaritesi ve viskozitesi dietil eterin önemli avantajlarıdır. Düşük kaynama noktası, yanıcı, parlayıcı olması ve toksik olması dietil eterin dezavantajları arasındadır. Bu açıdan yanıcı ve parlayıcılığının az olması sebebiyle bitkisel yağ ekstraksiyonunda genel olarak kullanılan çözücü hekzan olarak

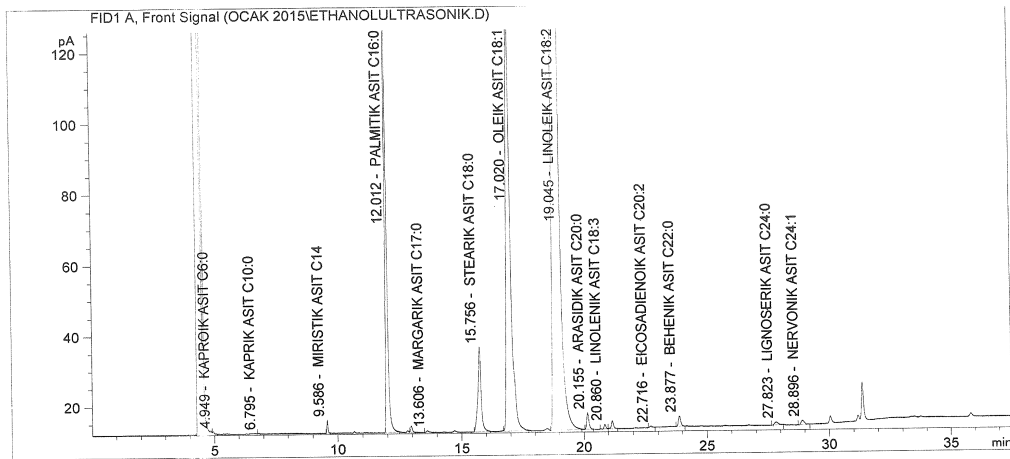
tanımlanır. Yine de organik çözücü olması, kalıntı bırakması açısından bir dezavantajdır.

Süperkritik akışkan ekstraksiyonunda kullanılan karbondioksit toksik olamaması, yanıcı parlayıcı olamaması, kolay ulaşılabilir işletme koşulları, inert olması açısından önemli bir çözücüdür. Bu çalışmada kuru madde bazında % 19.77 verime ulaşılarak uygun bir çözücü olduğu belirlenmiştir.

Rezaie ve arkadaşlarının 2015 yılında damlasakızı ağacından antioksidatif bileşik eldesinde farklı çözücüler kullanılarak ultrasonik ekstraksiyon uygulanmıştır. Çözücülerin türlerine göre verimlerin değişimi incelenmiştir. Çözücü türlerine göre ekstraksiyon verimindeki değişimin sadece polaritesine değil viskozitesi ve dielektrik sabitine göre değiştiği söylenmiştir. Yine benzer şekilde apolar çözücülerin apolar molekülleri, polar çözücülerin polar molekülleri çözeceği vurgulanmıştır.

4.5. YAĞ ASİDİ BİLEŞİMİNİN BELİRLENMESİ

Elde edilen aspir tohumu yağının bileşimi yağ asitleri metil esterlerine çevirdikten sonra gaz kromatografisi ile belirlenmiştir. Türk Gıda Kodeksinin "Bitki Adı ile Anılan Yemeklik Yağlar" başlıklı tebliğinde (No:2010/17) yayımlanan aspir yağının gaz kromatografisi ile tespit edilen yağ asitleri bileşimine uygunluğu incelenmiştir. Örnek gaz kromatografisi Şekil 4.33'te görüldüğü gibidir. Diğer gaz kromatografisi sonuçları ise Ek 2'de verilmiştir.



Şekil 4.33. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi sonucu

Aspir tohumu yağında çok çeşitli yağ asidi bulunmaktadır (Çizelge 1.3). Bu çalışmada yüzde oranının yüksekliğine göre palmitik asit, stearik asit, oleik asit, linoleik asit ve araşidik asit yüzdeleri verilmiştir.

SE, UE, ME ile elde edilen yağların kompozisyonu Çizelge 4.2 – 4.4’de verilmiştir. Çizelgelerde Türk Gıda Kodeksi’ne göre bileşenlerin olması gereken aralık değerleri verilmiştir.

Çizelge 4.2. Soxhlet ekstraksiyonundan elde edilen aspir tohumu yağ kompozisyonu

| ÇÖZÜCÜ YAĞ ASİDİ | ETANOL | ASETON | HEKZAN | PETROL ETERİ | Dİ ETİL ETER |
|---|---------------|---------------|---------------|-------------------------------|-------------------------------|
| PALMİTİK ASİT (5.3 – 8) | 7.245 | 6.593 | 6.666 | 6.546 | 6.603 |
| STEARİK ASİT (1.9 – 2.9) | 2.305 | 2.283 | 2.316 | 2.329 | 2.289 |
| OLEİK ASİT (8.4 – 21.3) | 15.927 | 15.885 | 16.033 | 16.081 | 15.991 |
| LİNOLEİK ASİT (67.8 – 83.2) | 73.99 | 73.732 | 73.613 | 73.304 | 73.769 |
| ARAŞİDİK ASİT (0.2 – 0.4) | 0.326 | 0.333 | 0.357 | 0.385 | 0.339 |
| DİĞER | 0.998 | 1.174 | 1.016 | 1.355 | 1.009 |

Soxhlet ekstraksiyonu ile aspir tohumundan elde edilen yağların kompozisyonunun çözücü türüne göre değişmediği hemen hemen her çözücü için her bir yağ asidinin yaklaşık olarak aynı değerlerde olduğu görülmüştür. Linoleik asitçe zengin olarak bilinen aspir yağının yapılan gaz kromatografisi analiziyle de genel olarak % 73’ünün linoleik asitten oluştuğu belirlenmiştir. Ultrasonik ekstraksiyon ile

aspir tohumundan elde edilen yağların kompozisyonunun çözücü türüne göre değişmediği hemen hemen her çözücü için her bir yağ asidinin yaklaşık olarak aynı değerlerde olduğu görülmüştür (Çizelge 4.2). Yapılan analizler sonucu elde edilen değerlerin Türk Gıda Kodeksi'nin tebliğindeki limitler arasında olduğu belirlenmiştir.

Mikrodalga ekstraksiyonu ile yapılan çalışmalarda elde edilen aspir tohumu yağı verimi ultrasonik ekstraksiyon yöntemine göre artış gösterse de gaz kromatografisi analizine göre yağ asidi kompozisyonunda sapmalar meydana gelmiştir (Çizelge 4.4). Bu sapmalar, mikrodalga enerjisinin bitkinin katı yapısı içerisine girerken aynı zamanda bitki hücre duvarında tahribatlara yol açması, mikrodalga enerjisinin oluşturduğu yüksek sıcaklığın yapıda bozulmalara sebep olması, artan sıcaklıkla birlikte linoleik asidin yapısının değişmesi gibi sebeplerden dolayı olduğu düşünülmüştür. Sıcak iklimlerde yetişen yağlı tohumların oleik asitçe yüksek, soğuk iklimlerde yetişen yağlı tohumların linoleik asitçe yüksek olması linoleik asit miktarının sıcaklıkla azalıp, oleik asit miktarının da artmasının göstergesi olduğu düşünülebilir (Duru ve Konuşkan, 2014).

Çizelge 4.3. Ultrasonik ekstraksiyondan elde edilen aspir tohumu yağ kompozisyonu

| ÇÖZÜCÜ YAĞ ASİDİ | ETANOL | ASETON | HEKZAN | PETROL ETERİ | Dİ ETİL ETER |
|--|---------------|---------------|---------------|-------------------------------|-------------------------------|
| PALMİTİK ASİT (5.3 – 8) | 6.673 | 6.422 | 6.997 | 7.000 | 6.577 |
| STEARİK ASİT (1.9 – 2.9) | 2.254 | 2.253 | 2.440 | 2.468 | 2.268 |
| OLEİK ASİT (8.4 – 21.3) | 15.520 | 15.682 | 16.526 | 16.602 | 15.644 |
| LİNOLEİK ASİT (67.8 – 83.2) | 74.298 | 74.248 | 72.579 | 72.563 | 74.166 |
| ARAŞİDİK ASİT (0.2 – 0.4) | 0.314 | 0.331 | 0.363 | 0.363 | 0.338 |
| DİĞER | 0.941 | 1.064 | 1.095 | 1.004 | 1.007 |

Çizelge 4.4. Mikrodalga ekstraksiyonundan elde edilen aspir tohumu yağ kompozisyonu

| ÇÖZÜCÜ YAĞ ASİDİ | ETANOL | ASETON | HEKZAN | PETROL ETERİ |
|---|---------------|---------------|---------------|---------------------|
| PALMİTİK ASİT (5.3 – 8) | 6.768 | 6.955 | 8.459 | 8.281 |
| STEARİK ASİT (1.9 – 2.9) | 2.326 | 2.427 | 2.828 | 2.892 |
| OLEİK ASİT (8.4 – 21.3) | 16.171 | 16.649 | 18.852 | 19.130 |
| LİNOLEİK ASİT (67.8 – 83.2) | 73.135 | 72.593 | 67.091 | 68.022 |
| ARAŞİDİK ASİT (0.2 – 0.4) | 0.353 | 0.381 | 0.414 | 0.445 |
| DİĞER | 1.247 | 0.995 | 2.356 | 1.23 |

Aynı zamanda Zigoneanu ve arkadaşlarının 2008 yılında yapmış olduğu çalışmada pirinç kepeğinden mikro dalga ekstraksiyonu yöntemiyle hekzan ve isopropanol kullanılarak antioksidan eldesinde de değişen çözücü türü ve ekstraksiyon koşullarında ekstraksiyon veriminin artmasına rağmen kompozisyonda değişiklik olduğu söylenmiştir.

5. SONUÇLAR

Bu çalışmada aspir bitkisi tohumundan farklı çözücüler ve yöntemlerle yağ ekstraksiyonu yapılarak birbirleriyle karşılaştırılması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda beş farklı yöntem (klasik çözücü ekstraksiyonu, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu ve süperkritik akışkan ekstraksiyonu) ile kimyasal yapısı birbirinden farklı beş çözücü (dietil eter, petrol eteri, hekzan, aseton ve etanol) ile çalışmalar yapılmış, elde edilen yağlar gaz kromatografisi ile analiz edilmiştir.

Yapılan deneyler sonucunda soxhlet ekstraksiyonunda hekzan ile yapılan deneylerde tanecik büyüklüğünün ekstraksiyon verimine etkisi incelenmiş; tanecik büyüklüğü azaldıkça (1 mm – 2 mm, 500 µm – 1 mm, elek altı) verimin önce % 27.13'den % 34.08'e arttığı, sonra da % 31.22'e azaldığı görülmüştür.

Dietil eter ile yapılan soxhlet ekstraksiyonu deneyinde ekstraksiyon kinetiği belirlenmiş olup dört sifon sonunda ekstraksiyonun tamamlandığı görülmüştür.

Genel olarak ekstraksiyon yöntemlerinin ve çözücü türlerinin incelendiği deneylerde ise; klasik çözücü ekstraksiyonunda dietil eter ile 3 saatin sonunda kuru madde bazında % verimi % 21.73, petrol eteri ile 6 saatin sonunda % 20.21, hekzan ile 15 saatin sonunda % 19.55, aseton ile 15 saatin sonunda % 16.86 ve etanol ile ise 15 saatin sonunda % 8.15 olarak belirlenmiştir.

Soxhlet ekstraksiyonu yöntemi ile aspir tohumundan yağ eldesinde 4 saatin sonunda dietil eter ile % 37.36, 4 saatte petrol eteri ile % 35.76, 6 saatte hekzan ile % 34.08, 10 saatte aseton ile % 33.65 ve 10 saatte etanol ile % 24.21 % verim elde edilmiştir.

Mikrodalga ekstraksiyonu ile yapılan çalışmalarda 10 dakikada kuru madde bazında petrol eteri ile % 21.86, hekzan ile % 23.68, aseton ile % 20.92 ve etanol ile % 19.98 verim elde edilmiştir. Mikrodalga ekstraksiyon yöntemine uygun olmadığı için dietil eter kullanılmamıştır.

Süperkritik CO₂ kullanılarak aspir tohumundan süperkritik akışkan ekstraksiyonu ile yağ eldesinde 300 bar basınç, 40°C sıcaklıkta 90 dakikanın

sonunda % 19.77, % verime ulaşılmıştır. Sabit basınç ve akış hızında sıcaklığın etkisi incelenmiş ve sıcaklık arttıkça ekstraksiyon veriminin azaldığı görülmüştür.

Birbirinden farklı özelliklere sahip çözücüler arasında kuru madde bazında ekstraksiyon verimi sırasıyla dietil eter > petrol eteri > hekzan > aseton > etanol olarak belirlenmiştir. Dietil eterin veriminin yüksek çıkması uygun polaritesi ve düşük viskozitesi olarak düşünülmüştür.

Ekstraksiyon yöntemlerini incelediğimiz uzun ekstraksiyon süresine sahip klasik çözücü ekstraksiyonu ve soxhlet ekstraksiyonu yerine ultrasonik ekstraksiyon, mikrodalga ekstraksiyonu ve süperkritik akışkan ekstraksiyonunun daha uygun olduğu bu yöntemlerinde kendi içerisinde avantaj ve dezavantajlarının olduğu belirtilmiştir.

Elde edilen yağların gaz kromatografisi analizlerinde her bir çözücü türü ve ekstraksiyon yöntemi için aspir bitkisi tohumu yağının % 70'inden fazlasının linoleik asit olduğu belirlenmiştir. İçerdiği yağ miktarı ve kalitesi açısından aspir yağının önemli olduğu anlaşılmıştır.

Elde edilen sonuçlar ile süreli yayınlar benzerlik göstermiştir.

KAYNAKLAR

Amarni, F. and Kadi, H. "Kinetics study of microwave-assisted solvent extraction of oil from olive cake using hexane : Comparison with the conventional extraction", Innovative Food Science and Emerging Technologies, 11, 322–327, (2010).

Bampouli, A. Kyriakopoulou, K. Papaefstathiou, G. Louli, L. Krokida, M. Magoulas, K. "Comparison of different extraction methods of Pistacialentiscus var. chia leaves: Yield, antioxidant activity and essential oil chemical composition", Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants, 1, 81–91, (2014).

Başer, K. H. C. "Tıbbi ve Aromatik Bitkisel Ürünlerin Üretimi ve Kalite Kontrolü" <https://www.google.com.tr/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&cad=rja&uact=8&ved=0CCUQFjAB&url=http%3A%2F%2Fue.anadolu.edu.tr%2FTab%2FDersler%2FSayfalar%2FTAB206U.aspx&ei=otpRVYHVAoHVsgH9tIGgCg&usq=AFQjCNFNiQ1elsZXSH-tGNRZ2tovTyd5AQ&sig2=ZXQtABpxdpDwyhOYicPfMQ&bvm=bv.92885102.d.bGg> (13.03.2015).

Bayrak, A. "Ankarada Denenen Yazlık – Kışlık Aspir Tohumlarının (*Carthamus Tinctorius* L.) Çeşit Ve Hatlarının Yağ Asitleri Bileşiminin Araştırılması", Gıda, 22 : 04 269 – 277, (1997).

Bozkırlı, D. O. "Aspir Çiçeğinden (*Carthamus Tinctorius*) Süperkritik arbondioksit Ekstraksiyonu ile Doğal Boya Eldesi ve Uygulanabilirliği", Gazi Üniveristesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 23 s, (2007).

Büyüktuncel, E. Gelişmiş Ekstraksiyon Teknikleri I, Hacettepe Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi, 32 : 2. 209 – 242, 220 s, (2012).

Castro-Vargas, H. Rodríguez-Varela, L. Parada-Alfonso, F. "Guava (*Psidium guava* L.) seed oil obtained with a homemade supercritical fluid extraction system using supercritical CO₂ and co-solvent", The Journal of Supercritical Fluids, 56, 238 – 242, (2011).

Costa, S. S. Gariepy, Y. Rocha, S. C. S. Raghavan, V. "Microwave extraction of mint essential oil – Temperature calibration for the oven", Journal of Food Engineering, 126, 1 – 6, (2014).

Çiftçi, Y., http://www.istgumlab.com/yciftci/?page_id=56 (04.04.2015).

Dölen, E. "Analitik Kimya" Marmara Üniversitesi Yayınları, 653, 158 s, (2002).

Duru, S. Konuşkan, D. B. "Bitkisel Yağlarda Oleik Asit Miktarının Arttırılması Ve Yağ Kalitesi Üzerine Etkileri" GIDA 39 : 6 (2014).

Gibbins, R. C. Aksoy, H. A. Üstün, G. "Enzyme-assisted aqueous extraction of safflower oil: optimisation by response surface methodology", International Journal of Food Science and Technology, 47, 1055 – 1062 (2012).

Gomes, P. B. Mata, V. G. Rodrigues, A. E. "Production of rose geranium oil using supercritical fluid extraction", Journal. of Supercritical Fluids 41, 50–60, (2007).

Handa, S. S. Khanuja, S. P. S. Longo, G. Rakesh, D. D. "Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants", International Centre For Science And High Technology, 25 s, (2008).

Hashemi, S. M. B. Michiels, J. Yousefabad, S. H. A. "Kolkhoung (Pistacia khinjuk) kernel oil quality is affected by different parameters in pulsed ultrasound-assisted solvent extraction", Industrial Crops and Products, 70, 28 – 33, (2015).

http://www.albiyobir.org.tr/files/bdizel/yagli_tohum.pdf (02.12.2015).

<http://www.mku.edu.tr/getblogfile.php?keyid=1022> (03.04.2015).

İlkdoğan, U. "Türkiye’de Aspir Üretimi İçin Gerekli Koşullar ve Oluşturulacak Politikalar", Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 2 s, (2012).

İşler, N., <http://www.mku.edu.tr/getblogfile.php?keyid=1022> (04.04.2015).

Joki’c, S. Nagy, B. Zekovi’c, Z. Vidovi’c, S. Bili’c, M. Veli’c, D. Simándi, B, "Effects of supercritical CO₂ extraction parameters on soybean oil yield" Food and Bioproducts Processing, 90, 693 – 699, (2012).

Jia, H, L., Liu, Y., Li, Y, Z., "Rapid determination of volatile constituents in safflower from Xinjiang and Henan by ultrasonic-assisted solvent extraction and GC–MS", Journal of Pharmaceutical Analysis, 1, (3), 231 – 218, (2011).

Kayan, B. "Taxus Baccata L'nin Farklı Ekstraksiyon Yöntemleri ile Ekstraksiyonu Ve Ekstraksiyon Verimlerinin Karşılaştırılması", Mersin Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 39 s, (2009).

Kılıç, A. "Uçucu Yağ Elde Etme Yöntemleri", Bartın Orman Fakültesi Dergisi, 10 : 13, 38 – 45, (2008).

Maran, J. P. Priya, B. "Supercritical fluid extraction of oil from muskmelon (*Cucumis melo*) seeds", Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 47, 71 – 78, (2015).

Nde, D. B. Boldor, D. Astete, C. "Optimization of microwave assisted extraction parameters of neem (*Azadirachta indica A. Juss*) oil using the Doehlert’s experimental design", Industrial Crops and Products, 65, 233 – 240, (2015).

Pederssetti, M. M. Palu, F. Silva E. A. Rohling, J. H. Cardozo-Filho, L. Dariva, C. "Extraction of canola seed (*Brassica napus*) oil using compressed propane and supercritical carbon dioxide", *Journal of Food Engineering* 102, 189 – 196, (2011).

Rezaie. M. Farhoosh, R. Iranshahi, M. Sharif, A. Golmohamadzadeh, S. "Ultrasonic-assisted extraction of antioxidative compounds from Bene (*Pistacia atlantica subsp. mutica*) hull using various solvents of different physicochemical properties", *Food Chemistry*, 173, 577 – 583, (2015).

Samaram, S. Mirhosseini, H. Tan, C. P. Ghazali, H. M. "Ultrasound-assisted extraction and solvent extraction of papaya seedoil: Crystallization and thermal behavior, saturation degree, color andoxidative stability", *Industrial Crops and Products*, 52, 702 – 708, (2014).

Stanisavljevic', I. T. Lazic', M. L. Veljkovic', V. B. "Ultrasonic extraction of oil from tobacco (*Nicotiana tabacum L.*) seeds, *Ultrasonics Sonochemistry*, 14, 646 – 652, (2007).

Sulaiman, S. Aziz, A. R. A. Aroua, M. K. "Optimization and modeling of extraction of solid coconut waste oil", *Journal of Food Engineering*, 114, 228 – 234, (2013).

Süer, İ. E. "Bazı Aspir (*Carthamus Tinctorius L.*) Çeşitlerinde Farklı Gelişme Dönemlerinde Yapılan Sulamaların Verim ve Bazı Agronomik Özellikler Üzerine Etkisi", Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2 s, (2011).

Şanal, İ., Bayraktar, E., Mehmetoğlu, Ü., Çalimli, A., "Determination of Optimum Conditions for SC- (CO₂ + Ethanol) Extraction of β-Carotene form Apricot Pomace Using Response Surface Methodology", *The Journal of Supercritical Fluids*, 34, 331-338 (2005).

Şimşekli, N. "Aspir (*Carthamus Tinctorius L.*) Tohumlarından Ham Yağ Ekstraksiyonundan Sokselet Ekstraksiyonuna Alternatif Hızlı Bir Metodun Optimizasyonu: ULTRASON Destekli Ekstraksiyon", Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 1 – 23 s, (2010).

Terigar, B. G. Balasubramanian, S. Boldor, D. Xu, Z. Lima, M. Sabliov, C. M. "Continuous microwave-assisted isoflavone extraction system: Design and performance evaluation", *Bioresource Technology*, 101, 2466 – 2471, (2010).

Tian, Y. Xu, Z. Zheng, B. Lo, Y. M. "Optimization of ultrasonic-assisted extraction of pomegranate (*Punica granatum L.*) seed oil", *Ultrasonics Sonochemistry*, 20, 202 – 208, (2013).

Tsukui, A. Santos Júnior, H. M. Oigman, S. S. de Souza, R.O.M.A. Bizzo, H. R. Rezende, C. M. "Microwave-assisted extraction of green coffee oil and quantification of diterpenes by HPLC", *Food Chemistry*, 164, 266 – 271, (2014).

Türk Gıda Kodeksi Bitki Adı ile Anılan Yemeklik Yağlar Tebliği, Tebliğ No: 2001/29, Sayı: 24552, 13.10.2001.

Uquiche, E. Jeréz, M. Ortiz, J. "Effect of pretreatment with microwaves on mechanical extraction yield and quality of vegetable oil from Chilean hazelnuts (*Gevuina avellana* Mol)", *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 9, 495 – 500, (2008).

Wang, L. Weller, C. L. "Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants", *Trends in Food Science & Technology*, 17, 300 – 312, (2006).

Yalçın, H., Gürü, M., "Stokiyometri", 2nd ed, Palme Yayıncılık, Ankara, 137 s., (2005).

Yılmaz, Ö. "Aspir (*Carthamus Tinctorius* L.) Tohumunun Süperkritik CO₂ Ekstraksiyonu" Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 7 – 13 s, (2009).

Yılmazlar, B. "Konya Şartlarında Farklı Ekim Zamanlarının Bazı Aspir (*Carthamus Tinctorius* L.) Çeşitlerinde Önemli Tarımsal Karakterler Üzerine ve Verime Etkisi", Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 3 s, (2008).

Yucayurt, G. "*Laurocerasus Officinalis* Roem. Bitkisinin Çeşitli Kısımlarından Elde Edilen Süperkritik Akışkan Ekstraktlarının Fenolik Bileşikler Açısından Analizi Ve Antioksidan Aktivitelerinin Tayini", Kafkas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi 25 s, (2008).

Zhang, S. Z. Wang, L. J. Li, D. Jiao, S. S. Chen, X. D. Mao, Z. H. "Ultrasound-assisted extraction of oil from flaxseed", *Separation and Purification Technology* 62, 192 – 198, (2008).

Zigoneanu, I. G. Williams, L. Xu, Z. Sabliov, C. M. "Determination of antioxidant components in rice bran oil extracted by microwave-assisted method", *Bioresource Technology*, 99, 4910 – 4918, (2008).

EKLER

Ek 1. % Verim Hesaplamaları

$$\% \text{ Verim} = [\text{Elde edilen yağ miktarı (g)} / \text{Kullanılan kuru numune miktarı}] \times 100..(1)$$

Yapılan deneylere ait hesaplamalardan iki tanesi örnek olarak verilmiştir.

Ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen deney sonuçlarına dair örnek hesaplama aşağıda gösterilmiştir.

Çizelge e. 1 Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde dietil eter ile yapılan deneye ait deney sonuçları

| Deney No | Numune Miktarı (g) | Beher Dara (g) | Beher + Yağ (g) | Yağ (g) | % Verim (g yağ / g numune) |
|----------|--------------------|----------------|-----------------|---------|----------------------------|
| 1 | 2.0001 | 57.3906 | 57.8813 | 0.4907 | 24.53 |
| 2 | 2.0007 | 57.2105 | 57.7002 | 0.4897 | 24.48 |
| 3 | 2.0002 | 51.4859 | 51.9784 | 0.4925 | 24.62 |

$$\text{Ortalama \% Verim} = (\sum \% \text{ Verim}) / n \dots\dots\dots(2)$$

n : Yapılan deney sayısı

$$\text{Ortalama \% Verim} = [24.53 + 24.48 + 24.62] / 3 = \% 24.54$$

Mikrodalga ekstraksiyonu yöntemi ile elde edilen deney sonuçlarına dair örnek hesaplama aşağıda verilmiştir.

Çizelge e. 2 Mikrodalga ekstraksiyon yönteminde aseton ile yapılan deneye ait deney sonuçları

| Deney No | Numune Miktarı (g) | Beher Dara (g) | Beher + Yağ (g) | Yağ (g) | % Verim (g yağ / g numune) |
|-----------------|---------------------------|-----------------------|------------------------|----------------|-----------------------------------|
| 1 | 2.006 | 30.0859 | 30.4984 | 0.4125 | 20.56 |
| 2 | 2.003 | 30.4626 | 30.8715 | 0.4089 | 20.41 |
| 3 | 2.003 | 30.3678 | 30.7845 | 0.4167 | 20.80 |

$$\text{Ortalama \% Verim} = [20.56 + 20.41 + 20.80] / 3 = \% 20.59$$

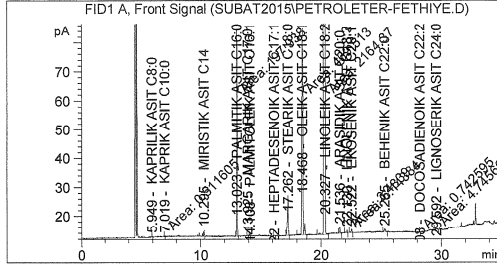
Ek. 2 Gaz Kromatografisi Sonuçları

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SUBAT2015\Diğerler FETHIYE.D
Sample Name: 04.02.2015

```

=====
Acq. Operator   : AYSEAVCI
Acq. Instrument : Instrument 1
Injection Date  : 2/4/2015 3:24:36 PM
Location       : Vial 1
Inj Volume     : Manually

Method         : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed  : 1/28/2015 1:16:31 PM
Additional Info : Peak(s) manually integrated
    
```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By       : Signal
Calib. Data Modified : 1/28/2015 1:07:33 PM
Multiplier      : 1.0000
Dilution        : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|----------|--------------------------|
| 1 | 5.563 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.949 | BB | 0.0206 | 3.13555e-1 | 0.01066 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 7.019 | MM | 0.0335 | 5.11605e-1 | 0.01740 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 8.590 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 10.295 | BB | 0.0303 | 3.59977 | 0.12243 | MIRİSTİK ASIT C14 |
| 6 | 13.023 | MM | 0.0458 | 197.93816 | 6.73171 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.925 | BB | 0.0456 | 8.76667e-1 | 0.02981 | MARGARİK ASIT C17:0 |
| 8 | 14.108 | BB | 0.0452 | 2.88469 | 0.09811 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 9 | 16.122 | BB | 0.0652 | 1.04063 | 0.03539 | HEPTADESENOİK ASIT C17:1 |
| 10 | 17.262 | BB | 0.0732 | 67.57000 | 2.29800 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 18.468 | MM | 0.1094 | 469.51285 | 15.96774 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 20.327 | MM | 0.0988 | 2164.36890 | 73.60837 | LİNOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 21.536 | BB | 0.0758 | 10.08194 | 0.34288 | ARASİDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 22.130 | MM | 0.0601 | 3.48390 | 0.11848 | LİNOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 22.522 | MM | 0.0769 | 6.14384 | 0.20895 | EKUSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 24.264 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | EİKOSADİENOİK ASIT C22:2 |
| 17 | 25.265 | BB | 0.1146 | 6.56942 | 0.22342 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 26.250 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 28.208 | MM | 0.0540 | 7.42595e-1 | 0.02526 | DOCOSADİENOİK ASIT C22:2 |
| 20 | 29.592 | MM | 0.1635 | 4.74566 | 0.16140 | LİGNOSERİK ASIT C24:0 |

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SUBAT2015\FETHIYE.D
Sample Name: 04.02.2015

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| 21 | 30.780 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | NERVONIK ASIT C24:1 |

Totals : 2940.38419

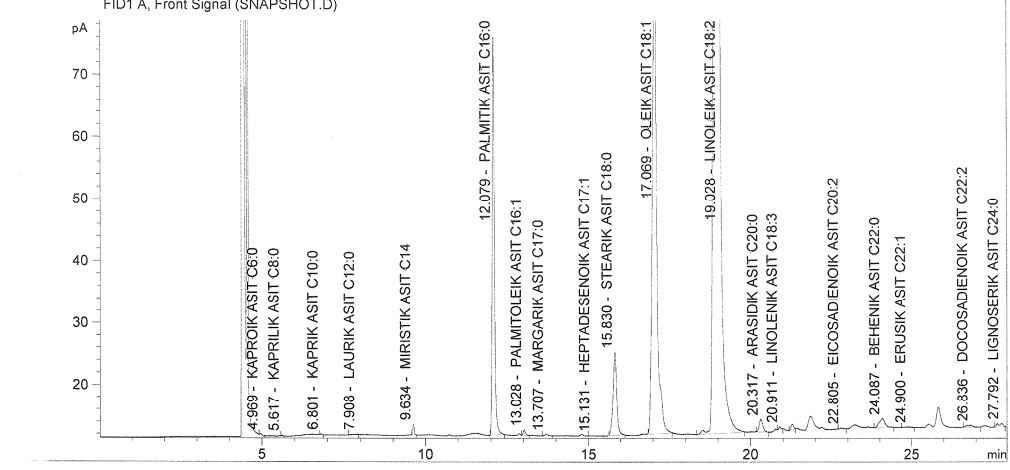
2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)
Warning : Calibrated compound(s) not found

=====
*** End of Report ***

e. 1. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde dietil eter ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\SNAPSHOT.D
İNJEKSİYON TARI-> Thu, 27. Nov. 2014
NUMUNE ISMI : 27/11/20114
ANALIZI YAPAN : ONURUNLU

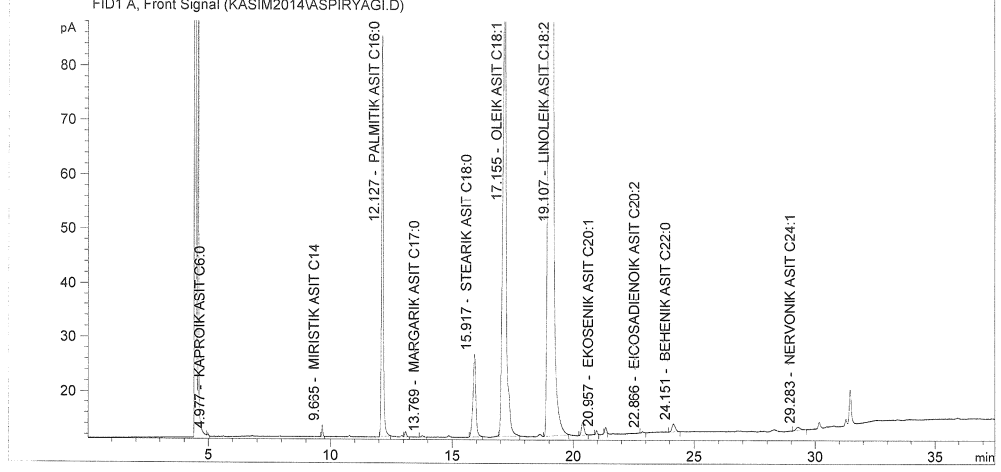


| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|--------------------------|
| 1 | 4.969 | BB | 0.025 | 0.265 | 0.006 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.617 | BB | 0.035 | 0.427 | 0.009 | KAPRİLİK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.801 | BB | 0.031 | 0.434 | 0.009 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 7.908 | MM | 0.168 | 2.327 | 0.051 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.634 | BB | 0.049 | 5.453 | 0.118 | MİRİSTİK ASIT C14 |
| 6 | 12.079 | BB | 0.072 | 300.532 | 6.531 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.028 | VB | 0.076 | 4.299 | 0.093 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.707 | BB | 0.102 | 1.469 | 0.032 | MARGARİK ASIT C17:0 |
| 9 | 15.131 | MM | 0.212 | 0.924 | 0.020 | HEPTADESENOİK ASIT C17:1 |
| 10 | 15.830 | BB | 0.115 | 105.369 | 2.290 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 17.069 | BB | 0.139 | 730.056 | 15.865 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.028 | MM | 0.147 | 3394.815 | 73.772 | LİNOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.317 | BB | 0.122 | 15.838 | 0.344 | ARASİDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.911 | MM | 0.067 | 1.832 | 0.040 | LİNOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.276 | MM | 0.088 | 4.747 | 0.103 | EİKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.805 | BB | 0.090 | 1.067 | 0.023 | EİKOSADİENOİK ASIT C20:2 |
| 17 | 24.087 | BB | 0.168 | 17.338 | 0.377 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 24.900 | MM | 0.196 | 1.859 | 0.040 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 26.836 | BB | 0.190 | 5.378 | 0.117 | DOKOSADİENOİK ASIT C22:2 |
| 20 | 27.792 | MM | 0.195 | 7.343 | 0.160 | LİGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | NERVONİK ASIT C24:1 |

→ Petrol eteri

e. 2. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde petrol eteri ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

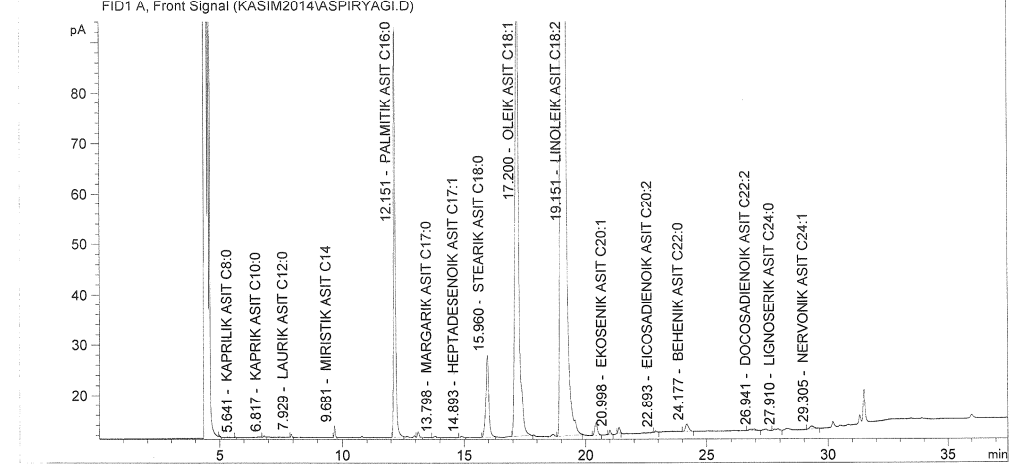
ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\KASIM2014\ASPIRYAGI.D
INJEKSIYON TARI-> Fri, 28. Nov. 2014
NUMUNE ISMI : HEGZAN
ANALIZI YAPAN : FETHIYETAKADAS



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|--------------------------|
| 1 | 4.977 | BB | 0.035 | 1.291 | 0.024 | KAPROIK ASIT C6:0 |
| 2 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURIK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.665 | BB | 0.048 | 6.501 | 0.119 | MIRISTIK ASIT C14 |
| 6 | 12.127 | BB | 0.075 | 363.608 | 6.684 | PALMITIK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.077 | VB | 0.077 | 4.903 | 0.090 | PALMITOLEIK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.769 | BB | 0.105 | 1.835 | 0.034 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOIK ASIT C17:0 |
| 10 | 15.917 | BB | 0.121 | 125.115 | 2.300 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 17.155 | BB | 0.154 | 875.071 | 16.086 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.107 | VB | 0.123 | 4011.537 | 73.741 | LINOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.384 | BB | 0.125 | 18.824 | 0.346 | ARASIDIK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.957 | MM | 0.078 | 3.496 | 0.064 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 15 | 21.346 | MM | 0.079 | 4.938 | 0.091 | LINOLENİK ASIT C18:3 |
| 16 | 22.866 | BB | 0.087 | 1.297 | 0.024 | EICOSADIENİK ASIT C22:0 |
| 17 | 24.151 | BB | 0.149 | 13.721 | 0.252 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADIENİK ASIT C22:1 |
| 20 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LIGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 29.283 | BB | 0.198 | 7.867 | 0.145 | NERVONİK ASIT C24:1 ✓ |

e. 3. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde hekzan ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\KASIM2014\ASPIRYAGI.D
INJEKSİYON TARİ-> Fri, 28. Nov. 2014
NUMUNE ISMI : ETANOL
ANALIZI YAPAN : FETHİYETAKADAS

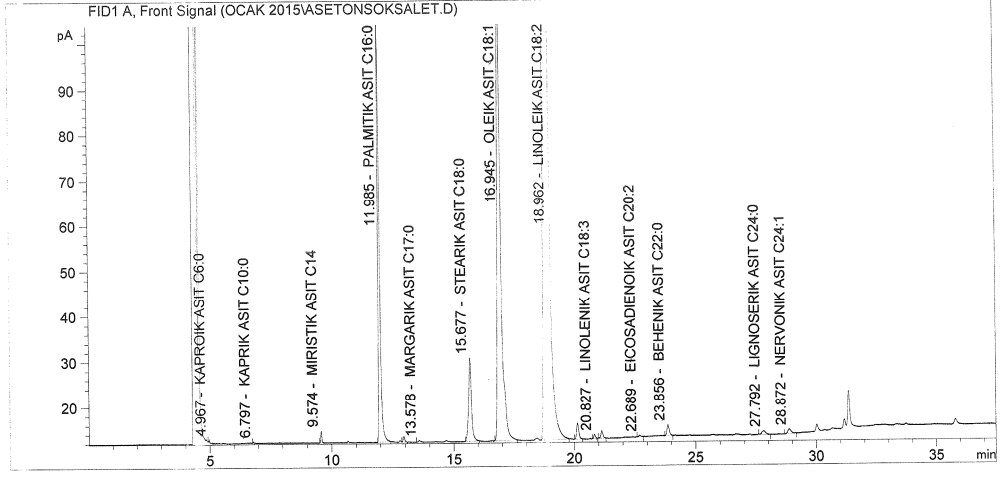


| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|--------------------------|
| 1 | 4.990 | BB | 0.029 | 0.682 | 0.011 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.641 | BB | 0.029 | 0.397 | 0.007 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.817 | BB | 0.058 | 1.136 | 0.019 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 7.929 | BB | 0.044 | 1.828 | 0.030 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.681 | BB | 0.049 | 7.064 | 0.118 | MİRİSTİK ASIT C14 |
| 6 | 12.151 | BB | 0.076 | 403.139 | 6.722 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.103 | VB | 0.076 | 5.479 | 0.091 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.798 | BB | 0.123 | 2.103 | 0.035 | MARGARİK ASIT C17:0 |
| 9 | 14.893 | BB | 0.099 | 1.854 | 0.031 | HEPTADESENOİK ASIT C17:1 |
| 10 | 15.960 | BB | 0.121 | 135.954 | 2.267 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 17.200 | BB | 0.151 | 950.204 | 15.843 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.151 | VB | 0.128 | 4426.254 | 73.799 | LİNOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.414 | BB | 0.124 | 19.617 | 0.327 | ARASİDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.998 | BB | 0.079 | 4.291 | 0.072 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 15 | 21.383 | MM | 0.088 | 6.207 | 0.103 | LİNOLENİK ASIT C18:3 |
| 16 | 22.893 | BB | 0.084 | 1.382 | 0.023 | EİKOSADIENOİK ASIT C20:2 |
| 17 | 24.177 | BB | 0.148 | 13.399 | 0.223 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 26.941 | BV | 0.205 | 5.161 | 0.086 | DOKOSADIENOİK ASIT C22:2 |
| 20 | 27.910 | BV | 0.172 | 4.069 | 0.068 | LİGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 29.305 | BB | 0.185 | 7.469 | 0.125 | NERVONİK ASIT C24:1 |

Etanol

e. 4. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

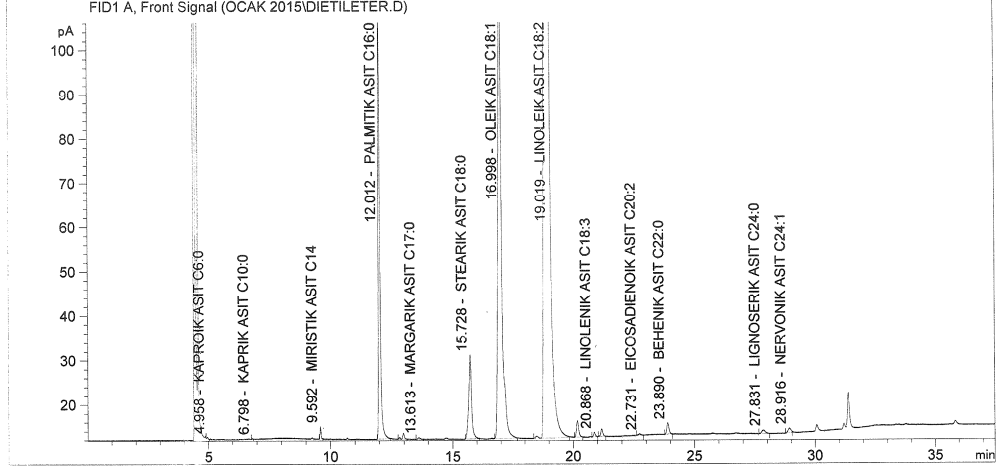
ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\OCAK 2015\ASETONSOKSALET.D
İNJEKSİYON TARI-> Fri, 16. Jan. 2015
NUMUNE ISMI : FETHIYE16.01.2015
ANALIZI YAPAN : AYSEAVCI



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|-------------------------|
| 1 | 4.967 | BB | 0.024 | 0.737 | 0.011 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRILİK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.797 | BB | 0.032 | 0.719 | 0.011 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.574 | BB | 0.048 | 7.570 | 0.117 | MIRISTİK ASIT C14 |
| 6 | 11.985 | BB | 0.069 | 434.456 | 6.700 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 12.937 | VB | 0.072 | 5.838 | 0.090 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.578 | BB | 0.103 | 2.275 | 0.035 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOİK ASIT C17: |
| 10 | 15.677 | BB | 0.118 | 149.706 | 2.309 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 16.945 | BB | 0.144 | 1040.418 | 16.044 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 18.962 | VB | 0.133 | 4770.364 | 73.562 | LINOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.125 | BB | 0.098 | 22.000 | 0.339 | ARASIDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.827 | BB | 0.080 | 4.758 | 0.073 | LINOLENIK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.131 | BB | 0.091 | 10.093 | 0.156 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.689 | BB | 0.094 | 1.737 | 0.027 | EICOSADIENOİK ASIT C20: |
| 17 | 23.856 | BB | 0.101 | 15.688 | 0.242 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADIENOİK ASIT C22: |
| 20 | 27.792 | BB | 0.175 | 8.665 | 0.134 | LIGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 28.872 | BB | 0.151 | 9.783 | 0.151 | NERVONİK ASIT C24:1 |

e. 5. Soxhlet ekstraksiyonu yönteminde aseton ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

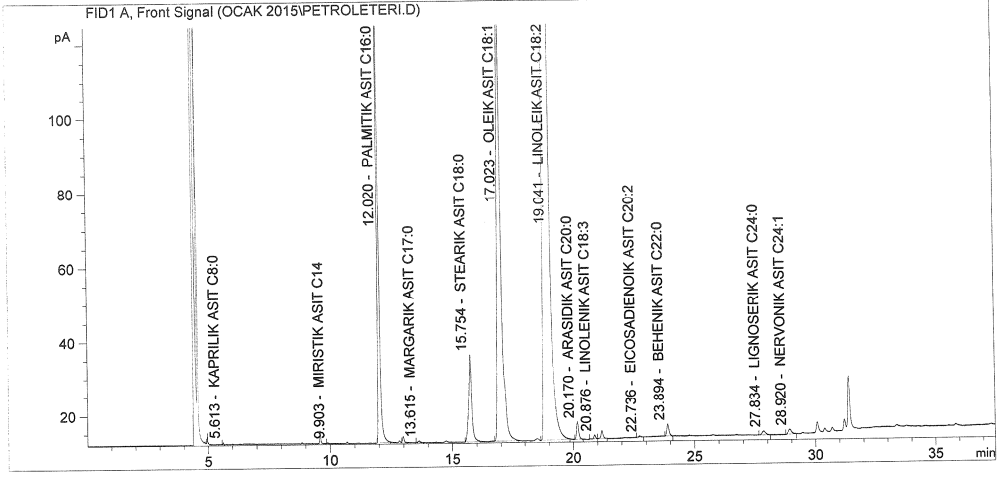
ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\OCAK 2015\DIETILETER.D
INJEKSİYON TARI-> Fri, 16. Jan. 2015
NUMUNE ISMI : DIETILETER
ANALIZI YAPAN : FETHİYETAKADAS



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|-------------------------|
| 1 | 4.958 | BV | 0.045 | 0.700 | 0.010 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRİLİK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.798 | BB | 0.033 | 0.440 | 0.006 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.592 | BB | 0.045 | 7.928 | 0.115 | MIRISTİK ASIT C14 |
| 6 | 12.012 | BB | 0.069 | 453.010 | 6.577 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 12.971 | MM | 0.103 | 8.642 | 0.125 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.613 | BB | 0.101 | 2.314 | 0.034 | MARGARİK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOİK ASIT C17: |
| 10 | 15.728 | BB | 0.121 | 156.258 | 2.268 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 16.998 | BB | 0.149 | 1077.589 | 15.644 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.019 | MM | 0.164 | 5108.703 | 74.166 | LINOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.165 | BB | 0.098 | 23.279 | 0.338 | ARASIDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.868 | BB | 0.079 | 4.997 | 0.073 | LINOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.171 | BB | 0.088 | 10.102 | 0.147 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.731 | BB | 0.100 | 2.067 | 0.030 | EİKOSADİENİK ASIT C20: |
| 17 | 23.890 | BB | 0.100 | 16.166 | 0.235 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADİENİK ASIT C22: |
| 20 | 27.831 | BB | 0.156 | 8.227 | 0.119 | LİGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 28.916 | MM | 0.125 | 7.737 | 0.112 | NERVONİK ASIT C24:1 |

e. 6. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde dietil eter ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

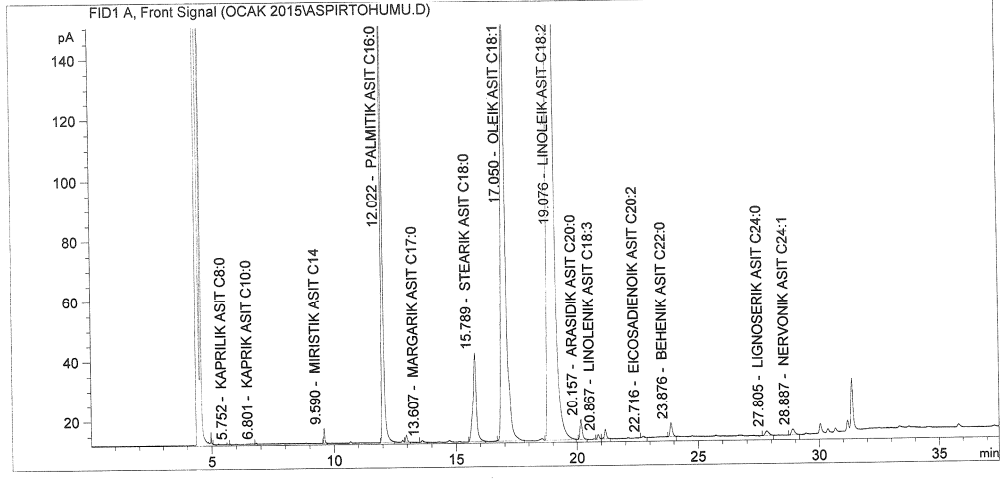
ANALIZ ISMI : C:\CHEM32\1\DATA\OCAK 2015\PETROLETERI.D
INJEKSIYON TARI-> Fri, 16. Jan. 2015
NUMUNE ISMI : PETROLETERI
ANALIZI YAPAN : FETHIYETAKADAS



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|-------------------------|
| 1 | 4.968 | BB | 0.026 | 4.488 | 0.055 | KAPROIK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.613 | BB | 0.026 | 0.940 | 0.011 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURIK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.903 | BB | 0.043 | 0.674 | 0.008 | MIRISTIK ASIT C14 |
| 6 | 12.020 | BB | 0.070 | 575.920 | 7.000 | PALMITIK ASIT C16:0 |
| 7 | 12.971 | VB | 0.072 | 7.488 | 0.091 | PALMITOLEIK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.615 | BB | 0.103 | 2.869 | 0.035 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOIK ASIT C17: |
| 10 | 15.754 | BB | 0.123 | 203.044 | 2.468 | STEARIK ASIT C18:0 |
| 11 | 17.023 | BB | 0.161 | 1365.920 | 16.602 | OLEIK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.041 | VB | 0.132 | 5969.978 | 72.563 | LINOLEIK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.170 | BB | 0.098 | 29.826 | 0.363 | ARASIDIK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.876 | BV | 0.084 | 5.843 | 0.071 | LINOLENIK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.176 | VB | 0.093 | 13.545 | 0.165 | EKOSENIK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.736 | BB | 0.094 | 2.011 | 0.024 | EICOSADIENIK ASIT C20: |
| 17 | 23.894 | BB | 0.100 | 20.909 | 0.254 | BEHENIK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSIK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADIENIK ASIT C22: |
| 20 | 27.834 | BB | 0.156 | 10.694 | 0.130 | LIGNOSERIK ASIT C24:0 |
| 21 | 28.920 | BB | 0.142 | 13.110 | 0.159 | NERVONIK ASIT C24:1 |

e. 7. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde petrol eteri ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

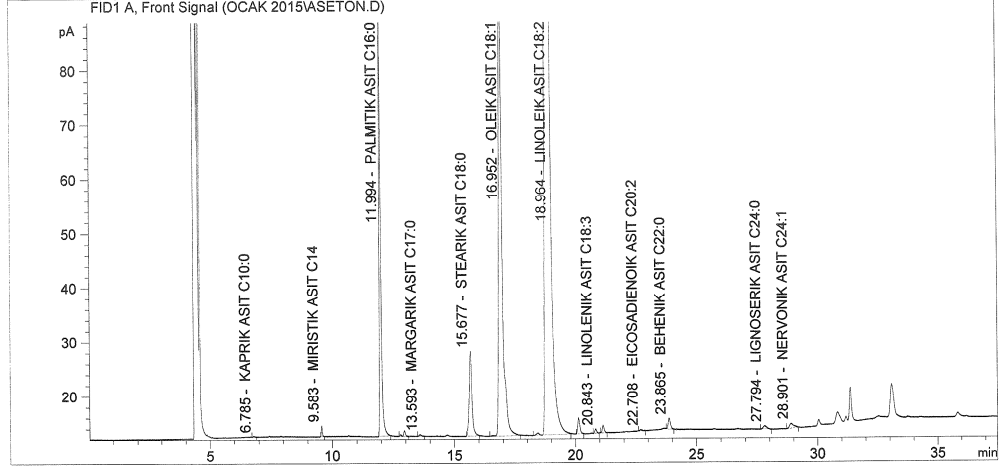
ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\OCAK 2015\ASPIRTOHUMU.D
INJEKSİYON TARI-> Fri, 16. Jan. 2015
NUMUNE ISMI : ULTRASONİK=HEKZAN
ANALIZI YAPAN : FETHİYETAKADAS



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|-------------------------|
| 1 | 5.075 | VB | 0.027 | 0.427 | 0.004 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.752 | BB | 0.030 | 0.422 | 0.004 | KAPRİLİK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.801 | BB | 0.037 | 0.672 | 0.006 | KAPRİK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.590 | BB | 0.047 | 14.089 | 0.124 | MİRİSTİK ASIT C14 |
| 6 | 12.022 | BB | 0.073 | 795.512 | 6.997 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 12.963 | VB | 0.071 | 10.423 | 0.092 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.607 | BB | 0.108 | 3.955 | 0.035 | MARGARİK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOİK ASIT C17: |
| 10 | 15.789 | BB | 0.131 | 277.458 | 2.440 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 17.050 | BB | 0.170 | 1878.886 | 16.526 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.076 | VB | 0.151 | 8251.786 | 72.579 | LİNOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.157 | BB | 0.096 | 41.257 | 0.363 | ARASİDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.867 | VV | 0.082 | 8.285 | 0.073 | LİNOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.161 | VB | 0.093 | 19.190 | 0.169 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.716 | BB | 0.094 | 3.047 | 0.027 | EİKOSADİENOİK ASIT C20: |
| 17 | 23.876 | BB | 0.102 | 29.507 | 0.260 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADİENOİK ASIT C22: |
| 20 | 27.805 | BB | 0.161 | 16.033 | 0.141 | LİGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 28.887 | BB | 0.148 | 18.359 | 0.161 | NERVONİK ASIT C24:1 |

e. 8. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde hekzan ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

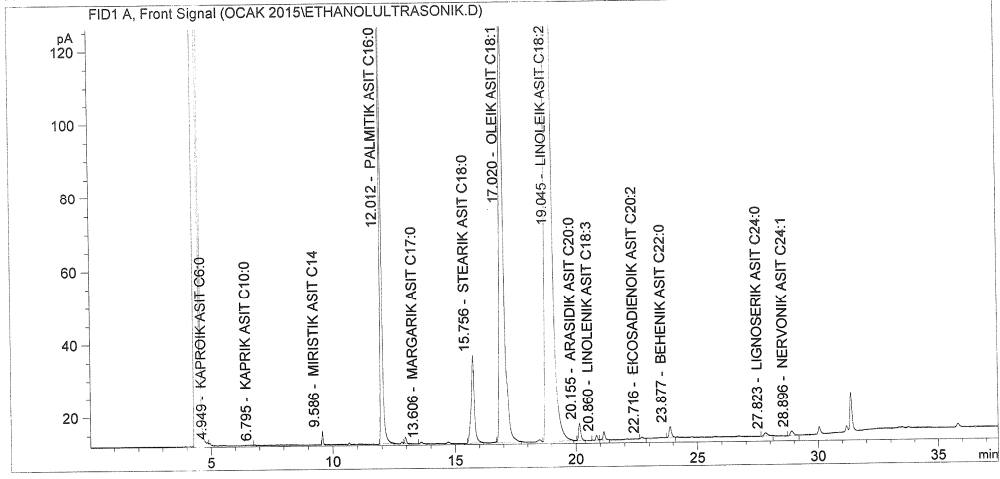
ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\OCAK 2015\ASETON.D
İNJEKSİYON TARİ-> Thu, 15. Jan. 2015
NUMUNE ISMI : FETHIYE
ANALIZI YAPAN : AYSEGULSUMAVCI



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|-------------------------|
| 1 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPROIK ASIT C6:0 |
| 2 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.785 | BB | 0.066 | 0.461 | 0.009 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURIK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.583 | BB | 0.047 | 5.706 | 0.106 | MIRISTIK ASIT C14 |
| 6 | 11.994 | BB | 0.071 | 345.957 | 6.422 | PALMITIK ASIT C16:0 |
| 7 | 12.956 | MM | 0.104 | 6.591 | 0.122 | PALMITOLEIK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.593 | BB | 0.093 | 1.805 | 0.034 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOIK ASIT C17: |
| 10 | 15.677 | BB | 0.117 | 121.384 | 2.253 | STEARIK ASIT C18:0 |
| 11 | 16.952 | MM | 0.159 | 844.744 | 15.682 | OLEIK ASIT C18:1 |
| 12 | 18.964 | MM | 0.151 | 3999.544 | 74.248 | LINOLEIK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.139 | BB | 0.096 | 17.820 | 0.331 | ARASIDIK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.843 | BB | 0.081 | 3.866 | 0.072 | LINOLENIK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.148 | BB | 0.088 | 7.464 | 0.139 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.708 | BB | 0.103 | 1.642 | 0.030 | EICOSADIENOİK ASIT C20: |
| 17 | 23.865 | BB | 0.102 | 13.131 | 0.244 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADIENOİK ASIT C22: |
| 20 | 27.794 | BB | 0.143 | 6.077 | 0.113 | LIGNOSERİK ASIT C24:0 |
| 21 | 28.901 | MM | 0.189 | 10.545 | 0.196 | NERVONİK ASIT C24:1 |

e. 9. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde aseton ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

ANALIZ ISMI :C:\CHEM32\1\DATA\OCAK 2015\ETHANOLULTRASONIK.D
 INJEKSİYON TARI-> Fri, 16. Jan. 2015
 NUMUNE ISMI : FETHIYE16.01.2015
 ANALIZI YAPAN : AYSEAVCI



| Peak # | RT [min] | Type | Width [min] | Area | Area % | Name |
|--------|----------|------|-------------|----------|--------|-------------------------|
| 1 | 4.949 | BB | 0.042 | 0.741 | 0.008 | KAPROİK ASIT C6:0 |
| 2 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | KAPRİLİK ASIT C8:0 |
| 3 | 6.795 | BB | 0.035 | 0.416 | 0.004 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 9.586 | BB | 0.048 | 11.152 | 0.117 | MIRISTİK ASIT C14 |
| 6 | 12.012 | BB | 0.071 | 633.459 | 6.673 | PALMITİK ASIT C16:0 |
| 7 | 12.960 | VB | 0.073 | 8.424 | 0.089 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 13.606 | BB | 0.113 | 3.191 | 0.034 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | HEPTADESENOİK ASIT C17: |
| 10 | 15.756 | BB | 0.125 | 213.929 | 2.254 | STEARIK ASIT C18:0 |
| 11 | 17.020 | BB | 0.181 | 1473.212 | 15.520 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 19.045 | VB | 0.145 | 7052.668 | 74.298 | LINOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 20.155 | BB | 0.097 | 29.810 | 0.314 | ARASİDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 20.860 | BV | 0.085 | 7.436 | 0.078 | LINOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 21.159 | VB | 0.094 | 13.991 | 0.147 | EİKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 22.716 | BB | 0.096 | 2.393 | 0.025 | EİKOSADİENOİK ASIT C20: |
| 17 | 23.877 | BB | 0.104 | 19.939 | 0.210 | BEHENİK ASIT C22:0 |
| 18 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | ERUSİK ASIT C22:1 |
| 19 | 0.000 | | 0.000 | 0.000 | 0.000 | DOCOSADİENOİK ASIT C22: |
| 20 | 27.823 | BB | 0.162 | 9.375 | 0.099 | LİGNOSEK ASIT C24:0 |
| 21 | 28.896 | BB | 0.153 | 12.208 | 0.129 | NERVONİK ASIT C24:1 |

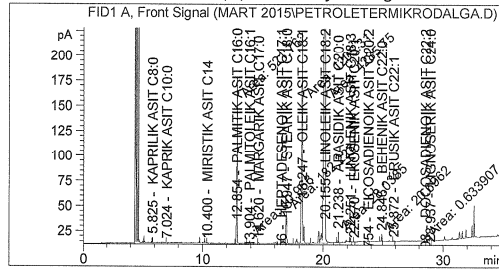
e. 10. Ultrasonik ekstraksiyon yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\PETROLETERMIKRODALGA.D
 Sample Name: 17.03.2015

```

=====
Acq. Operator   : AYSE AVCI
Acq. Instrument : Instrument 1                Location : Vial 1
Injection Date  : 3/17/2015 11:34:51 AM
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method     : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed    : 1/28/2015 1:16:31 PM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed    : 3/17/2015 12:24:09 PM by AYSE AVCI
                 (modified after loading)
Additional Info : Peak(s) manually integrated
    
```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 3/17/2015 12:24:11 PM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|----------|----------------------------|
| 1 | 5.563 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | KAPROİK ASIT C6:0 ✓ |
| 2 | 5.825 | BV | 0.0197 | 5.69412 | 0.09038 | KAPRILİK ASIT C8:0 |
| 3 | 7.024 | BB | 0.0233 | 2.85895e-1 | 0.00454 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 8.590 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | LAURİK ASIT C12:0 |
| 5 | 10.400 | BB | 0.0346 | 1.50492 | 0.02389 | MIRISTİK ASIT C14 |
| 6 | 12.854 | MM | 0.0527 | 521.76172 | 8.28126 | PALMITİK ASIT C16:0 ✓ |
| 7 | 13.904 | MM | 0.0706 | 10.96805 | 0.17408 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 ✓ |
| 8 | 14.620 | BB | 0.0530 | 2.82933 | 0.04491 | MARGARİK ASIT C17:0 ✓ |
| 9 | 16.556 | BB | 0.0568 | 9.34551 | 0.14833 | HEPTADESENOİK ASIT C17:1 ✓ |
| 10 | 16.947 | MM | 0.0952 | 182.22696 | 2.89226 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 18.247 | MM | 0.0956 | 1205.30774 | 19.13032 | OLEİK ASIT C18:1 ✓ |
| 12 | 20.155 | MM | 0.1240 | 4285.74902 | 68.02225 | LINOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 21.238 | MM | 0.0464 | 28.03852 | 0.44502 | ARASIDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 22.251 | VB | 0.0449 | 11.32454 | 0.17974 | LINOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 22.570 | BB | 0.0413 | 8.32743e-1 | 0.01322 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 23.754 | BB | 0.0462 | 1.64506 | 0.02611 | EİKOSADIENOİK ASIT C20:2 |
| 17 | 24.846 | MM | 0.0482 | 20.69622 | 0.32848 | BEHENİK ASIT C22:0 |

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\PETROLETERMIKRODALGA.D
Sample Name: 17.03.2015

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|---------|---------------------------|
| 18 | 25.872 | BB | 0.0578 | 9.34046e-1 | 0.01482 | ERUSIK ASIT C22:1 |
| 19 | 28.508 | MM | 0.0477 | 6.33907e-1 | 0.01006 | DOCOSADIENOLIK ASIT C22:2 |
| 20 | 28.937 | BB | 0.0602 | 10.73181 | 0.17033 | LIGNOSERIK ASIT C24:0 |
| 21 | 30.780 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | NERVONIK ASIT C24:1 |

Totals : 6300.51012

2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)
Warning : Calibrated compound(s) not found

=====
*** End of Report ***

e. 11. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde petrol eteri ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

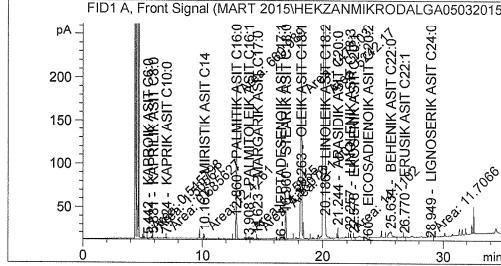
Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\HEKZANMIKRODALGA05032015.D
 Sample Name: 17.03.2015

```

=====
Acq. Operator   : AYSE AVCI
Acq. Instrument : Instrument 1                      Location : Vial 1
Injection Date  : 3/17/2015 3:46:43 PM
                                                    Inj Volume : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed   : 3/17/2015 1:36:20 PM by AYSE AVCI
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed   : 3/17/2015 3:34:55 PM by AYSE AVCI
                (modified after loading)
    
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 3/17/2015 3:34:57 PM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|----------|--------------------------|
| 1 | 5.442 | MM | 0.0266 | 5.45798e-1 | 0.00699 | KAPROIK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.881 | MM | 0.0220 | 1.50561 | 0.01927 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 7.024 | MM | 0.0230 | 6.85627e-1 | 0.00877 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 8.590 | MM | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | LAURIK ASIT C12:0 |
| 5 | 10.162 | MM | 0.0398 | 12.42612 | 0.15903 | MIRISTIK ASIT C14 |
| 6 | 12.860 | MM | 0.0606 | 660.98907 | 8.45954 | PALMITIK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.908 | MM | 0.0667 | 12.59554 | 0.16120 | PALMITOLEİK ASIT C16:1 |
| 8 | 14.623 | MM | 0.0645 | 4.36076 | 0.05581 | MARGARİK ASIT C17:0 |
| 9 | 16.556 | BB | 0.0607 | 9.71307 | 0.12431 | HEPTADESENOİK ASIT C17:1 |
| 10 | 16.960 | MM | 0.1065 | 221.00179 | 2.82845 | STEARİK ASIT C18:0 |
| 11 | 18.263 | MM | 0.1009 | 1473.03223 | 18.85233 | OLEİK ASIT C18:1 |
| 12 | 20.186 | MM | 0.1372 | 5242.17383 | 67.09098 | LINOLEİK ASIT C18:2 |
| 13 | 21.244 | BB | 0.0458 | 32.38569 | 0.41448 | ARASIDİK ASIT C20:0 |
| 14 | 22.257 | MM | 0.0478 | 14.11023 | 0.18059 | LINOLENİK ASIT C18:3 |
| 15 | 22.576 | BB | 0.0438 | 1.74508 | 0.02233 | EKOSENİK ASIT C20:1 |
| 16 | 23.760 | BB | 0.0510 | 2.07313 | 0.02653 | EİKOSADIENİK ASIT C20:2 |

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\HEKZANMIKRODALGA05032015.D
Sample Name: 17.03.2015

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|---------|--------------------------|
| 17 | 25.634 | BB | 0.2487 | 111.03130 | 1.42101 | BEHENIK ASIT C22:0 |
| 18 | 26.770 | BB | 0.0543 | 1.44855 | 0.01854 | ERUSIK ASIT C22:1 |
| 19 | 28.350 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | DOCOSADIENOIK ASIT C22:2 |
| 20 | 28.949 | MM | 0.0663 | 11.70662 | 0.14983 | LIGNOSERIK ASIT C24:0 |
| 21 | 30.780 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | NERVONIK ASIT C24:1 |

Totals : 7813.53002

2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)
Warning : Calibrated compound(s) not found

=====
*** End of Report ***

e. 12. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde hekzan ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

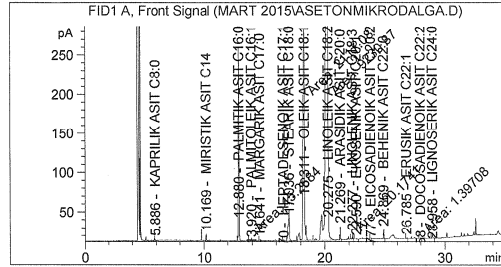
Data File: C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\ASETONMIKRODALGA.D
 Sample Name: 17.03.2015

```

=====
Acq. Operator   : AYSE AVCI
Acq. Instrument : Instrument 1                Location : Vial 1
Injection Date  : 3/17/2015 4:37:41 PM
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed   : 3/17/2015 1:36:20 PM by AYSE AVCI
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed   : 3/17/2015 3:34:55 PM by AYSE AVCI
                (modified after loading)
    
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 3/17/2015 3:34:57 PM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|----------|--------------------------|
| 1 | 5.563 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | KAPROIK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.886 | VB | 0.0232 | 2.07960 | 0.01635 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 7.162 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 8.590 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | LAURIK ASIT C12:0 |
| 5 | 10.169 | BB | 0.0314 | 15.62384 | 0.12287 | MIRISTIK ASIT C14 |
| 6 | 12.880 | BB | 0.0547 | 884.39966 | 6.95509 | PALMITIK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.920 | MM | 0.0590 | 15.26840 | 0.12007 | PALMITOLEIK ASIT C16:1 |
| 8 | 14.641 | BB | 0.0602 | 4.68813 | 0.03687 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 16.570 | BB | 0.0555 | 4.25611 | 0.03347 | HEPTADESENOIK ASIT C17:1 |
| 10 | 17.036 | BB | 0.1017 | 308.61523 | 2.42701 | STEARIK ASIT C18:0 |
| 11 | 18.311 | MM | 0.1313 | 2117.08081 | 16.64914 | OLEIK ASIT C18:1 |
| 12 | 20.275 | MM | 0.1801 | 9230.87305 | 72.59342 | LINOLEIK ASIT C18:2 |
| 13 | 21.269 | BB | 0.0463 | 48.55781 | 0.38187 | ARASIDIK ASIT C20:0 |
| 14 | 22.277 | MM | 0.0470 | 20.17415 | 0.15865 | LINOLENIK ASIT C18:3 |
| 15 | 22.590 | BB | 0.0558 | 2.92948 | 0.02304 | EKOSENIK ASIT C20:1 |
| 16 | 23.777 | BB | 0.0495 | 3.64213 | 0.02864 | EICOSADIENOIK ASIT C20:2 |

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\ASETONMIKRODALGA.D
Sample Name: 17.03.2015

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|---------|--------------------------|
| 17 | 24.869 | BB | 0.0459 | 33.48441 | 0.26333 | BEHENIK ASIT C22:0 |
| 18 | 26.785 | BB | 0.0532 | 2.32206 | 0.01826 | ERUSIK ASIT C22:1 |
| 19 | 27.958 | MM | 0.0684 | 1.39708 | 0.01099 | DOCOSADIENOIK ASIT C22:2 |
| 20 | 28.958 | BB | 0.0644 | 20.46251 | 0.16092 | LIGNOSERIK ASIT C24:0 |
| 21 | 30.780 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | NERVONIK ASIT C24:1 |

Totals : 1.27159e4

2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)
Warning : Calibrated compound(s) not found

=====
*** End of Report ***

e. 13. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde aseton ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

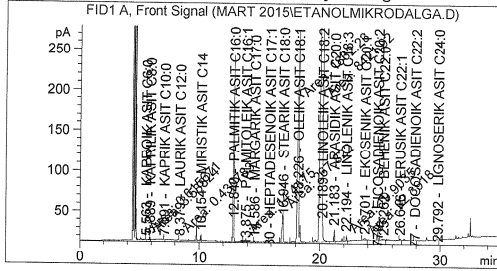
Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\ETANOLMIKRODALGA.D
 Sample Name: 18.03.2015

```

=====
Acq. Operator   : AYSE AVCI
Acq. Instrument : Instrument 1
Injection Date  : 3/18/2015 8:21:17 AM
Location       : Vial 1
Inj Volume     : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed   : 1/28/2015 1:16:31 PM
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\YAG.M
Last changed   : 3/18/2015 9:27:52 AM by AYSE AVCI
                (modified after loading)
    
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 3/18/2015 9:27:54 AM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|----------|--------------------------|
| 1 | 5.563 | MM | 0.0234 | 6.15671e-1 | 0.00535 | KAPROIK ASIT C6:0 |
| 2 | 5.889 | MM | 0.0224 | 3.58824 | 0.03116 | KAPRILIK ASIT C8:0 |
| 3 | 7.091 | VB | 0.0291 | 7.10467e-1 | 0.00617 | KAPRIK ASIT C10:0 |
| 4 | 8.379 | MM | 0.0420 | 4.30783e-1 | 0.00374 | LAURIK ASIT C12:0 |
| 5 | 10.154 | BB | 0.0320 | 13.83882 | 0.12018 | MIRISTIK ASIT C14 |
| 6 | 12.840 | BB | 0.0523 | 779.43622 | 6.76856 | PALMITIK ASIT C16:0 |
| 7 | 13.875 | MM | 0.0599 | 14.41755 | 0.12520 | PALMITOLEIK ASIT C16:1 |
| 8 | 14.586 | BB | 0.0605 | 4.43104 | 0.03848 | MARGARIK ASIT C17:0 |
| 9 | 15.830 | BB | 0.0541 | 3.30676 | 0.02872 | HEPTADESENOIK ASIT C17:1 |
| 10 | 16.946 | MM | 0.1164 | 267.82227 | 2.32575 | STEARIK ASIT C18:0 |
| 11 | 18.226 | MM | 0.1198 | 1862.22534 | 16.17141 | OLEIK ASIT C18:1 |
| 12 | 20.189 | MM | 0.1671 | 8421.91992 | 73.13524 | LINOLEIK ASIT C18:2 |
| 13 | 21.183 | BB | 0.0456 | 40.71098 | 0.35353 | ARASIDIK ASIT C20:0 |
| 14 | 22.194 | MM | 0.0506 | 19.90348 | 0.17284 | LINOLENIK ASIT C18:3 |
| 15 | 23.701 | MM | 0.1560 | 22.39183 | 0.19445 | EKOSENIK ASIT C20:1 |
| 16 | 24.779 | BB | 0.0459 | 28.68526 | 0.24910 | EICOSADIENOIK ASIT C20:2 |
| 17 | 25.262 | BV | 0.2195 | 19.11930 | 0.16603 | BEHENIK ASIT C22:0 |

Instrument 1 3/18/2015 9:29:49 AM AYSE AVCI

Data File C:\CHEM32\1\DATA\MART 2015\ETANOLMIKRODALGA.D
Sample Name: 18.03.2015

| Peak # | RetTime [min] | Type | Width [min] | Area [pA*s] | Area % | Name |
|--------|---------------|------|-------------|-------------|---------|--------------------------|
| 18 | 26.646 | BB | 0.0642 | 6.99556 | 0.06075 | ERUSIK ASIT C22:1 |
| 19 | 27.877 | BB | 0.1000 | 3.49089 | 0.03031 | DUCOSADIENOIK ASIT C22:2 |
| 20 | 29.792 | BB | 0.0639 | 1.50307 | 0.01305 | LIGNOSERIK ASIT C24:0 |
| 21 | 30.780 | | 0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | NERVONIK ASIT C24:1 |

Totals : 1.15155e4

2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)

Warning : Calibrated compound(s) not found

=====
*** End of Report ***

e. 14. Mikrodalga ekstraksiyonu yönteminde etanol ile elde edilen yağın gaz kromatografisi analizi

ÖZGEÇMİŞ VE ESERLER LİSTESİ

Adı Soyadı: Fethiye TAKADAŞ

Doğum Tarihi: 21 / 06 / 1991

Öğrenim Durumu:

| Derece | Bölüm/Program | Üniversite | Yıl |
|---------------|--------------------|------------------------------------|-------------|
| Lise | FEN BİLİMLERİ | ADANA TİCARET ODASI ANADOLU LİSESİ | 2005 – 2009 |
| Lisans | KİMYA MÜHENDİSLİĞİ | MERSİN ÜNİVERSİTESİ | 2009 – 2013 |
| Yüksek Lisans | KİMYA MÜHENDİSLİĞİ | MERSİN ÜNİVERSİTESİ | 2013 – 2015 |

ESERLER (Makaleler ve Bildiriler)

TEBLİĞLER

Ulusal:

1. Takadaş, F., Döker, O., "Farklı Yöntemlerle Aspir Bitkisinden Yağ Eldesi ve Bu Yöntemlerin Birbiri ile Kıyaslanması" 27. Ulusal Kimya Kongresi 28 Ağustos – 3 Eylül 2015, Çanakkale. (Kabul Edildi).

2. Yumbul, D., Ezan, E., Toğaç, A., Bekiroğlu, A., Özkan A., Takadaş, F., Türker, N., Döker, O., "Karahavuç'un Süperkritik Akışkan Ekstraksiyon Sürecinin İncelenmesi" 11. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi 2-5 Eylül 2014, Eskişehir

3. Takadaş,F., Gönen,F., "Üzüm Çekirdeği Kullanılarak Sulu Çözeltilerden Acid Blue 29 Boyarmaddesinin Gideriminin İncelenmesi", 25. Ulusal Kimya Kongresi 27 Haziran – 2 Temmuz 2011, Erzurum