

ANKARA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

GİLABURU (*Viburnum opulus* L.) MEYVESİNDEN YENİ YÖNTEMLERLE  
FENOLİK BİLEŞENLERİN EKSTRAKSİYONU VE GİLABURU TOZUNUN  
MİKROENKAPSÜLASYONU

Yaşar Özlem ALİFAKI

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ANKARA

2019

Her hakkı saklıdır

## TEZ ONAYI

Yaşar Özlem ALİFAKI tarafından hazırlanan “**Gilaburu (*Viburnum opulus L.*) Meyvesinden Yeni Yöntemlerle Fenolik Bileşenlerin Ekstraksiyonu ve Gilaburu Tozunun Mikroenkapsülasyonu**” adlı tez çalışması 29/03/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı’nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Danışman** : Doç. Dr. Özge ŞAKIYAN DEMİRKOL

### Jüri Üyeleri

**Başkan** : Prof. Dr. Gülüm ŞUMNU



Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Üye** : Doç. Dr. Özge ŞAKIYAN DEMİRKOL



Ankara Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Üye** : Doç. Dr. Aslı İŞÇİ YAKAN



Ankara Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Üye** : Prof. Dr. Ferruh ERDOĞDU



Ankara Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Üye** : Prof. Dr. Serpil ŞAHİN



Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

**Yukarıdaki sonucu onaylarım.**

**Prof. Dr. Atilla YETİŞEMİYEN**

**Enstitü Müdürü**

## ETİK

Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

29/03/2019

Yaşar Özlem ALİFAKI

## ÖZET

Doktora Tezi

### GİLABURU (*Viburnum opulus* L.) MEYVESİNDEN YENİ YÖNTEMLERLE FENOLİK BİLEŞENLERİN EKSTRAKSİYONU VE GİLABURU TOZUNUN MİKROENKAPSÜLASYONU

Yaşar Özlem ALİFAKI

Ankara Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Özge ŞAKIYAN DEMİRKOL

Bu çalışmanın ilk kısmında Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) meyvesinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu araştırılmıştır. Ultrason destekli ekstraksiyonda ekstraksiyon süresinin (1-10-20-30-60 dakika), ultrason gücünün (14 W, 35 W ve 56 W) ve katı:solvent oranının (5:100, 10:100, ve 15:100 g:mL), mikrodalga destekli ekstraksiyonda ise ekstraksiyon süresinin (1-5-10-15-20-30-40-60-120 dakika), mikrodalga gücünün (90 W, 180 W, 270 W, 360 W ve 450 W) ve katı:solvent oranının (5:100, 10:100, ve 15:100 g:mL) toplam fenolik madde miktarı (TFM), antioksidan kapasitesi ve renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $\Delta E^*$ ) üzerine etkileri incelenmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyon işleminde optimum ekstrakt ( $54,55 \pm 4,11$  mg GAE/ g km ve  $4,91 \pm 0,51$  mg DPPH/ g km) ekstraksiyon süresi 30 dakika, katı:solvent oranı 5:100 g/ml ve 35 W ultrason gücünde elde edilmişken mikrodalga destekli ekstraksiyonda ( $71,52 \pm 4,16$  mg GAE/ g km ve  $14,45 \pm 1,09$  mg DPPH/g km) 15 dakika 360 W ve 5:100 katı:solvent oranında elde edilmiştir. Çalışmanın ikinci kısmında ise Gilaburu tozunun enkapsülasyonu çalışılmıştır. Farklı kaplama maddelerinin (maltodekstrin, gam arabik), ultrasonikasyon sürelerinin (10, 20 ve 30 dak.), çekirdek:kaplama maddesi oranlarının (1:10, 1:20 ve 1:30) mikroenkapsüllerin enkapsülasyon verimi, antioksidan aktivitesi, çözünürlük değeri, yığın yoğunluğu ve renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $\Delta E^*$ ) üzerine etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Enkapsülasyon için optimum koşullar ultrasonikasyonsüresi 20 dakika, kaplama maddesi çeşidi gam arabik ve çekirdek:kaplama oranı 1:30 olarak tespit edilmiştir.

**Mart 2019, 274 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** Gilaburu, mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrason destekli ekstraksiyon, mikroenkapsülasyon, fenolik bileşikler

## ABSTRACT

PhD Thesis

### EXTRACTION OF PHENOLIC COMPOUNDS WITH NOVEL METHODS FROM EUROPEAN CRANBERRYBUSH (*Viburnum opulus* L.) FRUIT AND MICROENCAPSULATION OF GILABURU POWDER

Yaşar Özlem ALİFAKI

Ankara University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Food Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Özge ŞAKIYAN DEMİRKOL

In the first part of the study, extraction of phenolic compounds from cranberrybush (*Viburnum opulus* L.) fruit was investigated. In ultrasound assisted extraction the effects of extraction time (1-10-20-30-60 min), ultrasound power (14 W, 35 W and 56 W) and solid-to-solvent ratio (5:100, 10:100, and 15:100 g:mL) and in microwave assisted extraction process time (1-5-10-15-20-30-40-60-120 min), microwave power (90 W, 180 W, 270 W, 360 W, 450 W) and solid-to-solvent ratio (5:100, 10:100, and 15:100 g:mL) on total phenolic content (TPC), antioxidant activity and color values ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $\Delta E^*$ ) were determined. The optimum ultrasound extract ( $54.55 \pm 4.11$  mg GAE/ g dm and  $4.91 \pm 0.51$  mg DPPH/ g dm) was obtained at a process time of 30 min, a solid to liquid ratio of 5:100 g/ml and an ultrasound power of 35 W; while in microwave assisted extraction, the optimum processing conditions to obtain  $71.52 \pm 4.16$  mg GAE/ g dm of total phenolic content and  $14.45 \pm 1.09$  mg DPPH/g dm of antioxidant capacity were determined as 15 min for extraction time, 360 W for microwave power and 5:100 for solid-to-solvent ratio. At the second part of the thesis, encapsulation of cranberrybush powder was studied. It was aimed to determine the effect of different coating materials (maltodextrin, gum arabic), ultrasonication time (10, 20 and 30 min) and core to coating ratio (1:10, 1:20 and 1:30) on encapsulation efficiency, antioxidant activity, solubility, bulk density and color values ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $\Delta E^*$ ) of the microcapsules. Optimum conditions for encapsulation were found as 20 min sonication time, gum arabic coating material and 1:30 core to coating ratio.

**March 2019, 274 pages**

**Key Words:** European Cranberrybush, microwave assisted extraction, ultrasound assisted extraction, microencapsulation, phenolic compounds

## TEŞEKKÜR

Çalışmalarımın tüm aşamasında derin bilgi ve deneyimleriyle beni yönlendiren, öneri ve yardımlarını esirgemeyen, akademik çalışmalarımın yanı sıra doktora öğrenimim süresince beni hayata hazırlayan, yetişmeme ve kendimi geliştirmeme katkıda bulunan sayın danışmanım Doç. Dr. Özge ŞAKIYAN DEMİRKOL'a (Ankara Üniversitesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi), öneri ve bilgilerini paylaşarak çalışmalarımın yönlenmesine katkıda bulunan Tez İzleme Komitesi üyeleri sayın Doç. Dr. Aslı İŞÇİ YAKAN (Ankara Üniversitesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi) ve sayın Prof. Dr. Gülüm ŞUMNU'ya (Orta Doğu Teknik Üniversitesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi), sorumluluğunda olan laboratuvar imkanlarını kullanabilmemi sağlayan Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dekanı ve Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi sayın Prof. Dr. Aziz TEKİN'e, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi sayın Prof. Dr. Kadir HALKMAN'a ve Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Öğretim Üyesi sayın Prof. Dr. Nevzat ARTIK'a ve doktora öğrenimim süresince fedakarlıklarını ve yardımlarını esirgemeyen, beni her daim destekleyen ve güç veren annem Safiye ALİFAKI ve babam Mehmet ALİFAKI'ya en içten teşekkürlerimi bir borç bilirim. Hiçbir söz aileme duyduğum minneti anlatmaya yetmez. Bu çalışma aileme, başta anne ve babam olmak üzere üzerimde sonsuz emeği olan anneannem Elife HAN'ın aziz hatırasına adanmıştır.

Bu doktora tezi “GİLABURU (*Viburnum opulus* L.) MEYVESİNDEN YENİ YÖNTEMLERLE EKSTRAKTE EDİLEN FENOLİK BİLEŞENLERİN MİKROENKAPSÜLASYONU” başlıklı ve 16L0443009 proje numaralı Ankara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Müdürlüğü'nce desteklenen proje kapsamında yürütülmüştür.

Yaşar Özlem ALİFAKI

Ankara, Mart 2019

# İÇİNDEKİLER

ETİK .....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR .....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xvi
1. GİRİŞ .....	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ .....	4
2.1 Gilaburu ( <i>Viburnum opulus</i> L.) .....	4
2.2 Fenolik Bileşikler.....	5
2.2.1 Fenolik asitler .....	7
2.2.2 Flavonoidler .....	10
2.2.3 Lignanlar ve stilbenler .....	12
2.3 Meyvelerde Bulunan Temel Fenolik Bileşikler .....	13
2.4 Fenolik Bileşiklerin Antioksidan Mekanizmaları .....	17
2.5 Fenolik Bileşiklerin İnsan Sağlığı Üzerine Etkileri.....	18
2.6 Fenolik Bileşiklerin Ekstraksiyonu .....	19
2.6.1 Konvansiyonel yöntemler .....	20
2.6.1.1 Soxhlet ekstraksiyonu .....	20
2.6.1.2 Maserasyon .....	21
2.6.2 Yenilikçi (Novel) yöntemler.....	22
2.6.2.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon.....	23
2.6.2.2 Ultrason destekli ekstraksiyon.....	30
2.7 Enkapsülasyon Teknolojisi.....	36
2.7.1 Emülsiyon hazırlama .....	38
2.7.1.1 Ultrasonikasyon.....	38
2.7.1.2 Mikrofludizasyon .....	39
2.7.2 Kaplama materyalleri.....	39
2.7.2.1 Maltodektrin (MD) .....	40
2.7.2.2 Gam arabik (GA) .....	40
2.7.3 Emülsiyon kurutma .....	41
2.7.3.1 Püskürtmeli kurutma .....	41

2.7.3.2 Dondurarak kurutma .....	42
2.8 Çalışmanın Amacı .....	46
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	47
3.1 Materyal.....	47
3.2 Yöntem .....	47
3.2.1 Ekstraksiyon işlemi ve analizleri .....	47
3.2.1.1 Meyvelerin analize hazırlanması .....	47
3.2.1.2 Ekstraksiyon işlemleri .....	48
3.2.1.2.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon.....	48
3.2.1.2.2 Ultrason destekli ekstraksiyon.....	49
3.2.1.2.3 Konvansiyonel ekstraksiyon .....	50
3.2.1.3 Ekstaksiyon işlemi sonrası uygulanan analizler.....	52
3.2.1.3.1 Toplam fenolik madde miktarının belirlenmesi.....	52
3.2.1.3.2 Antioksidan aktivite değerinin belirlenmesi.....	53
3.2.1.3.3 Renk değerlerinin belirlenmesi.....	53
3.2.1.3.4 Ekstraksiyon veriminin hesaplanması .....	54
3.2.1.3.5 Fenolik bileşiklerin konsantrasyonlarının belirlenmesi .....	54
3.2.2 Enkapsülasyon işlemi ve sonrasında uygulanan analizleri .....	55
3.2.2.1 Enkapsülasyon işlemi.....	56
3.2.2.1.1 Meyvelerin enkapsülasyona hazırlanması .....	56
3.2.2.1.2 Gilaburu tozu üretimi.....	56
3.2.2.1.3 Kaplama materyallerinin hazırlanması .....	56
3.2.2.1.4 Mikroenkapsülasyon yöntemi.....	57
3.2.2.5 Mikroenkapsüllere uygulanan analizler .....	58
3.2.2.5.1 Toplam fenolik madde miktarının belirlenmesi.....	58
3.2.2.5.2 Yüzey fenolik madde miktarının belirlenmesi .....	58
3.2.2.5.3 Enkapsülasyon veriminin hesaplanması.....	59
3.2.2.5.4 Antioksidan aktivite değerinin belirlenmesi.....	59
3.2.2.5.5 Nem miktarının belirlenmesi .....	60
3.2.2.5.6 Renk değerinin belirlenmesi .....	60
3.2.2.5.7 Çözünürlük değerinin belirlenmesi.....	61
3.2.2.5.8 Yiğın yoğunluğunun hesaplanması.....	62
3.2.2.5.9 Fenolik bileşiklerin konsantrasyonlarının belirlenmesi .....	62
3.2.2.5.10 Isıl stabilitenin değerlendirilmesi .....	62
3.2.3 İstatistiksel analiz.....	64

<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA</b> .....	<b>65</b>
<b>4.1 Ekstraksiyon Denemeleri</b> .....	<b>65</b>
4.1.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon ön denemeleri .....	66
4.1.2 Mikrodalga destekli ekstraksiyon.....	68
4.1.2.1 TFM miktarı.....	68
4.1.2.1.1 Ekstraksiyon süresinin TFM miktarına etkisi .....	69
4.1.2.1.2 Mikrodalga gücünün TFM miktarına etkisi .....	70
4.1.2.1.3 Katı:solvent oranının TFM miktarına etkisi .....	73
4.1.2.2 Ekstraksiyon verimi .....	76
4.1.2.2.1 İşlem süresinin ekstraksiyon verimine etkisi.....	77
4.1.2.2.2 Ekstraksiyon verimine mikrodalga gücünün etkisi .....	78
4.1.2.2.3 Ekstraksiyon verimine katı:solvent oranının etkisi .....	78
4.1.2.3 Renk değerleri .....	79
4.1.2.3.1 Renk değerlerine ekstraksiyon süresinin etkisi.....	84
4.1.2.3.2 Renk değerlerine mikrodalga gücünün etkisi .....	85
4.1.2.3.3 Renk değerlerine katı:solvent oranının etkisi .....	86
4.1.2.4 Optimum mikrodalga destekli ekstraksiyon koşullarında antioksidan aktivite değerleri.....	87
4.1.2.5 Gilaburudan mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde edilen en baskın fenolik bileşiklerin miktarlarının belirlenmesi.....	88
4.1.3 Ultrason destekli ekstraksiyon işlemi ön denemeleri.....	89
4.1.4 Ultrason destekli ekstraksiyon .....	89
4.1.4.1 TFM miktarı.....	89
4.1.4.1.1 TFM miktarına ekstraksiyon süresinin etkisi .....	89
4.1.4.1.2 TFM miktarına ultrason gücünün etkisi .....	91
4.1.4.1.3 TFM miktarına katı:solvent oranının etkisi.....	94
4.1.4.2 Ekstraksiyon verimi .....	96
4.1.4.2.1 Ekstraksiyon verimine işlem süresinin etkisi .....	96
4.1.4.2.2 Ekstraksiyon verimine ultrason gücünün etkisi.....	96
4.1.4.2.3 Ekstraksiyon verimine katı:solvent oranının etkisi .....	97
4.1.4.3 Renk değerleri .....	98
4.1.4.3.1 Renk değerlerine işlem süresinin etkisi.....	98
4.1.4.3.2 Renk değerlerine ultrason gücünün etkisi .....	103
4.1.4.3.3 Renk değerlerine katı:solvent oranının etkisi .....	103
4.1.4.4 Optimum ultrason destekli ekstraksiyon koşullarında antioksidan aktivite değerleri .....	104

4.1.4.5 Gilaburudan ultrason destekli ekstraksiyon ile elde edilen baskın fenolik birleşiklerin miktarlarının belirlenmesi.....	105
4.1.5 Kontrol olarak kullanılacak konvansiyonel işlemin belirlenmesi için ön denemeler .....	105
4.1.6 Konvansiyonel ekstraksiyon (Maserasyon) .....	106
4.1.6.1 Gilaburudan maserasyon ekstraksiyon ile elde edilen baskın fenolik birleşiklerin miktarlarının belirlenmesi.....	108
4.1.7 Ekstraksiyon çeşitlerinin kıyaslanması.....	108
4.2 Mikroenkapsülasyon İşlemi .....	112
4.2.1 Mikroenkapsülasyon işlemi ön denemeleri.....	112
4.2.2 Mikroenkapsülasyon işlemi TFM miktarı.....	113
4.2.3 Mikroenkapsülasyon işlemi yüzey fenolik madde miktarı.....	114
4.2.4 Mikroenkapsülasyon işlemi enkapsülasyon verimliliği .....	115
4.2.5 Mikroenkapsüllerin antioksidan aktivitesi.....	117
4.2.6 Mikroenkapsüllerin renk değerleri .....	119
4.2.7 Mikroenkapsüllerin nem, yığın yoğunluğu ve çözünürlük değerleri .....	124
4.2.8 Gilaburu tozu ve optimum mikroenkapsülün klorojenik asit ve kafeik asit miktarları bakımından kıyaslanması .....	127
4.2.9 Isıl stabilitenin belirlenmesi .....	128
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	130
6. KAYNAKLAR .....	132
7. EKLER.....	159
Ek 1 Kalibrasyon Eğrileri .....	160
Ek 2 Sonuç Çizelgeleri .....	165
Ek 3 LC-MS Kromatogramları .....	172
Ek 4 İstatistik Analiz Çizelgeleri .....	177
ÖZGEÇMİŞ.....	271

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

a*	Kırmızılık
ArOH	Fenolik bileşik
ArO·	Ariloksi radikali
b*	Sarılık
C	Karbon
C <sub>3</sub> G	Siyanidin 3 glikozit
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH	Hidroksi benzen
cm	Santimetre
cP	Santipoise
°C	Santigrat derece
dk	Dakika
ΔE*	Renk farkı
E	Elektrik alan şiddeti
ε'	Dielektrik sabiti
ε''	Dielektrik kayıp faktörü
f	Frekans
g	Gram
GHz	Gigahertz
h	Saat
H	Hidrojen
HCl	Hidroklorik asit
kg	Kilogram
kHz	Kilohertz
k.m.	Kuru madde
kPa	Kilopaskal
L	Litre

L*	Aydınlık
M	Molarite
MHz	Megahertz
m	Metre
$\mu$ L	Mikrolitre
mg	Miligram
$\mu$ g	Mikrogram
mL	Mililitre
mm	Milimetre
$\mu$ m	Mikrometre
N	Normalite
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Sodyum karbonat
nm	Nanometre
O	Oksijen
P	Güç
Pa	Paskal
ROO·	Peroksil radikali
ppm	milyonda bir kısım
rpm	Dakikadaki devir sayısı
s	Saniye
tan $\delta$	dielektrik kayıp tanjantı
T	Sıcaklık
V	Volt
W	Watt
%	Yüzde

## **Kısaltmalar**

AA	Antioksidan aktivite
DE	Dekstroz eşdeđeri
DPPH	1,1'-difenil-2-pikrilhidrazil
EE	Enkapsülasyon verimliliđi
GA	Gam arabik
ga	Gallik asit
GAE	Gallik asit eşdeđeri
MD	Maltodekstrin
MW	Mikrodalga
TFM	Toplam fenolik madde
EPC	TFM-YFM
TMAM	Toplam manomerik antosiyanin miktarı
UV	Ultraviyole
v/v	Hacimce
w/w	Ađırlıkça
YFM	Yüzey fenolik madde

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Gilaburu çiçekleri ve meyvelerinden bir görünüm .....	5
Şekil 2.2 Fenolün kimyasal yapısı: C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH, karbolik asit ya da hidroksibenzen.....	6
Şekil 2.3 Bazı hidroksibenzoik asitlerin moleküler yapıları. a. p-hidroksibenzoik asit, b. gallik asit, c. protokateşuik asit, d. salisilik asit, e. vanilik asit .....	8
Şekil 2.4 Bazı hidroksisinamik asitlerin moleküler yapıları. a. sinamik asit, b. p-kumarik asit, c. kafeik asit, d. ferulik asit, e. sinapik asit.....	9
Şekil 2.5 Klorogenik asitin yapısı ve değişik kafeoilkuinik asit formları .....	10
Şekil 2.6 Flavonoidlerin genel yapısı ve değişik flavonoidler .....	11
Şekil 2.7 Prosiyanidinlerin yapıları .....	12
Şekil 2.8 Fenol radikalindeki çiftlenmemiş elektronun delokalizasyonu .....	18
Şekil 2.9 Üzümü meyvelerden antioksidanların ekstraksiyonu .....	20
Şekil 2.10 Soxhlet ekstraktör .....	21
Şekil 2.11 Yenilikçi (Novel) ekstraksiyon metotları .....	23
Şekil 2.12 Mikrodalga destekli ekstraktör .....	24
Şekil 2.13 Konvansiyonel ve mikrodalga destekli ekstraksiyonunda temel ısı ve kütle transferi mekanizması .....	24
Şekil 2.14 Propolu ultrason ekstraktörü .....	31
Şekil 2.15 Kurutma şekillerine göre mikroenkapsüller .....	42
Şekil 3.1 A- Mikrodalga destekli ekstraksiyon için kullanılan düzenek ve B- Mikrodalga destekli ekstraksiyon için kullanılan düzeneğin şematik gösterimi.....	49
Şekil 3.2 Ultrason destekli ekstraksiyon için kullanılan düzenek .....	50
Şekil 3.3 Soxhlet ekstraksiyon için kullanılan düzenek.....	51
Şekil 3.4 Gilaburu tozu hazırlanması için petrolere dökülen karışım .....	56

Şekil 3.5 Etanol:asetik asit:su karışımı ile muamele edilen örnekler .....	59
Şekil 3.6 Renk ölçümü.....	61
Şekil 4.1 90 W ve 180 W mikrodalga gücü için 15:100 katı: solvent oranında yapılan ön denemeler sonucu TFM miktarının zamanla değişimi.....	66
Şekil 4.2 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga gücü için 15:100 katı: solvent oranında yapılan ön denemeler sonucu TFM miktarının zamanla değişimi.....	67
Şekil 4.3 90 W ve 180 W mikrodalga gücünde ve 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının işlem süresi ile değişimi.....	69
Şekil 4.4 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga gücünde ve 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının işlem süresi ile değişimi.....	70
Şekil 4.5 5:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının mikrodalga gücü ile değişimi.....	72
Şekil 4.6 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının mikrodalga gücü ile değişimi.....	72
Şekil 4.7 15:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının mikrodalga gücü ile değişimi.....	73
Şekil 4.8 90 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi .....	74

Şekil 4.9 180 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	74
Şekil 4.10 270 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	75
Şekil 4.11 360 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	75
Şekil 4.12 450 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	76
Şekil 4.13 Farklı ultrason güçlerinde 5:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının süre ile değişimi.....	90
Şekil 4.14 5:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının ultrason gücü ile değişimi.....	92
Şekil 4.15 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarlarının ultrason gücü ile değişimi.....	93
Şekil 4.16 15:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının ultrason gücü ile değişimi.....	93
Şekil 4.17 14 W ultrason gücü ile gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	94

Şekil 4.18 35 W ultrason gücü ile gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	95
Şekil 4.19 56 W ultrason gücü ile gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi.....	95
Şekil 4.20 5:100 katı:solvent oranı ile gerçekleştirilen Soxhlet ekstraksiyonu için işlem süresi ile TFM değişimi .....	106
Şekil 4.21 Konvansiyonel ekstraksiyon için TFM miktarının ekstraksiyon süresi ile değişimi.....	107
Şekil 4.22 Farklı ekstraksiyon çeşitleri ve güçler ile 5:100 katı:solvent oranında elde edilen TFM miktarları.....	110
Şekil 4.23 Farklı ekstraksiyon çeşitleri ve güçleri ile 5:100 katı:solvent oranında elde edilen antioksidan aktivite miktarları.....	110
Şekil 4.24 Maltodekstrin kaplama materyali çeşidi ile hazırlanan örneklerde enkapsülasyon veriminin ultrasonikasyon süresi ile değişimi...	116
Şekil 4.25 Gam arabik kaplama materyali çeşidi ile hazırlanan örneklerde enkapsülasyon veriminin ultrasonikasyon süresi ile değişimi...	117
Şekil 4.26 Maltodekstrinle kaplanan ultrasonikasyon süresi 20 dakika olan örnekler, a) gilaburu tozu, b) çekirdek: kaplama oranı 1:10, c) çekirdek: kaplama oranı 1:30, d) çekirdek: kaplama oranı 1:20.....	119
Şekil 4.27 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde $L^*$ değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi.....	120
Şekil 4.28 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde $a^*$ değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi.....	122
Şekil 4.29 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde $b^*$ değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi.....	122
Şekil 4.30 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde $\Delta E^*$ değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi.....	124

## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1 Fenolik bileşiklerin sınıflandırılması .....	6
Çizelge 2.2 Fenolik bileşiklerin diyet kaynakları .....	13
Çizelge 2.3 Mikrodalga destekli ekstraksiyonda kullanılan solventlerin fiziksel özellikleri ve kayıp faktörleri .....	27
Çizelge 2.4 Mikrodalga destekli ekstraksiyon ile yapılan güncel çalışmalar.....	28
Çizelge 2.5 Ultrason destekli ekstraksiyon ile gerçekleştirilen güncel çalışmalar.....	32
Çizelge 2.6 Enkapsülasyon çalışmaları.....	43
Çizelge 3.1 Mikrokapsülasyon için kullanılan bağımsız değişkenler ve seviyeleri.....	57
Çizelge 4.1 Ekstraksiyon veriminin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi.....	77
Çizelge 4.2 L* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi .....	80
Çizelge 4.3 a* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi .....	81
Çizelge 4.4 b* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi.....	82
Çizelge 4.5 ΔE* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi.....	83
Çizelge 4.6 Farklı mikrodalga destekli ekstraksiyon koşulları için antioksidan aktivite değerleri.....	88
Çizelge 4.7 Ekstraksiyon veriminin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi.....	97

Çizelge 4.8 L* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi.....	99
Çizelge 4.9 a* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi.....	100
Çizelge 4.10 b* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi.....	101
Çizelge 4.11 $\Delta E^*$ değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi.....	102
Çizelge 4.12 Farklı ultrason ekstraksiyon koşullarında antioksidan aktivite sonuçları.....	104
Çizelge 4.13 Konvansiyonel ekstraksiyon süresince maksimum fenolik madde içeriğine sahip örneklerin renk ve antioksidan aktivite değerleri.....	108
Çizelge 4.14 Optimum ekstraksiyonlara göre klorojenik asit ve kafeik asit miktarları.....	111
Çizelge 4.15 Farklı koşullarda hazırlanan mikroenkapsüllerin yüzey fenolik madde miktarları .....	115
Çizelge 4.16 Farklı mikroenkapsüllerin antioksidan aktiviteleri.....	118
Çizelge 4.17 Mikroenkapsüllerin nem, çözünürlük ve yığın yoğunluğu değerleri.....	126
Çizelge 4.18 Gilaburu tozu ve optimum mikroenkapsülün klorojenik asit ve kafeik asit miktarları.....	128
Çizelge 4.19 Gilaburu tozu ve optimum mikroenkapsül içeren keklerde korunan TFM ve antioksidan aktivite miktarı.....	129

## 1. GİRİŞ

Fenolik bileşikler ya da polifenoller oksijene oldukça duyarlı hidroksillenmiş molekül gruplarıdır. Fenolik bileşiklerin antidiyabetik, anti kanser, antimikrobiyal, antiinflamatuvar, antiviral ve antioksidan özelliklerinin literatürde sıklıkla çalışıldığı görülmektedir. (Hakkinen 2000). Fenolik bileşikler oksijen varlığında gerçekleşen bozulmayı önlerler, besin ve enerji kayıplarını azaltırlar, lezzet, koku, renk, tat ve tekstür gibi özellikleri geliştirerek gıdaların tazeliklerini korurlar. Beslenmede fenolik bileşiklerce zengin besinler tüketilmesinin yukarıda bahsi geçen faydalarının yanı sıra antialerjik, kan basıncını düşürücü ve cilt yaralarını iyileştirici özellikleri sayesinde kanser, kardiyovasküler ve nörolojik hastalıklar gibi pek çok hastalığa karşı etkileri olduğu tespit edilmiştir (Ozkan vd. 2019).

Son yıllarda üzümü meyvelerin antioksidan özelliklerine ve bileşimlerine ilişkin literatürde pek çok çalışma yer almıştır. Özellikle fenolik bileşiklerin optimum ekstraksiyon metotları kullanılarak antioksidanca zengin meyvelerden ekstrakte edilmelerine yönelik yapılan araştırmalar giderek yaygınlık göstermektedir. Konvansiyonel solvent ekstraksiyonları kırmızı meyvelerden fenolik birleşiklerin ekstraksiyonları için sıklıkla tercih edilmesine rağmen konvansiyonel metotlara alternatif olarak ultrason destekli ekstraksiyon ya da mikrodalga destekli ekstraksiyon gibi çevre dostu, yenilikçi metotlar solvent ve enerji kullanımını azaltmak için geliştirilmeye başlanmıştır (Hidalgo ve Almajano 2017).

Fitokimyasal sözcüğü Yunanca “phyto-” kelimesinden türemiş olup bu kelime bitki anlamına gelmektedir. Bu nedenle fitokimyasallara bitki kimyasalları da denilebilir. Fitokimyasal terimi temel kronik hastalıkların risklerini azaltma etkisi olan meyveler, sebzeler, tohumlar ve diğer bitkisel gıdalardaki besin olmayan bitki bileşenleri olarak tanımlanmaktadır (Liu 2004). Fitokimyasalların direk olarak gıdalardan ekstraksiyonunda hedeflenen fonksiyonlarının korunması için engelleyici ya da koruyucu bir takım ekstra işlemler yapılması gerekli olabilir. Bu durum, fitokimyasalların ışık ve oksijen gibi çevresel koşullara karşı dayanıksız oluşu ve bozulma ve oksidasyon reaksiyonlarına kolaylıkla girebilmelerinden

kaynaklanmaktadır. Ayrıca, fitokimyasalların özellikle de polifenollerin buruk tatlarıyla eklendikleri ürünün tadını maskeleyebilme ihtimalleri ya da rahatsız edici duyuşsal etki bırakabilme durumları deęerlendirildięinde kullanımları için ekstra bazı işlemler gerekebileceęi açıktır (Munin ve Edwards-Lévy 2011). Bu sebeplerle, mikroenkapsülasyon teknięi fitokimyasalların zarar görmeden tüketiciye ulaştırılabilmesi ve tat ve kokusunun uygulandıęı üründe sorun yaratmaması için geniş bir şekilde üzerinde çalışılan bir konudur. Mikroenkapsülasyon, öz materyalin bir duvar ya da bir tabaka materyalle enkapsüle edilmesiyle hedef bileşeni çevre koşullarının kötü etkisinden korur (Shahidi ve Han 1993). Ayrıca, çekirdek materyalin istenmeyen tat ve koku özelliklerini maskeler (Desai ve Park 2005, Kha vd. 2010).

Son yıllarda üzümşü meyvelerin fenolik birleşiklerine karşı bu kadar yoğun bir ilgi olmasına karşı Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) meyvesi yeterince araştırılmamış ve hak ettięi önemi görememiştir. Bu meyvenin suyu Kayseri’de yaşayan insanlar için geleneksel bir içecektir ve böbrek hastalıkları, menstrual rahatsızlıklar ve mide krampları üzerinde etkili olduęu düşünölmektedir (Soylak vd. 2002). Gilaburunun hipertansiyon, astım, sindirim problemleri ve grip hastalığını tedavi ettięine inanılmaktadır (Ulger vd. 2013). Gilaburu meyvesinin yüksek miktarda polifenol (Cesoniene vd. 2008), askorbik asit (Rop vd.2010), ve L-malik asit (Çam ve Hisil 2007) içerdięi tespit edilmiştir. Ayrıca gilaburu suyundaki toplam fenolik bileşenlerin %54’ünün klorojenik asit olduęu rapor edilmiştir (Velioglu vd. 2006). Bu miktar, sıklıkla tüketilen bazı meyve suları ile karşılaştırıldıęında daha fazladır (Çam ve Hışıl 2007). Ayrıca Gilaburu meyvesinde (+) kateşin, (-) epikateşin, kuarsetin glikozitleri (Velioglu vd. 2006) ve proantosiyonidinler (Zayachkivska vd. 2006) olduęu rapor edilmiştir. Ek olarak karatenoid bulunmaktadır (Gavrilin vd. 2007; Cesoniene vd. 2008) ve yüksek konsantrasyonda fenolik içermesi sebebiyle güçlü bir radikal tutma kapasitesi bulunmaktadır (Sagdic vd. 2006; Çam ve Hisil 2007; Cesoniene vd. 2008). Kurutulmuş Gilaburu meyvesinin (Sagdic vd. 2006) ve tohum yaęının (Yılmaz vd. 2008) antimikrobiyal aktivitesi de çalışılmıştır. Bulgular ışığında, Gilaburu meyvesinin biyoaktif bileşenlerinin gıda, nütrosolik ve medikal amaçlarla kullanılabilmesi umut verici potansiyele sahiptir. Duyusal kalite gıda uygulamalarında en çok önem verilen faktördür ve bu noktadan bakıldıęında tüketilen meyvelerin aroma profilleri tüketici

tercihlerini belirler. Gilaburu meyvesi tüketiciler tarafından arzu edilmeyen tipik bir kokuya sahiptir. Türkiye'nin Kayseri yöresinde Gilaburu plastik kaplarda çeşme suyu içerisinde karanlık bir yerde ve oda sıcaklığında 4 ay kadar bekletilir. Bu geleneksel fermantasyon ve bazen eklenen küçük miktarda şeker, meyve suyunun çoğunlukla içerdiği fenolik bileşenlerden kaynaklanan acı sert tadın etkisini en aza indirir. Ancak sıcaklık ve zaman gibi fermantasyon koşulları meyve suyunun tadını etkiler ve deneme yanılma yönteminden başka da bu geleneksel yöntemin herhangi bir standardizasyonu yoktur (Yilmaztekin ve Sislioglu 2015).

Ülkemizde özellikle Kayseri yöresinde çokça yetiştirilen ve endemik karakterdeki gilaburu meyvesinden yeni bir ürün geliştirilerek bu meyvenin kullanım olanaklarının, ısıl stabilitesinin ve depolama ömrünün artırılması amacıyla yürütülen bu çalışma sadece böylesine önemli özelliklere sahip bir meyvenin ülkemizde tanınmasına ve elde edilen verilerle özelliklerine ışık tutulmasına yardımcı olmayı değil aynı zamanda literatürdeki bir boşluğun doldurularak gilaburu meyvesinden elde edilen yeni bir formülasyonun renklendirici, fonksiyonel, biyoaktif etkisi gibi özellikleriyle çeşitli şekillerde ve ürünlerde katkı materyali olarak da kullanılmasının sağlanabilmesini de hedeflemektedir.

## 2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ

### 2.1 Gilaburu (*Viburnum opulus* L.)

*Viburnum opulus* L. Magnoliopsida sınıfı, Asteridae alt sınıfı, Dipsacales takımı, Caprifoliaceae (Honeysuckle) familyası, *Viburnum* cinsine ait yaklaşık 4 metreye kadar büyüeyebilen, çok yıllık, çalı formunda bir bitkidir. Gilaburu olarak bilinen *Viburnum opulus* L.'nin bilhassa çiçekleri, yaprakları ve gövde kabuğu Avrupa ülkelerinde idrar attırıcı olarak kullanılmaktadır. Beyaz top çiçekleri, kırmızı meyveleri ve yaprakları için peyzaj amacıyla bazı ülkelerde süs bitkisi olarak da yetiştirildiği bilinmektedir (Şekil 2.1) (Baytop 1963, Çam 2005).

Yabancı literatürde “Cranberrybush” olarak da bilinen Gilaburu (*Viburnum opulus* L.), Orta Anadolu kökenlidir. Anadolu’da, en çok Kayseri şehrinde yetişmektedir. Avrupa’da daha çok süs bitkisi olarak kullanılırken Türkiye’de, özellikle Kayseri civarında geleneksel olarak meyve suyu olarak tüketilir (Aksoy vd. 2005). Gilaburu Kayseri, Bursa, Tokat, Ankara, Samsun, Trabzon, Artvin, Sivas, Kırşehir, İstanbul ve İzmir çevresinde doğal olarak nehir kenarlarında çalı formunda bulunabilmektedir. Üzüm meyvesini andırmakta ve salkımlı yapıda olmaktadır. Selçuklular ve Osmanlılar bu meyveye şekli nedeniyle “gül ebru” demişler ve bu zaman içinde Kayseri’de "gilaburu, gilebolu, gilaboru, gilabı, giraoğlu", Konya’da "giligili, gilaboru veya giraboğulu", Sivas ve Yozgat’ta "gilaburu, girabolu, geleboru", Tunceli’de "dağdağan, dağdığan, geleboru, gilabada ve gildar" şeklinde söylenmeye başlanmıştır (Hızlısoy 2009, Zarifikhosroshahi 2015). *Viburnum opulus* L. meyvesi dünyada ise European cranberrybush, American cranberrybush, cranberry tree, guelder rose, wild guelder rose, gueldres-rose, cherry-wood, rose elder, snowball bush, crampbark tree ve whitten tree olarak tanınır (Yapar 2008).



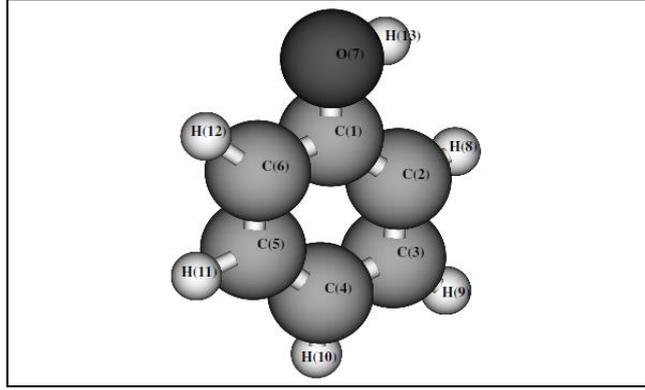
Şekil 2.1 Gilaburu çiçekleri ve meyvelerinden bir görünüm (Zarifikhosroshahi 2015)

## 2.2 Fenolik Bileşikler

Fenolik bileşikler bitkilerde ve bitki kaynaklı gıda ve içeceklerde bulunan ikincil metabolitlerdir. Yapıları vanilin, gallik asit, kafeik asit, stilbenler, flavonoidler gibi basit moleküllerden, bunların değişik gruplarından türemiş polimerler ve polifenollere kadar geniş bir çeşitlilik göstermektedir (Cheynier 2012). Yalnızca flavonoid ailesinden bile 8000'den fazla molekül rapor edilmiş olup liste genişlemeye devam etmektedir (Andersen ve Markham 2006).

Fenolik bileşikler en az bir hidroksil gruba bağlanmış halde bulunan bir ya da birden fazla aromatik halka içeren bileşikler olarak tanımlanmaktadır. Genellikle flavonoidler ve flavonoid olmayan fenolik bileşikler olarak kategorize edilmektedirler. En önemli flavonoid olmayan fenolikler, fenolik asitler ( $C_6-C_1$ ), hidroksisinamikler ve onların konjuge türevleri ( $C_6-C_3$ ) ve polifenolik stilbenlerdir ( $C_6-C_2-C_6$ ) (Jaganath ve Crozier 2010).

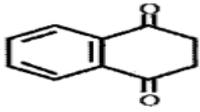
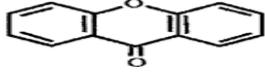
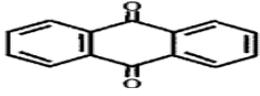
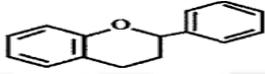
Fenolikler içerdiği hidroksil grubu nedeniyle alkol ailesine ait olup, aromatik yapısıyla bu ailenin en basit üyesidir. Fenolün hidroksil grubu onun asidite özelliğini belirlemektedirken benzen halkası bazik özelliklerini belirlemektedir (Nguyen vd. 2003). Şekil 2.2'de gösterilmekte olan fenol yapısı tüm fenolik bileşiklerin temel yapısıdır.



Şekil 2.2 Fenolün kimyasal yapısı:  $C_6H_5OH$ , karbolik asit ya da hidroksibenzen (Nguyen vd. 2003)

Çizelge 2.1 Fenolik bileşiklerin sınıflandırılması (Çam, 2005)

Fenolik Sınıf	Karbon İskeleti	Temel Yapı Formülü
Tekli Fenoller	$C_6$	
Benzokinonlar	$C_6$	
Fenolik asitler	$C_6-C_1$	
Asetofenonlar	$C_6-C_2$	
Fenilasetik asitler	$C_6-C_2$	
Hidroksisinamik asitler	$C_6-C_3$	
Fenilpropenler	$C_6-C_3$	
Kumarinler, İzokumarinler	$C_6-C_3$	
Kromonlar	$C_6-C_3$	

Naftakinonlar	$C_6-C_4$	
Ksantonlar	$C_6-C_1-C_6$	
Stilbenler	$C_6-C_2-C_6$	
Antokinonlar	$C_6-C_2-C_6$	
Flavonoidler	$C_6-C_3-C_6$	
Lignanlar, neolignanlar	$(C_6-C_3)_2$	
Ligninler	$(C_6-C_3)_n$	

Harbourne ve Simmonds (1964) fenolik birleşikleri molekül yapısının içerdiği karbon sayısına göre sınıflamışlardır ve en temel sınıflandırma budur. Fenolik bileşiklerin bu sınıflandırılması Çizelge 2.1’de gösterilmektedir. Bu sınıflandırmaya alternatif bir diğer sınıflandırma Ribereau-Gavon (1972) tarafından yapılmış olup fenolik bileşikler bu sınıflandırılmada üç aileye ayrılmıştır:

1-Geniş dağılmış fenolikler: bitkilerin tümünde bulunan ya da spesifik bir bitkide önemli derecede bulunanlar

2-Daha az yaygın olarak bulunan fenolikler: Sınırlı sayıda bilinen bileşikler

3- Polimer olarak bulunan fenolikler

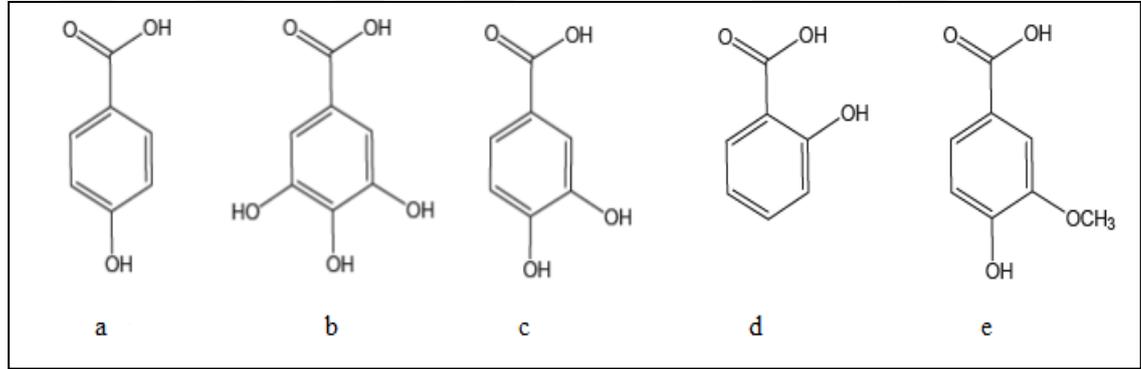
### 2.2.1 Fenolik asitler

Fenolik asitler iki temel gruba ayrılmaktadır: Hidroksibenzoik asitler ve hidroksisinamik asitler. Bu iki grup da aromatik karboksil asitlerin hidroksil

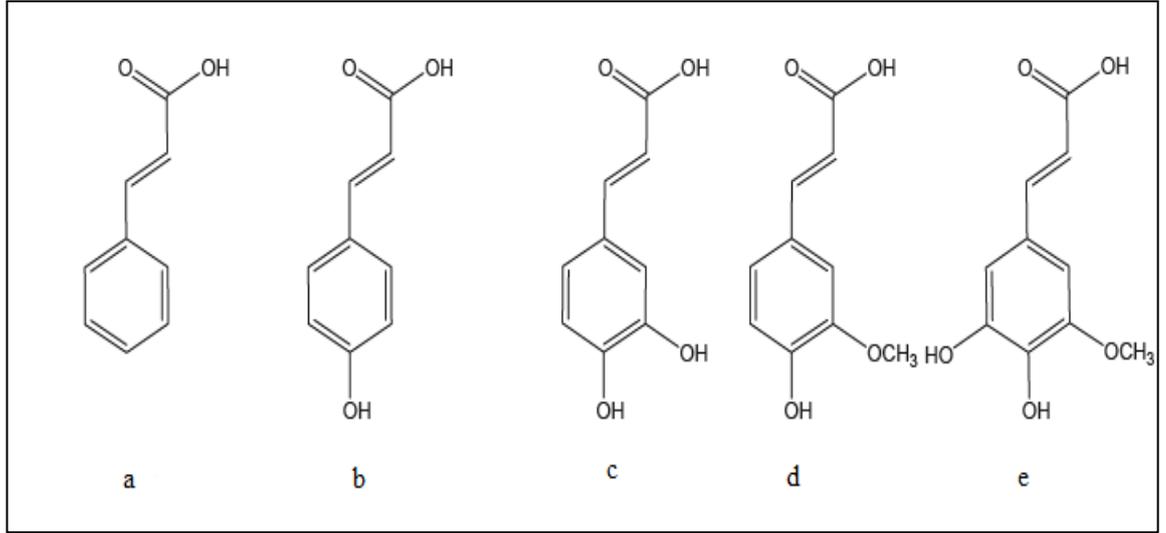
türevleridir. Bunların türevleri aromatik halkanın metoksilasyon ve hidroksilasyonları ile farklılaşırlar (Waksmundzka-Hajnos 1998, Meriç 2012).

Fenolik asit terimi genellikle gallik, p-hidroksibenzoik, protokateşuik ve vanilik asidi ifade etmek için kullanılır. Genellikle hidroksibenzoik asit şekerler, hidrolize tanenler ya da ligninler gibi kompleks yapılarla konjuge halde çözülebilir bağlarla bağlı olarak bulunur. Serbest ve bağlı fenolik asitler tahılların yapısında bulunmaktadır. Ayrıca hidroksibenzoik asit gilozitleri bazı baharatların ve otların yapısında karakteristiktir (Tomas-Barberan ve Clifford 2000, Van Sumere 1989). Şekil 2.3’de hidroksibenzoik asit grubuna ve Şekil 2.4’de hidroksisünamik asit grubuna ait fenolik asitlere örnek molekül yapıları gösterilmektedir.

Doğada en çok görülen hidroksisünamik asitler p-kumarik asit, kafeik asit, ferulik asit ve sinapik asit olup genellikle çok çeşitli şekillerde konjuge formda bulunmaktadır ve sadece doku ekstraksiyonundaki enzimatik ve kimyasal hidrolizler sayesinde serbest hale geçebilirler.



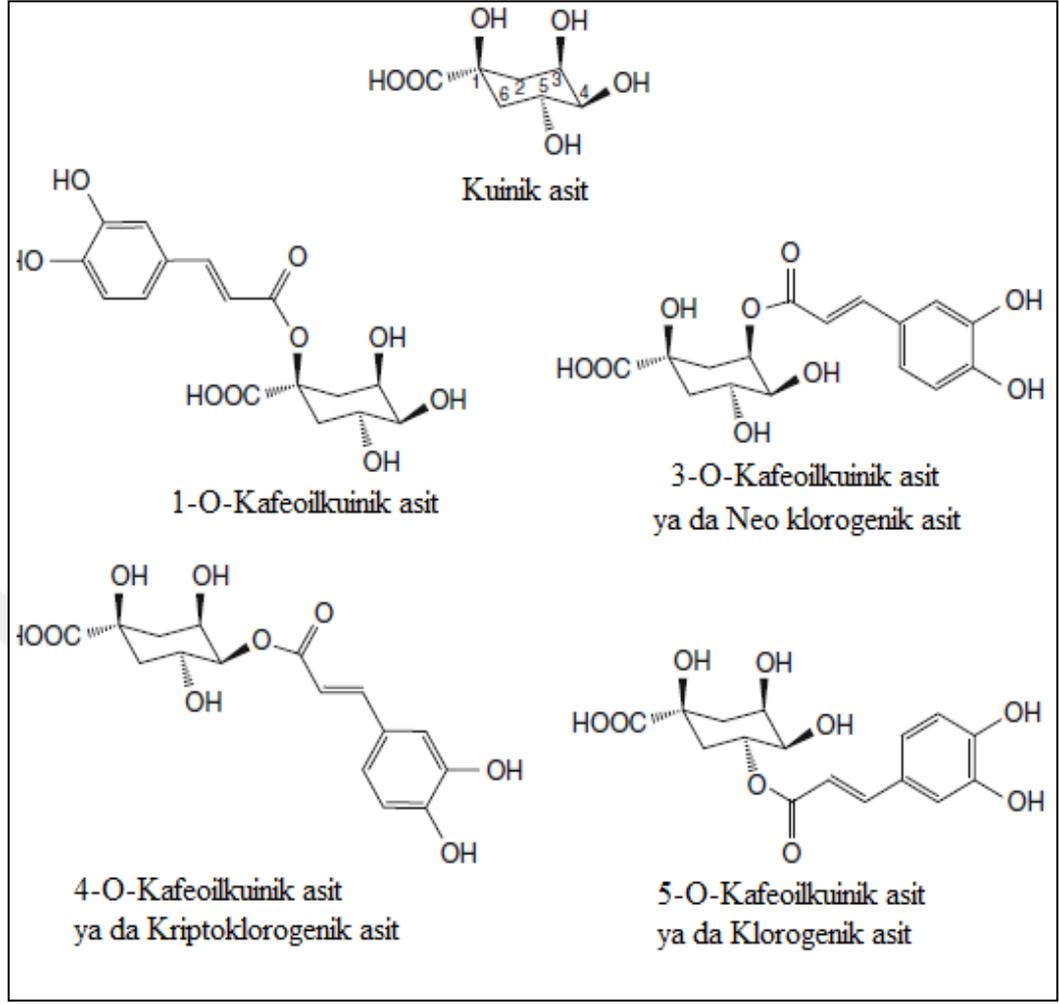
Şekil 2.3 Bazı hidroksibenzoik asitlerin moleküler yapıları. a. p-hidroksibenzoik asit, b. gallik asit, c. protokateşuik asit, d. salisilik asit, e. vanilik asit (Vermerris ve Nicholson 2009)



Şekil 2.4 Bazı hidroksisinamik asitlerin moleküler yapıları. a. sinamik asit, b. p-kumarik asit, c. kafeik asit, d. ferulik asit, e. sinapik asit (Vermerris ve Nicholson 2009)

Bu birleşikler arasında kafeik asit pek çok meyvede en baskın hidroksisinamik asit olup bütün hidroksisinamik asitlerin %75'ini ifade eder. Tahıl tanelerinin hücre duvarlarında bulunan en baskın fenolik asit ise ferulik asittir. Sulu çözümlerin içinde ve özellikle UV ışık altında izomerleşirler ancak trans formları cis formlarından daha karardır. Hidroksisinamikler sıklıkla tartrat esterleri olarak bulunmaktadırlar (Kroon ve Williams 1999, Lathanzio 2013).

Kafeik asit ve Kuinik asit konjuge olarak 3-,4- ve 5-O-kafeoilkuinik asit olarak adlandırılır ve meyve ve sebzelerin yapılarında bulunur. Özellikle yeşil kahve fasulyesi (*Coffea arabica*) kafeoilkuinik asidin en zengin diyet kaynağıdır.



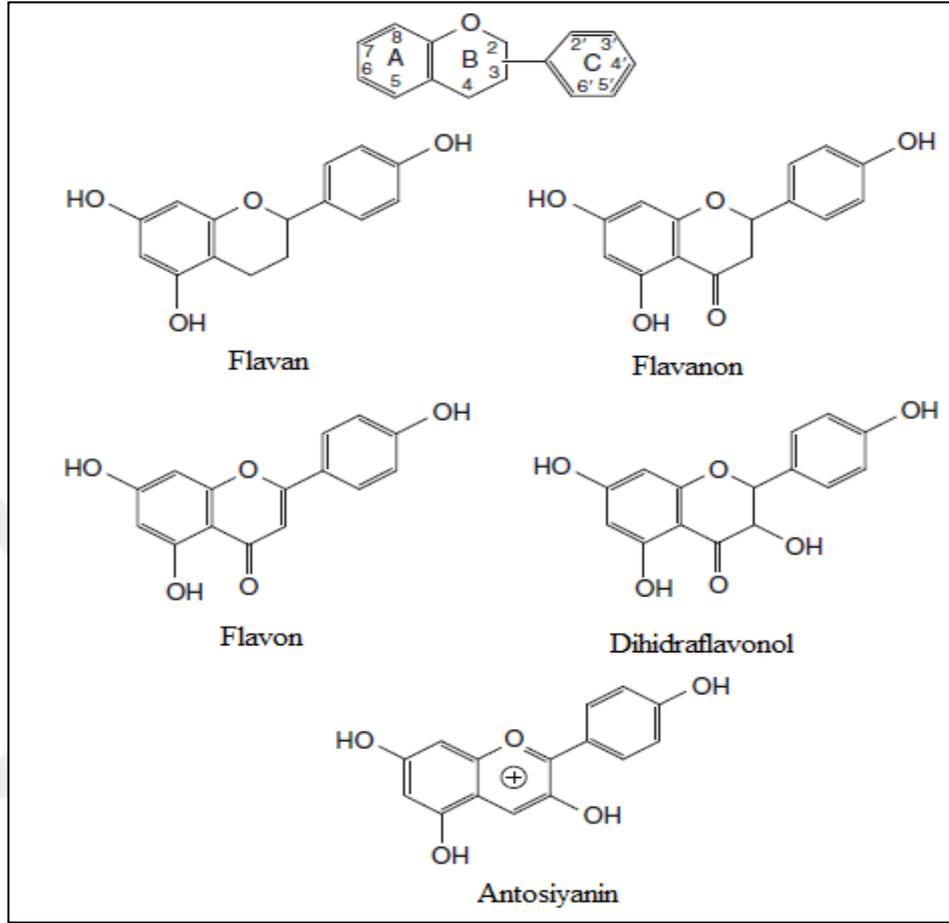
Şekil 2.5 Klorogenik asitin yapısı ve değişik kafeoilkuinik asit formları (Lathanzio 2013)

Klorogenik asit (5-O-kafeoilkuinik asit) kafeoilkuinik asit türevleri içerisinde en baskını olup toplam türev bileşiklerin %50'si kadar yaygındır (Şekil 2.5, Clifford 2000, İbrahim ve Barron 1989).

### 2.2.2 Flavonoidler

Flavonoidler ve bunların konjuge türevleri doğal ürünlerde bulunan oldukça geniş bir grup olup 8000 farklı flavonoid tanımlanmıştır. Pek çok bitkinin dokularında gerek

hücre içinde gerek bitki organlarının yüzeylerinde bulunmaktadır (Andersen ve Markham 2006).

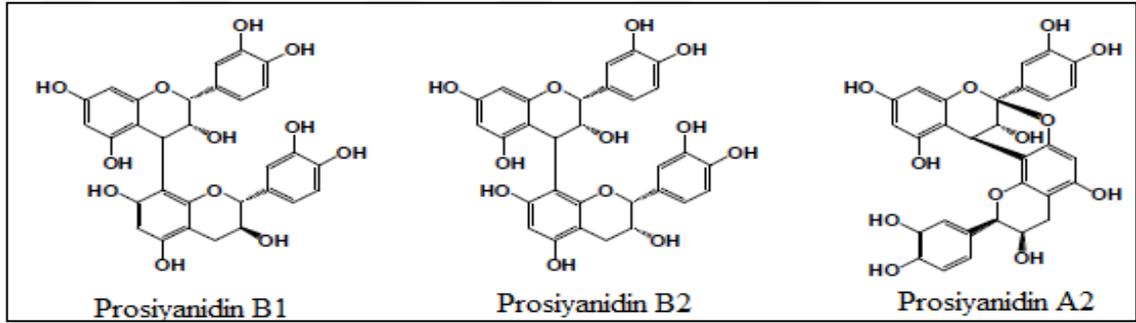


Şekil 2.6 Flavonoidlerin genel yapısı ve değişik flavonoidler (Lathanzio 2013)

Flavonoid grubundaki birleşiklerin kimyasal yapıları  $C_6-C_3-C_6$  iskelet yapısına dayanmaktadır. Aromatik halkaya bağlı olma pozisyonlarına göre bu grup kendi arasında üç alt gruba ayrılmaktadır: flavonoidler, isoflavonoidler ve neoflavonoidler. Buna ek olarak kimyasal yapıları heteroatomik karbon halkasının doymasına ve hidroksillenmesine bağlı olarak değişmektedir (Veitch 2007, 2010).

Şekil 2.6’da flavonoidlerin genel yapısı ve değişik flavonoidler gösterilmektedir. Temel temsilcileri kuersetin ve kaemferol olan flavonoller gıdalarda en çok bulunan flavonoidlerdir. En çok soğan, brokoli ve yaban mersininde bulunmaktadırlar. Meyve ve sebzelerde flavonlara flavonollerden daha az rastlanır. Flavonlar temelde luteolin ve

apigenin glikozitlerini içermektedirler. En önemli yenilebilir flavonlar maydonoz ve kerevizde; flavononlar ise domateste, nane gibi aromatik bitkilerde ve narenciye meyvelerinde tanımlanmıştır. Isoflavonlar genellikle en çok baklagillerde bulunmaktadır. Soya ve ürünleri insan beslenmesindeki isoflavonların en zengin kaynağıdır. Proantosiyanidinler genellikle kondanse tanenler olarak bilinmektedir. İnterflavanik bağlarına bağlı olarak oligomerik proantosiyanidinler C2-O-C7 ya da C2-O-C5 şeklinde A-tip olarak ya da C4-C6 veya C4-C8 şeklinde B-tip olarak bulunurlar (Tsao 2010, Şekil 2.7). Antosiyaninler ise pembe, kırmızı, mavi ve mor renk verici olup meyvelerin ve çiçeklerin epidermal dokularında çözülmüş halde bulunan pigmentlerdir. Bu fenolik bileşikler pH derecesine bağlı olarak farklı kimyasal formlarda, renkli yahut renksiz halde bulunabilirler (Manach 2004, Mazza ve Maniati 1993).



Şekil 2.7 Prosiyanidinlerin yapıları (Tsao 2010)

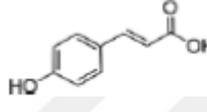
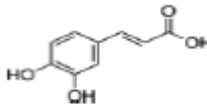
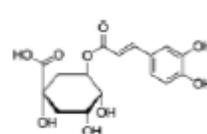
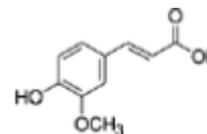
### 2.2.3 Lignanlar ve stilbenler

Lignanlar ve stilbenler bitkilerde yaygın olarak bulunan ikincil metabolitlerden iki gruptur. Bu bileşik grupları pek çok aileye ait medikal bitkilerin 100 türden fazla çeşitlerinin köklerinde, gövdelerinde, yapraklarında, kabuklarında, tohumlarında ve meyvelerinde bulunmaktadır. Lignanlar iki fenilpropanoid ünitesinin oksidatif dimerizasyonu tarafından biyosentezlenir. Stilbenler de oligomerlerden okside olan daha ileri fenilpropanoidlerden biyosentezlenir (Tsopma vd. 2013). Keten tohumu lignanların en zengin diyet kaynağıdır. Bazı tahıllar, sebze ve meyveler genellikle lignanları eser miktarda içerirler. Benzer şekilde yenilebilir bitkiler çok az miktarda stilbenler içermektedir. En bilinen gıda kaynaklı stilben ise resveratroidür (Bertelli vd. 1998, Manach vd. 2004, Çilek 2012).

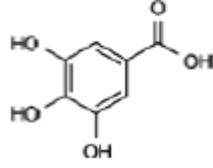
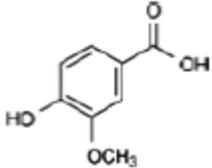
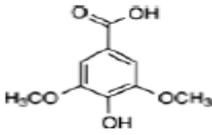
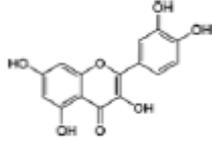
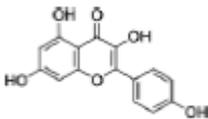
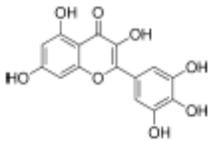
### 2.3 Meyvelerde Bulunan Temel Fenolik Bileşikler

Meyvelerde bulunan fenolik bileşikler meyve çeşidine göre değişiklik gösterebilmektedir. Meyveler flavonoidlerin (özellikle flavonoller, flavan-3-oller ve anthosiyeninler), hidrokşisinamik asitlerin ve hidrokşibenzoik asitlerin en zengin kaynağı durumundadır. Bu durumu kanıtlar nitelikte pek çok çalışma yapılmıştır. Bazı çalışmalar Çizelge 2.2’de listelenmektedir.

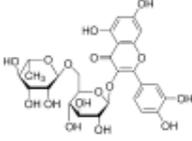
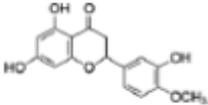
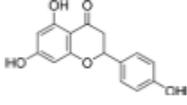
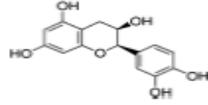
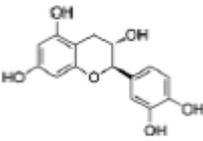
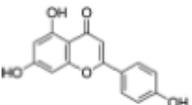
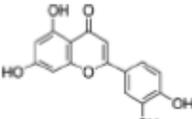
Çizelge 2.2 Fenolik bileşiklerin diyet kaynakları (Haminiuk vd., 2012)

Temel Sınıf	Alt Sınıf	İsim	Kimyasal Yapı	Meyve	Kaynak
Fenolik asitler	Hidroksisinamik asitler	p-Kumarik asit		Portakal, siyah frenk üzümü	Kelebek ve Selvi 2011a
		Kafeik asit		Yıldız meyvesi, Papaya, Şeftali, Avakado, Gilaburu	Fu vd. 2011, Golukcu ve Ozdemir 2010, Çam 2005
		Klorojenik asit		Yaban mersini, Şeftali, Kivi, Çarkıfelek, Armut, Gilaburu	Gavrilova vd. 2011, Fu vd. 2011, Çam 2005
		Ferulik asit		Mango, Kırmızı Araça, Portakal, Papaya, Ananas	Poovaradom vd. 2010, Vidal vd. 2006, Medina vd. 2011, Fu vd. 2011

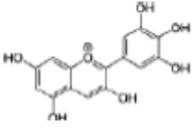
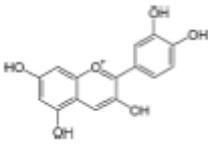
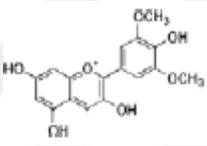
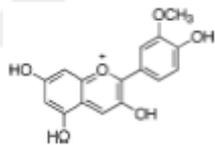
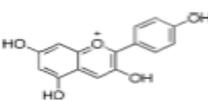
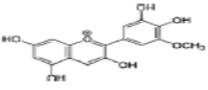
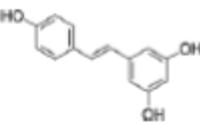
Çizelge 2.2 Fenolik bileşiklerin diyet kaynakları (Haminiuk vd., 2012) devam

Hidroksibenzoik asitler	Gallik asit		Muz, Pitaya (Ejder meyvesi), Avakado	Fu vd. 2011, Golukcu ve Ozdemir 2010	
	Valinik asit		Avakado, çilek	Poovaradom vd. 2010, Russel vd. 2009	
	Şiringik asit		Çilek, siyah üzüm	Russel vd. 2009, Obon vd. 2011	
Flavono idler	Flavonoller	Kuarsetin		Jak meyvesi, Çarkıfelek, Nar, Kamu kamu (camu camu)	Fu vd. 2011, Akter vd. 2011
		Kaempferol		İncir, Cambuci	Vallejo vd. 2012, Goncalves vd. 2010
		Mirisetin		Gilaburu, Elma, Papaya	Çam 2005, Medoua ve Oldewage-Theron 2011, Rinaldo vd. 2010, Lako vd. 2007

Çizelge 2.2 Fenolik bileşiklerin diyet kaynakları (Haminiuk vd., 2012) devam

	Rutin		Kuru erik, yaban mersini, Kırmızı üzüm	Fu vd. 2011, Gavrilova vd. 2011
Flavononlar	Hesperetin		Greyfurt, Portakal	Zhang vd. 2011, Plaza vd. 2011
	Naringenin		Greyfurt, Portakal	Ribeiro ve Ribeiro 2008, Goulas ve Manganaris 2012, Zhang vd. 2011
Flavan-3-oller	Epikateşin		Avakado, Sarı Araça	Medina vd. 2011, Golukcu ve Ozdemir 2010
	Kateşin		Kırmızı üzüm, kiraz	Iacopini vd. 2008, Kelebek ve Seli 2011b
Flavonlar	Apigenin		Mango, Durian, Bilimbi meyvesi	Poovaradom vd. 2010, Mian ve Mohamed 2011
	Luteolin		Limon, Ananas, Karpuz, Portakal, Erik	Fu vd. 2011, Fuzfai ve Molnar-Perl 2007

Çizelge 2.2 Fenolik bileşiklerin diyet kaynakları (Haminiuk vd., 2012) devam

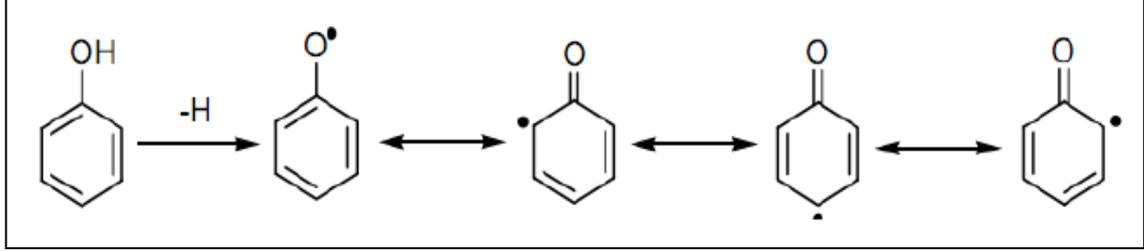
Antosiyaninler	Delfinidin		Greyfurt, Siyah frenk üzümü, Yaban mersini	Fu vd. 2011, Obon vd. 2011	
	Siyanidin		Ahududu, Nar, Barbados kirazı	Fanali vd. 2011, Mamede vd. 2009	
	Malvinidin		Yaban mersini, Kırmızı üzüm, Siyah mersin meyvesi	Wang vd. 2008, Messaoud ve Boussaid 2011, Lambert vd. 2011	
	Peonidin		Yaban mersini, Siyah frenk üzümü	Obon vd. 2011, Bakowska- Kolodziejczyk 2011	
	Pelargonidin		Çilek, Ahududu, Mangostan	Obon vd. 2011, Zerena Udaya Sankar 2012	
	Petunidin		Elma, Yaban mersini	Kahle vd. 2006, Fanali vd. 2011	
Stilbenler	-	Resveratrol		Kırmızı üzüm, Turna yemişi	Granato vd. 2011, Huang ve Mazza 2011

Yapılan çalışmalarda gilaburu (*Viburnum opulus* L.) meyvesinde baskın fenolik birleşiklerin klorogenik asit ve kafeik asit olduğu tespit edilmişken siyah frenk üzümünde (*Ribes rubrum*) p-kumarik asit, delfinidin ve peonidin; yaban mersininde (*Vaccinium myrtillus*) klorogenik asit, rutin, delfinidin, malvinidin, peonidin ve petunidin; turna yemişinde (Cranberry) (*Vaccinium macrocarpon*) resvaratrol; çilekte (*Fragaria*) valinik asit, şiringik asit ve pelargonidin; ahudududa (*Rubus idaeus*) siyanidin ve pelargonidin; üzümde (*Vitaceae*) ise şiringik asit, rutin, kateşin, malvinidin ve resvaratrol varlığı rapor edilmiştir (Çizelge 2.2).

#### **2.4 Fenolik Bileşiklerin Antioksidan Mekanizmaları**

Sentetik ve doğal olmak üzere iki temel antioksidan sınıfı bulunmaktadır. Sentetik antioksidanlar, fenolik yapılara çeşitli derecelerde alkil eklenmesi ile oluşan bileşiklerken doğal antioksidanlar tokoferoller, flavonoidler, fenolik asitler ya da karatenoidler gibi bileşiklerdir. Bütillenmiş hidroksianisol (BHA) ve bütillenmiş hidroksitolüen (BHT) gibi sentetik antioksidanlar antioksidan olarak kullanılmaktadır. Ancak sentetik antioksidanların güvenliğinin özenli yapılması gereken ve pahalı işlemlerle sağlanabilmesi nedeniyle (Pokorny 2007) sentetik olanların yerine doğal bitki materyallerinden elde edilmeleri için yapılan çalışmalar önem arz etmektedir. Fenolik bileşiklerin antioksidan aktiviteleri etki mekanizmalarına göre sınıflandırılabilir: (i) Birincil antioksidanlar serbest radikaller hücrelere saldırmadan önce elektron ya da hidrojen vererek serbest radikalleri stabilize edebilme veya detoksifiye edebilme yeteneğine sahiptir. (ii) Oksijen yakalayıcılar ve metal iyonlarının şelatları sinerjistik antioksidanlar olarak adlandırılırlar ve kataliz reaksiyonu sağlayabilirler. (iii) İkincil antioksidanlar lipid peroksitleri kararlı son ürünlere parçalayarak oksidasyondan korurlar (Romero vd. 2007). Fenolik bileşiğin serbest radikali yakalaması genellikle reaktif oksijen türleri (reactive oxygen species, ROS) radikallerinin azalması için fenolik bileşiğin hidrojen atomu verebilme yeteneği ile ilgilidir (Halliwell vd. 1995). Bu reaksiyonda fenolik bileşikler aromatik halkadaki çiftlenmemiş elektronun kararlı hale gelebilme için yer değiştirmesi sayesinde kararlı bir forma ulaşan okside fenolik

radikallere (Ariloksi radikali) ( $\text{ArO}\cdot$ ) dönüşürler (Pietta 2000, Aruoma 2002, Simsek 2010, Şekil 2.8).



Şekil 2.8 Fenol radikalindeki çiftlenmemiş elektronun delokalizasyonu (Gordon 1990, Simsek 2010)

Örneğin peroksil ve hidroksil radikalleri aşağıdaki reaksiyonda gösterildiği gibi fenolik bileşikler tarafından indirgenirler:



Eşitlik 2.1'de  $\text{ArOH}$  fenolik bileşiği ve  $\text{ArO}\cdot$  ariloksi radikalini temsil etmektedir (Simsek 2010).

## 2.5 Fenolik Bileşiklerin İnsan Sağlığı Üzerine Etkileri

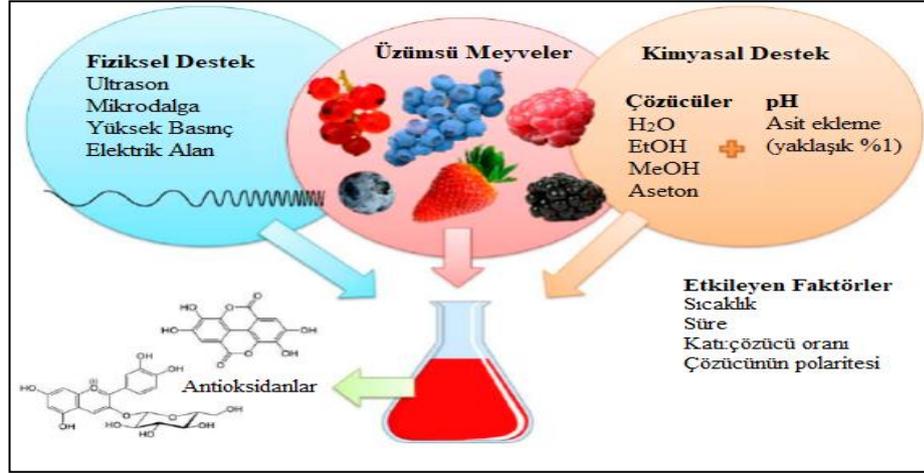
Meyvelerin fenolik bileşikler açısından daha zengin olmaları sebebiyle sebzelere nazaran daha fazla ilgi çektikleri bilinmektedir (Scalbert ve Williamson 2000, Rinaldo vd. 2010, Haminiuk vd. 2012). Araştırmacılar reaktif oksijen bileşiklerinden kaynaklı inflamatuvar oluşumu, kardiyovasküler hastalıklar ve kanser gibi hastalıkların azaltılmasının fenolik bileşik içerikleri yüksek olduğu için üzümü meyvelerin diyetle alınma miktarlarının artırılmasıyla yakından ilişkili olduğunu savunmaktadır (Gomes-Rochette vd. 2016, Olas 2018). Üzümü meyve türevleri ve bunların ürünleri (örneğin meyve suları) yüksek fenolik bileşik içerikleriyle süper gıdalar (superfoods) olarak tanınırlar. Bu meyvelerin içerdiği yüksek miktardaki fenolik bileşikler antikanser ve pıhtılaşmayı önleyici etkileri ve antioksidan özellikleri in vitro ve in vivo çalışmalarla kanıtlanmıştır (Valcheva-Kuzmanova vd. 2006, Erlund vd. 2008, Kulling ve Rawel

2008, Szajdek ve Borowska 2008, Chong vd. 2010, Chrubasik vd. 2010, Christaki 2012, Giampieri vd. 2012, 2015, McEwen 2014, Nile ve Park 2014, Del Bo vd. 2015, Skrovankova vd. 2015, Wightman ve Henberger 2015, Kristo vd. 2016, Olas 2016, 2017).

Biyolojik aktivitelere baėlı olarak fenolik bileşikler doėal ila olarak pek ok hastalıėın tedavisinde (dolaşıım, solunum, sindirim ve riner sistem hastalıkları) kullanılmaktadır. Kılcal damarlardaki hastalıkları tedavi edici etkileri nedeniyle pek ok farmakolojik rn retiminde kullanılmaktadırlar. İnsan metabolizmasındaki etkileri ile ilgili arařtırmalar yapılmakta olup bu alıřmalar geniřletilmeye devam edilmektedir (Szaljec ve Brokowska 2008, Ara 2002, Sihahidi ve Naczk 2004, Weisel vd. 2006, Lee vd. 2011, Khan vd. 2014).

## **2.6 Fenolik Bileşiklerin Ekstraksiyonu**

Kırmızı meyvelerden elde edilen ekstraktların karakteristikleri iki temel faktre baėlıdır: ekstraksiyon ncesi faktrler ve ekstraksiyon faktrleri. Birincisi meyvedeki antioksidan miktarını belirlerken ikincisi antioksidan molekllerinin bitki matriksinden ekstrakte edilebilme yeteneėini ynetir. Meyvenin eřidi, hasat zamanı ve coėrafik konum ekstraktların antioksidan miktarını etkileyen nemli parametrelerdir. Ekstraksiyonu tanımlayan  temel unsur bulunur: meyve, ekstraksiyon metodu (kimyasal veya fiziksel olabileceėi gibi her ikisinin karışıımı da olabilir) ve ekstraksiyonu etkileyen faktrler (sıcaklık ve sre gibi) (Hidalgo ve Almajo 2017, Őekil 2.9).



Şekil 2.9 Üzümsü meyvelerden antioksidanların ekstraksiyonu (Hidalgo ve Almajo 2017)

İklim, bitkinin güneşe maruz kalması, bitkinin sulanma miktarı ve olgunlaşma miktarı gibi faktörlerin kontrol edilmeleri meyveler toplanırken zordur. Bu nedenle araştırmacılar farklı meyvelerden farklı tekniklerle ekstraksiyon yapılarak optimizasyon çalışmalarına odaklanmışlardır.

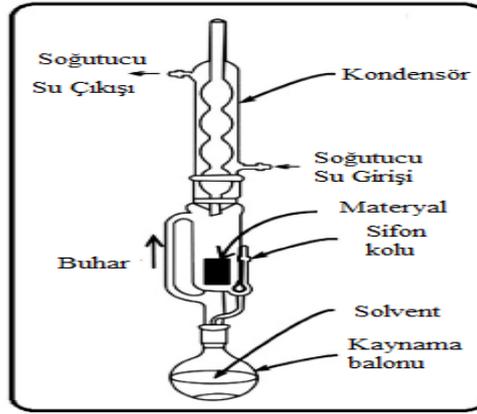
## 2.6.1 Konvansiyonel yöntemler

Bitki materyallerinden fenolik birleşikler pek çok değişik konvansiyonel metot ile ekstrakte edilebilirler. Bu tekniklerin pek çoğu ısıtma veya karıştırma gibi uygulamaların ve farklı solventlerin ekstraksiyonu sağlayıcı etkilerine dayanmaktadır. Bu konvansiyonel teknikler temelde ikiye ayrılmaktadırlar: Soxhlet ekstraksiyonu ve maserasyon (Azmir vd. 2013).

### 2.6.1.1 Soxhlet ekstraksiyon

En iyi bilinen Soxhlet ekstraktör tasarımı Alman bilim insanı Franz Ritter von Soxhlet tarafından 1879 yılında geliştirilmiştir (Şekil 2.10) (Jensen 2007). Bu teknik orjinalinde süttten yağ ekstrakte etmek için tasarlanmış olsa da günümüzde doğal kaynaklardan

biyoaktif bileşiklerin ekstrakte edilmesi için geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Ayrıca yenilikçi ekstraksiyon metotları denenirken bir karşılaştırma modeli olarak da yararlanılmaktadır. Genellikle küçük bir miktar kuru örnek hazneye yerleştirilir ve distilasyon kabına ekstrakte edilebilmesi için dereceli bir şekilde solventle doldurulur. Sıvı taşma seviyesine geldiği zaman sifon gerçekleşir. Bu sayede sifon işlemi solüsyonu tekrar distilasyon kabına boşaltır.



Şekil 2.10 Soxhlet ekstraktör (Shahid vd. 2016)

Bu solüsyon yığın sıvının içerisinde ekstrakte edilmesi hedeflenen materyalin de taşıyıcısı olmuş olur. Bu işlem ekstraksiyon tamamlanana kadar tekrarlanır. Soxhlet ekstraksiyonu daha sonra geliştirilen metotlara kıyasla daha çok miktarda hedef bileşeni kolay bir şekilde uygulanarak ekstrakte edebilmektedir ancak uzun zaman sürmesi ve yüksek miktarda solvent harcanması gibi dezavantajları da bulunmaktadır (Shahid vd. 2016, de Castro ve Priego-Capote 2010).

### 2.6.1.2 Maserasyon

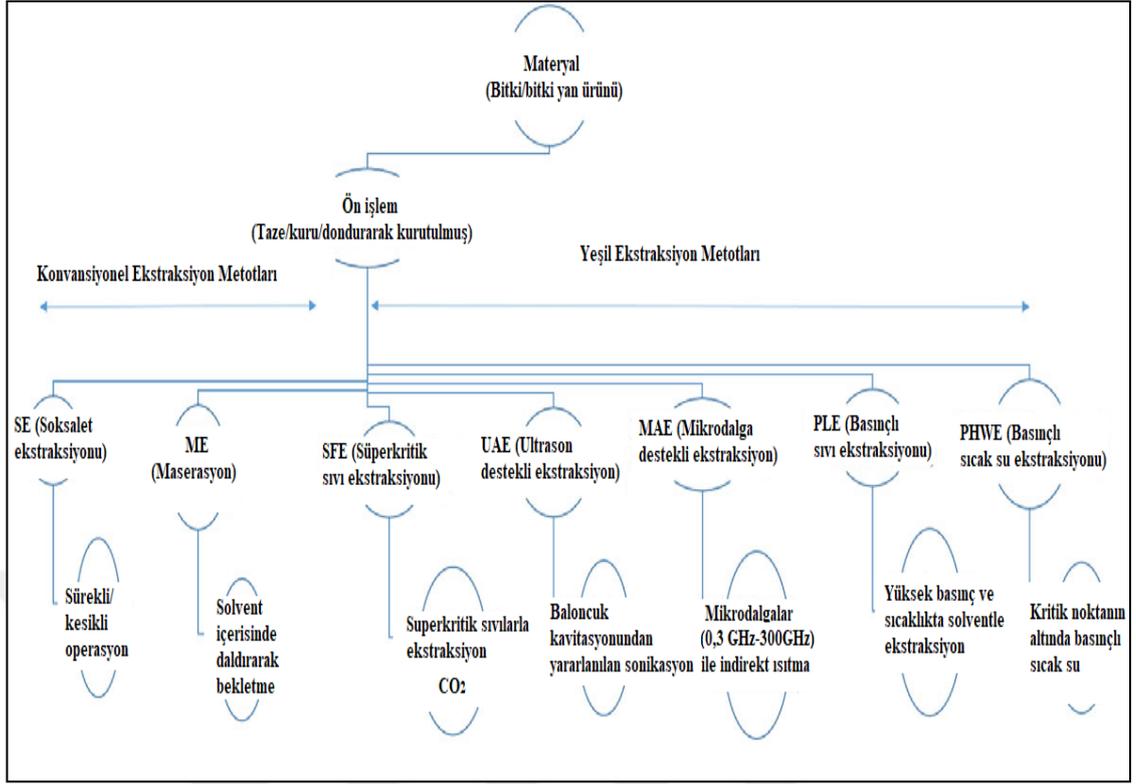
Fenolik bileşiklerin bitki dokularından ekstrakte edilmesi için klasik yaklaşım bitkinin (işlenmiş ya da işlenmemiş halde) solvent içerisine daldırılmasıdır. Bu ekstraksiyon çeşidi maserasyon olarak adlandırılmaktadır. Biyoaktif bileşiklerin elde edilmesinde ucuz ve popüler bir metot olarak kullanılmaktadır. Küçük çaplı ekstraksiyonlarda

maserasyon genellikle üç basamak içermektedir. İlk önce solventle en ideal karışımın sağlanabilmesi için yüzey alanını arttırmak amacıyla bitki matriksi küçük parçalara öğütülür. İkinci olarak uygun solvent kapalı bir tanka aktarılır. Üçüncü olarak hedeflenen komponent süzülerek sıvı ile beraber ayrılır ama katı kısmı oluşturan posanın içerisinde büyük bir miktarda solvent ve hedef bileşen tutuklu kalır. Elde edilen süzüntü filitasyon ile safsızlıklardan ayrıştırılabilir (Azmir vd. 2013).

Literatürde maserasyon verimini etkileyen pek çok değişken sıralanmıştır. Bunlar ekstraksiyon süresi, solvent tipi, sıcaklık, partikül boyutu, solvent/katı oranı olarak sayılabilir (Castaneda-Ovando vd. 2009, Vrhovsek vd. 2012). Partikül boyutu ne kadar küçük ise solventin partiküle nüfuz etmesi ve istenen komponentleri ekstrakte etmesi o kadar kolaylaşır (Dutta 2007). Doku ve solventin temas süresi arttıkça ekstraksiyon işlemi dengeye ulaşana kadar katı partikülden sıvıya doğru gerçekleşen difuzyon artar (Dutta 2007). Dengeye ulaşma zamanı kavramı pek çok faktöre bağlıdır (sıcaklık, solvent, vb. gibi). Bu nedenle ekstraksiyon süresi her ekstraksiyonda diğer faktörlere karar verildikten sonra tanımlanabilir (Cacace ve Mazza, 2002, 2003a, b). Solvent:katı oranı belirlenirken en önemli etken bileşenlerin çözünürlüğüdür (Rostagno ve Prado 2013).

### **2.6.2 Yenilikçi (Novel) yöntemler**

Bitki materyallerinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonunda klasik olarak kullanılan tekniklere alternatif olarak yenilikçi (novel) teknolojiler üzerinde çalışılmaya başlanmıştır. Bunlar konvansiyonel tekniklere göre bazı üstünlüklere sahiptirler. Son yıllarda ultrason destekli ekstraksiyon ve mikrodalga destekli ekstraksiyon gibi yenilikçi ekstraksiyon teknikleri enerji tasarrufu ve çevre dostu özellikleriyle yüksek kalitede ekstraktları daha etkili bir şekilde üretebilmektedirler (Wang ve Weller 2006). Şekil 2.11'da bazı yenilikçi, yeşil ekstraksiyon metotları özetlenmiştir.

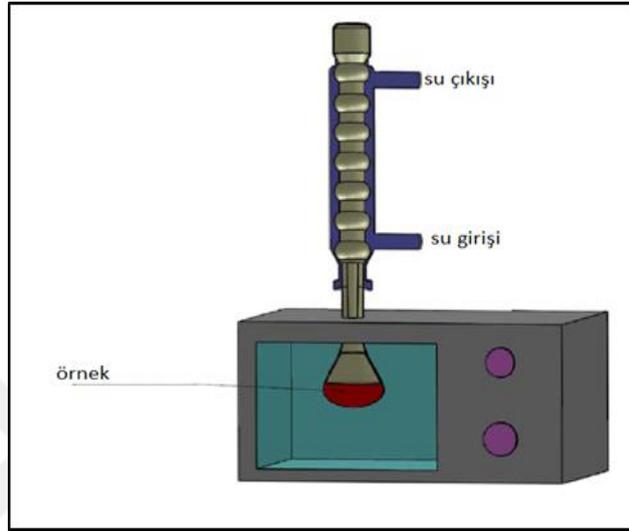


Şekil 2.11 Yenilikçi (Novel) ekstraksiyon metotları (Ameer vd. 2017)

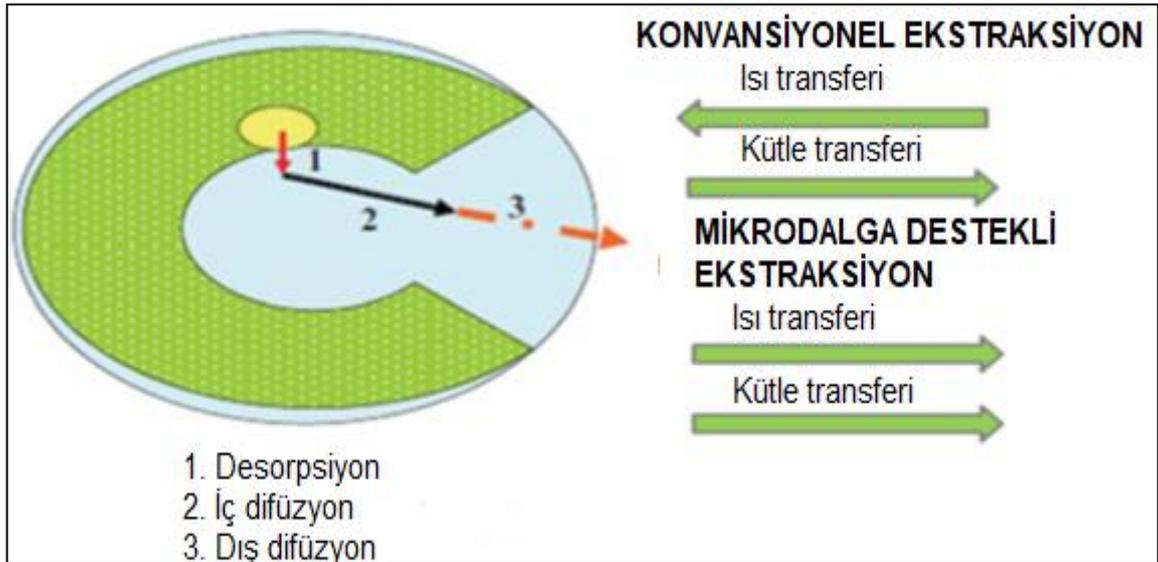
### 2.6.2.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon

Mikrodalgalar frekansları 300 MHz ile 300 GHz arasında değişen iyonize edici olmayan elektromanyetik radyasyondur. İlk mikrodalga destekli ekstraktörün geliştirilmesi 1986 yılında rapor edilmiştir (Kaufmann ve Christen 2002, Ganzler vd. 1986, Şekil 2.12). Mikrodalga destekli ekstraktör dipol rotasyon ve iyonik kondüksiyon diye tanımlanan iki mekanizma ile ısı enerjisi çözeltiye verir. Radyasyon frekansı moleküllerin rotasyonel hareketine neden olarak, materyal içinde yoğunlaşır, enerji absorpsiyonu hızlı bir şekilde ısıtma ortamı ve moleküller arasında homojen ısıtma yaratır (Kubrakova ve Toropchenova 2008). Mikrodalga destekli ekstraksiyon hidrojen bağlarına zarar vererek ve çözülmüş iyonlarının göçüne neden olarak matrikse solventin penetrasyonunu artırır ve bu sayede hedef bileşenin ekstraksiyonuna yardımcı eder.

Matriksin içerisinde belirgin basınç oluşturarak biyolojik matriksin içerisinde gözenekli bir yapı oluşturur ve bu durum solventin matrikse daha iyi penetre olabilmesine yardım eder (Şekil 2.13, Kubrakova ve Toropchenova 2008).



Şekil 2.12 Mikrodalga destekli ekstraktör (Durmaz 2012)



Şekil 2.13 Konvansiyonel ve mikrodalga destekli ekstraksiyonda temel ısı ve kütle transferi mekanizması (Périno-Issartier vd. 2011, Aguilera 2003)

Mikrodalga destekli ekstraksiyonunun temel prensibi konvansiyonel metoda göre farklıdır. Çünkü ekstraksiyon, elektromanyetik dalganın neden olduğu hücre yapısı değişimi sonucunda meydana gelir.

Mikrodalga destekli ekstraksiyonu ile elde edilen yüksek verim ve işlem hızı iki tip iletim olgusunun sinerjistik kombinasyonu sonucu oluşur. Mikrodalga destekli ekstraksiyonda ısı ve kütle gradientleri aynı yönde çalışır (Chemat vd. 2009). Konvansiyonel ekstraksiyonda kütle transferi içeriden dışarıya doğru iken ısı transferi dışarıdan substratın içine doğru gerçekleşmektedir (Şekil 2.13). Ayrıca, konvansiyonel ekstraksiyonda enerjinin ısıtılan alandan örneğin içine doğru transfer olmasına karşın mikrodalga destekli ekstraksiyonda, hacimsel olarak, radyasyona maruz kalmış bölgenin içinde oluşur. Ekstraksiyon işlemi süresince elde edilen ekstrakt miktarı zamana bağlı lineer bir fonksiyon değildir.

Mikrodalgalar, maddelerin içerisine nüfuz ederek ve polar komponentlerle interaksiyona girerek ısı oluştururlar. Çözünmüş iyonların iletimsel göçünden ve polar çözeltilerin dipolar rotasyonu sonucu oluşan moleküler sürtünmeden kaynaklanan mikrodalga enerjisi, gıda materyalinin içerisine nüfuz eder ve hacimsel olarak yayılan bir ısı kaynağı oluşturur. Bu mekanizmalar ürünün etrafında alternatif elektrik alanı yaratır (Alton 1998). Bu sayede seçilen ve hedeflenen materyaller dielektrik sabitlerine bağlı olarak ısıtılabilirler.

Gıda matriksinin mikrodalga radyasyonunu absorbe edebilme ve ısı üretebilme yeteneği dielektrik kayıp faktörüne bağlıdır. Absorbe edilen enerji, yayılma faktörü (dissipation factor (d) ) eşitliğinden türetilir

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (2.2)$$

Eşitlikte  $\epsilon''$  dielektrik kayıp faktörüdür ve mikrodalga radyasyonun ısıya dönüşebilme verimini gösterir;  $\epsilon'$  ise dielektrik sabitidir ve elektrik alan tarafından polarize edilen ışınlanmış molekülün iletim kapasitesidir.

Elektrik enerjisinin ısısal enerjiye dönüşümü aşağıdaki eşitlikle gösterilmektedir:

$$P = Kf\varepsilon'E^2 \tan \delta \quad (2.3)$$

Eşitlik 2.3'te  $\tan \delta$  dielektrik kayıp tanjantını, E elektrik alan şiddetini,  $\varepsilon'$  dielektrik sabitini, f frekansı, K sabit ve P birim hacime düşen mikrodalga gücünü temsil etmektedir. Mikrodalga enerjisi sonucu oluşan ısı hücre matriksinin içerisindeki az miktardaki suya etki ettiği zaman evaporasyon sonucu oluşan buharlaşmanın etkisiyle bitki materyalinin yapısında bulunan biyoaktif bileşiklerin eldesini kolaylaştıran hücre duvarının parçalanmasına sebep olan iç basınç oluşur (Chan vd. 2011, Ekezie vd. 2017).

Mikrodalga destekli ekstraksiyon için hangi solventin daha uygun olduğu Çizelge 2.3'de gösterilen özelliklere göre belirlenmektedir. Solventin ekstraksiyon gücünün yüksek olması ve matriks ve analit ile interaksiyonunun güçlü olması gerekmektedir. Dipol moment nedeniyle polar moleküller ve iyonik çözeltiler (tipik olarak asitler) mikrodalga enerjisini yüksek oranda absorbe edebilirler. Daha büyük dipol momente sahip olan solvent, mikrodalga ısıması altında daha hızlı ısınacaktır. Örneğin hekzan gibi nonpolar bir solvent (dipol moment<0,1) ısınmayacak, oysa 2,69 dipol momente sahip aseton birkaç saniye içinde ısınacaktır (Song vd. 2011).

Çizelge 2.3 Mikrodalga destekli ekstraksiyonda kullanılan solventlerin fiziksel özellikleri ve kayıp faktörleri (Jassie vd. 1997, Zlotorzynski 1995)

Çözelti	Dielektrik sabiti, <sup>a</sup> $\epsilon'$	Yayımla faktörü $\tan \delta (10^{-4})$	Kaynama noktası, <sup>b</sup> (°C)	Viskozite, <sup>c</sup> (cP)
Aseton	20,7	5 555	56	0,30
Asetonitril	37,5		82	
Etanol	24,3	2 500	78	0,69
Hekzan	1,89		69	0,30
Metanol	32,6	6 400	65	0,54
2-Propanol	19,9	6 700	82	0,30
Su	78,3	1 570	100	0,89
Etil asetat	6,02	5 316	77	0,43
Hekzan-etanol (1:1)			52	

<sup>a</sup> 20 °C'de, <sup>b</sup> 101,4 kPa'da ve <sup>c</sup> 25 °C'de belirlenmiştir.

Eğer ekstraksiyonda hekzan ve toluen gibi nonpolar solventler gerekliyse, solventleri su, metanol veya aseton gibi yüksek bir dipol momente sahip polar solventlerle karıştırmak önerilir. Seçilen solvent çok kuvvetli ısınmaya neden olursa, bileşiklerin degradasyonundan kaçınılamaz. Bu yüzden yaygın uygulama, yalnızca biri mikrodalga ışımayı absorplayan ikili karışımların (örneğin hekzan-aseton, 1:1) kullanımınıdır (Abu-Samra vd. 1975). Solventin mikrodalga absorbe edebilme gücü dielektrik sabitinin artmasıyla artmaktadır. Son yıllarda fenolik bileşiklere yönelik mikrodalga destekli ekstraksiyon çalışmaları yoğunlaşmıştır (Çizelge 2.4).

Çizelge 2.4 Mikrodalga destekli ekstraksiyon ile yapılan güncel çalışmalar

Kullanılan Materyal	Ekstraksiyon koşulları	Toplam Fenolik Madde (TFM)/ Toplam Manomerik Antosiyanin Miktarı (TMAM)	Kaynak
Siyah frenk üzümü	700 W, 10 dakika		Pap vd. 2013
Yaban mersini	7 dakika, 47 °C, etanol %55,5, 1:34 (g/mL)		Zheng vd. 2013
Üzüm			Li vd. 2012
Dut	%59,6 asitlendirilmiş metanol, 425 W, 25 sıvı:kati oranı, 132 s	TMAM: 54,72 mg siyanidin 3 glikozit (C <sub>3</sub> G)/ g toz	Zou vd. 2012
Nar	90 s, pH 3,5, örnek miktarı: 1,48 g		Shinha vd. 2012
Kırmızı ahududu	4:1 (ml/g), 12 dk, 366 W	TMAM: 43,42 mg C <sub>3</sub> G/100 g yaş meyve	Sun vd. 2007
Vişne	400 W, 60 °C, 6-9 dk	TFM: 1,31 mg/g	Garofulic vd. 2013
Kırmızı ahududu	140–180 W, 4–5 dakika, %20–30 etanol	TMAM: 17,93 mg C <sub>3</sub> G/100 g kuru madde TFM:38,57 mg GAE/g kuru madde	Teng vd. 2013

Çizelge 2.4 Mikrodalga destekli ekstraksiyon ile yapılan güncel çalışmalar devam

Yalancı iğde ( <i>Hippophae rhamnoides</i> )	Solventsiz, 2,45 GHz, 1 W/g, 400 W, 15 dakika	TFM: 1147 mg gallik asit eşdeğeri (GAE)/g kuru madde	Périno-Issartier vd. 2011
Kurt üzümü ( <i>Lycium barbarum</i> )	MeOH (%25–%50), 1:20, 0,38 W/g, 100 °C, 10 dakika	TFM: 9,2 mg GAE/g kuru madde	Mendes vd. 2016
Yalancı iğde ( <i>Hippophae rhamnoides</i> )	Solventsiz, 5 çevrim 1000W (5 s), Çevrimler arası soğutma 20–25 °C		Michel vd. 2011
Kapari	400 W, 1:30, 5 dakika, etanol:su	TFM:52,4 mg GAE/g kuru madde	Durmaz vd. 2015
Isırgan	10 dakika, 1:30	TFM: 24,64 mg GAE/g kuru madde	İnce vd. 2014
Melisa	5 dakika, 1:30	TFM: 145,8 mg GAE/g kuru madde	İnce vd. 2013
Vişne posası	700 W etanol: su, 20 mL solvent/g katı	TFM: 14,14 mg GAE/g kuru madde	Simsek vd. 2012
<i>Myrtus communis</i> L. yaprakları	Etanol %42, 500 W, 62 s, 32 mL/g	TFM: 162,49 mg GAE/g kuru madde	Dahmoune vd. 2015
Yaban mersini ( <i>Prunus laurocerasus</i> )	Metanol, 598 W, 28,6 dakika, 0,11 g/cm <sup>3</sup>	TFM: 162 GAE/g kuru madde	Karabegovic vd. 2013

Çizelge 2.4 Mikrodalga destekli ekstraksiyon ile yapılan güncel çalışmalar devam

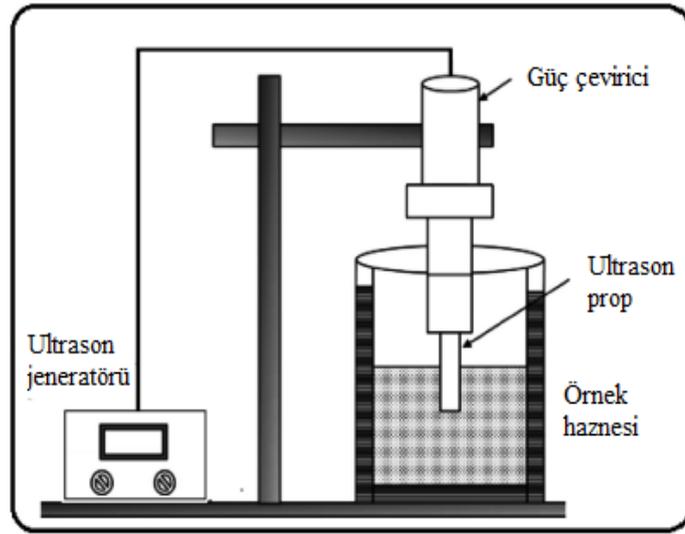
Yerfıstığı kabuğu	%75 etanol, 540 W, 2 dk, 1,25 g/ml	TFM: 183,25 GAE/g kuru madde	Wu vd. 2010
<i>Ipomoea batatas</i> yaprakları	302 W, 123 s, 1:34 g/ml	TFM: 61,15 GAE/g kuru madde	Song vd. 2011
Üzüm çekirdeği	%90 metanol, 30 W, 200 s, 1:15 g/ml	TFM: 429 GAE/g kuru madde	Hong vd. 2001
Elma posası	%62,1 etanol, 650,4 W, 53,7 s, 1:22,9 g:ml	TFM: 0,627 GAE/g kuru madde	Bai vd. 2010
<i>Geranium sibiricum</i>	İyonize olmamış su, 500 W, 33°C, 9 dk, 1:40 g/ml		Yang vd. 2010
Çilek	265 W, 2 dk, 24:1 ml/g	TFM: 19,65 GAE/g kuru madde	Elik 2016
Yaban mersini	287 W, 13 dk, 40:1 ml/g	TFM: 30,75 GAE/g kuru madde	Elik 2016
Afrika bamyası (Kerkede) <i>Hibiscus sabdariffa</i>	164 °C, 12,5 dk, %45 etanol		Pimentel-Moral vd. 2018

### 2.6.2.2 Ultrason destekli ekstraksiyon

Ultrason destekli ekstraksiyon, bitkilerden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonunda en çok kullanılan modern teknolojilerden birisidir. Ultrason dalgaları insan kulağının duyma kapasitesinin üzerindeki yüksek frekanslı dalgalardır (> 20kHz) ve katı, gaz ve sıvı ortamdan geçebilirler. Ultrason frekans aralığına göre güçlü ultrason (20-100 KHz) ve analitik ultrason (1-10 MHz) olarak sınıflandırılmaktadır. Bu dalgalar sıvı ortamda dispersiyon, gaz giderme, difüzyon ve yoğun karıştırma gibi mekanik etkilerinin yanı sıra kavitasyon üretici olarak bilinmektedir. Kavitasyon baloncuklarının patlaması

hücrelerde mekanik stres sonucunda hücrelerin parçalanmasına ve bu sayede solventin matriksin içerisine daha yoğun nüfuz edebilmesine neden olmaktadır ve böylece hedef komponentlerin solvent içerisinde çözünürlükleri ve sonuç olarak da ekstraksiyon verimi artmaktadır (Shahid vd. 2013, Islam vd. 2013).

Mikrojetler tarafından oluşan sıkışma, yüzey peelingine, erozyona ve partikül parçalanması ile biyolojik matriksten biyoaktif bileşiklerin serbest kalmasının kolaylaşmasına neden olur. Bu etki, girdap ve iç difüzyon mekanizmaları ile kütle transferinin hızlanması nedeni ile verimliliği artırır (Vilkhu vd. 2011). Ultrason banyo sistemi ve ultrason prop sistemi olmak üzere ekstraksiyon amacıyla kullanılan temel iki tip sistem bulunmaktadır (Şekil 2.14). Yapılan son çalışmalardan bazıları Çizelge 2.5'te gösterilmiştir.



Şekil 2.14 Proplu ultrason ekstraktörü (Shahid vd. 2016)

Çizelge 2.5 Ultrason destekli ekstraksiyon ile gerçekleştirilen güncel çalışmalar

Kullanılan Materyal	Ekstraksiyon koşulları	Toplam Fenolik Madde (TFM)/ Toplam Manomerik Antosiyanin Miktarı (TMAM)	Kaynak
Portakal kabuğu ( <i>Citrus sinensis</i> L.)	40 °C, 150 W, Etanol:su 4:1	TFM: 275,8 mg GAE/100 g madde	Khan vd. 2010
Sparganii rhizome	Etanol %75,3, 40 dk, 19,21 (ml:g)	TFM: 888,12 µg GAE/ g madde	Wang vd. 2013
Elma posası	Etanol %50 <15% (g/ml)		Virot vd. 2010
Mercanköşk ( <i>Origanum majorana</i> L.)	61,0 µm, 35 °C, 15 dakika	TFM: 9,51 mg GAE/ 100 g kuru madde	Hossain vd. 2012
Akdeniz defnesi ( <i>Laurus nobilis</i> L.)	1:12 g:ml, etanol (%35), 40 dakika	TFM: 17,32 mg GAE/g bitki	Muniz-Marquez vd. 2013
Aronya ( <i>Aronia melanocarpa</i> )	Etanol (%50), 1:20, 30,8 kHz, 100W, 40 °C, 15 dakika	TFM: 1000 mg GAE/L ekstrakt (1:10) 600 mg GAE/L ekstrakt (1:20)	d'Alessandro vd. 2012
Karayemiş posası ( <i>Vaccinium ashei</i> )	61,03 °C, 21,70 mL/g, 23,67 dakika	TFM: 16,41 mg GAE/g örnek	He vd. 2016

Çizelge 2.5 Ultrason destekli ekstraksiyon ile gerçekleştirilen güncel çalışmalar devam

Karadut ( <i>Morus nigra</i> )	%61 metanol pH 7, 64 °C, ultrason amplitude 70%, devir 0,7 s 11:1,5 ml:g	TFM: 1301,67 µg GAE/ g	Espada-Bellido vd. 2017
Mandalina ( <i>Citrus reticulata</i> <i>Blanco cv.</i> <i>Sainampueng</i> ) kabuğu	48 °C, 56,71 W, 40 dakika		Nipornam vd. 2018
Bal yemişi ( <i>Lonicera caerulea</i> L)	25:1 (mL/g), %80 etanol: %0,5 formik asit, 40 kHz, 100 W, 35 °C, 20 dakika	TMAM: 22,73 mg C <sub>3</sub> G/g kuru madde TFM: 107,93-527 mg GAE/100 g	Celli vd. 2015
Çilek ( <i>Fragaria spp.</i> )	Metanol (%0,20 HCl ilaveli), 1:2, 20 °C, 10 dakika	TMAM: 63,25 C <sub>3</sub> G µg/g	Canuto vd. 2016
Böğürtlen ( <i>Rubus fruticosus</i> )	Etanol (%64, 0,20 HCl ilaveli), 2:5, 35 kHz, 60 W, 40 °C, 15 dakika	TFM: 2658 g GAE/100 g kuru madde	Ivanoviç vd. 2014

Çizelge 2.5 Ultrason destekli ekstraksiyon ile gerçekleştirilen güncel çalışmalar devam

Jabuticaba ( <i>Myriciaria cauliflora</i> )	Etanol (%46), 1:20, 25 kHz, 150 W, 30 °C, 60 dakika	TFM: 92,8 mg GAE/g kuru madde	Rodrigues vd. 2015
Ahududu ( <i>Rubus idaeus</i> )	150 ml meyve püresi solventsiz, 20 kHz, 400 W, 35 °C, 10 dk	TFM:1529 mg GAE/L	Golmohamadi vd. 2013
Amerika ahududu ( <i>Rubus strigosus</i> ), Yüksek boylu maviyemiş ( <i>Vaccinium corymbosum</i> )	Su 1:1, 24 kHz, 400 W, 25 °C, 20 dakika	TFM: 460 µgGAE/L	Medina-Meza vd. 2016
Böğürtlen ( <i>Rubus fruticosus</i> ), Karadut ( <i>Morus nigra</i> ), Yaban mersini ( <i>V. myrtillus</i> ), Çakal eriği ( <i>Prunus spinosa</i> )	Metanol %0,1 HCl ilaveli, 1:4, 59 kHz, 25 °C, 60 dakika	TMAM: 457,6 mg C <sub>3</sub> G/L meyve ekstraktı	Stefanut vd. 2011
Adi alıç ( <i>Crataegus monogyna</i> )	Etanol (45%), 1:10, 30 min	TFM: 0,032 mg GAE/mL	Shortle vd. 2014

Çizelge 2.5 Ultrason destekli ekstraksiyon ile gerçekleştirilen güncel çalışmalar devam

Siyah frenk üzümü ( <i>Ribes nigrum</i> )	Etanol (70%), 1:10, 100 kHz, 23–25 °C, 30 dakika	TFM: 3136,6 mg GAE/100 g kuru madde	Stoika vd. 2013
Kore siyah böğürtleni ( <i>Rubus coreanus</i> )	Etanol, 40 kHz, 250 W, 54 °C, 37 dk		Then vd.2016
Böğürtlen ( <i>Rubus spp.</i> ), Yaban mersini ( <i>Vaccinium spp.</i> ), Çilek ( <i>Fragaria x ananassa</i> ), Aronya ( <i>Aronia melanocarpa</i> )	Etanol:Su:HCl (70:29:1), 1:10, 30 °C, 2 saat	TFM: 800 mg GAE/g kuru madde	Wang vd. 2016
Yalancı iğde ( <i>Hippophae rhamnoides</i> )	Etanol, 1:1, 60 dakika, 30 °C	TFM: 3,8 mg GAE/ g posa	Sharma vd. 2008
Isırgan	30 dakika, %80 güç, 1:30	TFM: 23,86 mg GAE/ g kuru madde	İnce vd. 2014
Melisa	% 50 güç, 1:30, 5 dakika	TFM: 105,5 mg GAE/ g kuru madde	İnce vd. 2013

## 2.7 Enkapsülasyon Teknolojisi

Enkapsülasyon teknolojisi meyvelerden, sebzelerden ya da atık ürünlerden ekstrakte edilen yüksek katma değerli ürünlerin (antioksidan biyoaktif bileşenler, vitaminler, lezzet, aroma maddeleri, enzimler, mikrobiyal hücreler gibi) stabilitesini sağlamak ve salınımını kontrol etmek için geliştirilmiştir. Doğal ekstraktların biyoaktivitesinin artırılması veya korunması için genellikle kullanılmaktadır (Nikmaram vd. 2017). Son yıllarda enkapsülasyon gıda, farmakoloji, beslenme ve kozmetik sanayinde gıda ve gıda ingredientleri gibi fonksiyonel ürünlerin tasarlanmasında geniş kullanım alanı olması sayesinde önemli bir ilgi görmektedir (Vinkovic vd. 2017, Gouin 2004).

Enkapsüller partikül büyüklüklerine göre nanopartikül, mikroenkapsül gibi isimlendirilirler (Zuidam ve Shimoni 2010). Mikroenkapsüller mikronun altından milimetreye kadar değişen büyüklüklerde küçük partiküllerdir (Dziezak 1998). Katıları, sıvıları ya da gaz materyalleri spesifik koşullarda içeriklerini kontrollü oranlarda bırakacak şekilde çevrelerler. Minyatür kaplama teknolojisi olarak tanımlanan mikroenkapsülasyon yaklaşık 60 yıl önce geliştirilmiştir (Fang ve Bahandari 2010, Desai ve Park 2005). Kaplanan madde, çekirdek madde, etken madde iç faz ya da yük adı da verilen paketlenen materyal saf bir madde ya da bir karışım olabilir. Öte yandan paketleme materyaline kaplama materyali, duvar materyali, kapsül, membran, taşıyıcı ya da kabuk adı verilir ve bu madde şeker, gam, protein, doğal ya da modifiye polisakkarit, yağ veya sinerjistik polimerden yapılmış olabilir (Gibbs vd. 1999, Mozafari, 2006).

Enkapsülasyon işleminin temel amacı hedef materyali ışık, nem ve oksijen gibi çevresel etmenlerin istenmeyen kötü etkilerine karşı korumak, bu sayede ürünün raf ömrünü arttırmak ve kaplamanın kontrollü bir şekilde oluşumunu sağlamaktır (Shahidi ve Han 1993). Gıda endüstrisinde mikroenkapsülasyon işlemi Desai ve Park (2005)'te bahsedilen pek çok değişik nedenle uygulanır:

(i) dış ortam nedeniyle çekirdek materyalin reaktivitesinin azalmasından kaynaklanan degradasyondan korunması;

- (ii) dış ortama doğru çekirdek materyalin kütle tranferi ya da buharlaşması sonucu azalmasından korunması;
- (iii) daha kolay işlenmeye izin verebilmek için orijinal materyalin fiziksel özelliklerinin modifikasyonu;
- (iv) belli bir zamanda ya da zamanla yavaş bir şekilde çekirdek materyalin salınımının ayarlanması;
- (v) çekirdek materyalin istenmeyen tat ya da kokusunun maskelenmesi;
- (vi) kaplama materyali içerisinde homojen dağılım sağlanmış çekirdek materyalin seyreltilebilmesi;
- (vii) karışımdaki bir maddenin diğer madde ile reaksiyona girmesinin istenmemesi halinde maddelerin birbirinden ayrılmasının sağlanması

Gıda ingredientlerinden asitlik vericiler, lezzet vericiler, tatlandırıcılar, reklendiriciler, yağlar, vitaminler ve mineraller, enzimler ve mikroorganizmalar farklı teknolojiler kullanılarak enkapsüle edilirler (Desai ve Park 2005).

Enkapsülasyon için pek çok teknik kullanılmaktadır. Genellikle biyoaktif maddenin enkapsüle edilmesinde üç aşama bulunur: (i) enkapsüle edilecek materyalin çevresinde çeper oluşturulur; (ii) istenmeyen bir sızıntının oluşmadığından emin olunur; (iii) istenmeyen maddelerin dışarda tutulduğundan emin olunur (Gibbs vd. 1999, Mozafari vd. 2008). Enkapsülasyon metotları püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutma, püskürtmeli soğutma, ekstrüzyon, akışkan yatak kaplama, koaservasyon, lipozom tutuklama, kompleks oluşturma, santrifügal süspansiyon ayırma, kokristalizasyon gibi tekniklerdir (Augustin ve Hemar 2009, Desai ve Park 2005, Gibbs vd. 1999). Emülsiyon teknolojisi biyoaktif bileşiklerin sulu çözeltilerinin enkapsülasyonunda genellikle uygulanan bir tekniktir. Bu teknolojiye emülsiyon direk sıvı halde kullanılabilirdiği gibi emülsifikasyon sonrasında kurutularak da toz hale getirilebilir. Bu nedenle enkapsülasyon işleminin bir parçasıdır (Friberg vd. 2004, McClements 2005).

### **2.7.1 Emülsiyon hazırlama**

Emülsiyon tanımı 1930'lardan beri değişerek geliştirilmektedir. Bir emülsiyon genellikle çapları 0,1 µmyi geçmeyen, sıvı içerisinde dağılmış damla formları içeren, karışmayan, sıvı bir heterojen sistemdir. Bu gibi sistemler minimal kararlılığa sahiptir (Becher 1957). Sharma ve Shah (1985) mikro ve makro emülsiyonları boyut ve kararlılıklarına göre tanımlamışlardır. Makroemülsiyonlar partikül boyutları 0.1 µmden büyük olan damlacıkların bir sıvı içerisinde karışmadan dağıldığı sıvı karışımlardır. Bu gibi sistemler bulanık, süt renginde ve termodinamik olarak kararsızdır. Mikroemülsiyonlar ise iki karışmaz sıvının termodinamik olarak kararlı ve berrak olduğu karışımlar olarak tanımlanmaktadır. Dağılan küçük damlacıkların aralığı 100–1000 Å olarak değişmektedir (Adheeb Usaid vd. 2014) .

Emülsiyonlar genellikle düşük enerjili emülsiyon oluşturma ve yüksek enerjili/basınçlı emülsiyon oluşturma olarak adlandırılan iki tip teknikle elde edilirler. Faz çevirme sıcaklığı (phase inversion temperature (PIT)) ya da faz çevirme kompozisyonu (phase inversion composition) düşük enerjili emülsiyon metotlarıdır. Yüksek enerjili emülsiyon metotları ise ultrasonikasyon ve mikrofluidizasyondur (Jafari vd. 2007, Çilek 2011).

Biz bu çalışmada yüksek enerjili emülsiyon metotlarından birini kullandığımız için, ultrasonikasyon ve mikrofluidizasyon detaylı olarak açıklanmıştır.

#### **2.7.1.1 Ultrasonikasyon**

Emülsiyon yapmak için farklı tipte ultrason cihazları kullanılmaktadır. Ultrasonikasyondan sorumlu başlıca kavram akustik kavitasyondur. Türbulans mikro boyutta baloncukların oluşumları nedeniyle oluşur ve bu baloncukların basınç değişimleri sonucu patlaması yüksek seviyelerde türbulans oluşturur. Türbulans da daha küçük partiküllerin oluşmasına neden olmaktadır (Li ve Fogler 1978). Ultrasonikasyon zamanının arttırılması enerji birikiminin artması sonucu oluşan daha küçük emülsiyon damlacıklarına sebep olmaktadır (Jafari vd. 2007).

Ultrasonikasyon emülsiyon damlacıklarının boyutu ve yapısı üzerinde önemli derecede etkili olan ucuz tekniklerden biridir. Ultrasonik emülsiyon oluşturma uygulamasında yüksek enerji viskozitenin düşmesini ve mikron altı daha küçük boyutlu partiküller oluşmasını sağlamaktadır. Ancak sonikasyon parametrelerinin değişimi oluşan damlacıkların boyut ve kararlılığında da değişimlere neden olmaktadır (Kaltza vd. 2013). Ultrasonik olarak oluşturulan yağ su emülsiyonlarında stabilite emülsiyon süresi, taşıyıcı madde, ultrason gücü, sürfaktan ve iç faz konsantrasyonu, karıştıma hızı ve seyrelticiler gibi parametrelere bağlı olarak değişiklik göstermektedir (Majid vd. 2015, Djenouhat vd. 2008).

### **2.7.1.2 Mikrofludizasyon**

Mikroakışkanlaştırıcı, bir sıvı girişi, pompa ve bir etkileşim odasından oluşur. Sıvıların karışımı cihaza etkileşim odasındaki kanallardan birbirleriyle etkileşime girerek geçecek şekilde sıvı girişi ve sıvı akışı yoluyla beslenir. Kanallar boyunca akışkan akış hızı, pompa sayesinde partiküllerin birbirleriyle çarpışmalarını sağlamak için yüksek seviyelere çıkarılır (McClements 2005). Mikrofludizasyonun homojenleştirme prensibi, enerji bariyerinin mikrokanallarda üretilen momentum ve türbülans tarafından aşılmasına dayanır (Rahman 2007). Yüksek hız oranları, birleşmek üzere olan sıvıların ayrılmalarını engeller ve daha küçük boyutlu damlacıklar oluşturur. Mikroakışkanlaştırma hem bir emülsiyonun damlacık boyutunun küçültülmesi hem de bir emülsiyonun üretimi için sıvıların iki kanaldan beslenmesi için kullanılabilir (McClements 2005).

### **2.7.2 Kaplama Materyalleri**

Kaplama materyali, çekirdek materyale bağlanabilen bir film oluşturma yeteneğine ve güç, esneklik, sızdırmazlık, optik özellikler ve kararlılık gibi istenilen kaplama materyali özelliklerine sahip olmalıdır (Bansode vd. 2010). Polisakkaritler (nişastalar, maltodekstrin, gam arabik ve mısır şurupları), yağlar (mono ve digliseritler) ve

proteinler (kasein, st serumu ve jelatin) gibi enkapslasyonda kullanılan farklı kaplama maddeleri mevcuttur (Gibbs vd. 1999).

### **2.7.2.1 Maltodektrin (MD)**

MD'ler dekstroz edeęeri (DE) 20 deęerinden az olan niastaların hidroliz rnleridir. Polisakkarit ve oligosakkaritler arasında geni bir molekler aęırlık daęılımında olabilen sakkarit karıımlarından olumaktadır. Genellikle beyaz toz halde ya da konsantre zlti halde bulunabilirler. Doęal niastaların aksine MD'ler suda znebilirler (Chronakis 1998). Kaplama materyali seiminde MD, tatsız olması, yksek katı oranlarında dk viskoziteli olması, farklı mol ktlelerinde bulunabilmesi gibi faydalarının yanı sıra maliyet ve verim anlamında da uygun bir seimdir (Apintanapong ve Noomhorm 2003). En temel eksiklięi ise emlisyeye etme kapasitesinin az olması ve uucu bileikleri az tutabilmesidir (Reineccius 1991). Sadece MD'nin kaplama materyali olarak kullanıldıęı son yıllarda yapılan alımalara bakıldıęında Amla (*Phyllanthus emblica*) meyvesinin suyunun MD kullanılarak mikroenkapsle edildięi bir alımada en iyi toplam fenolik madde korunumu ve DPPH antioksidan aktivitesinin 125 °C kurutma sıcaklıęında ve %5 MD konsantrasyonunda saęlandıęı tespit edilmitir (Mishra vd. 2014). Nar suyunun MD kullanılarak mikroenkapsle edildięi bir alımada ise MD konsantrasyonu artıının antosiyanin konsantrasyonunda dye neden olduęu bulunmutur (Jafari vd. 2017). Bununla birlikte pancar kk suyunun MD kullanılarak mikroenkapsle edildięi bir dięer alıma en iyi betalain korunumunun ve antioksidan aktivitenin %15 MD oranında olduęunu gstermitir (Bazaria ve Kumar 2018).

### **2.7.2.2 Gam arabik (GA)**

GA Senegal Akasyası (*Acacia senegal*) ve *Vachellia (Acacia) seyal* aęalarından elde edilen, gıda hidrokolloidi olarak en sıklıkla kullanılan maddelerden biri olan doęal kompozit bir polisakkarittir. GA gıda ve kozmetik endstrisinde yaę-su

emülsiyonlarında uzun süreli stabilizatör ve çok verimli bir emülgatör olarak kullanılmaktadır (Dror vd. 2006)

GA enkapsülasyonda kararlı ve emülsiyon edici etkisi olan, çözünebilen, düşük viskoziteli ve uçucu bileşikleri tutabilme kapasitesine sahip olan çok yönlü bir kaplama materyalidir. (Krishnan vd. 2005). Ancak MD'den pahalı olması nedeniyle gıda endüstrisinde kullanımı sınırlıdır. (Kenyon 1995, Shiga vd. 2001, Madane vd. 2006). Agudelo vd. (2017) greyfurt meyvesinde bulunan fenolik birleşikleri ve askorbik asidi GA ve bambu lifi kullanarak mikroenkapsüle etmişlerdir. GA yalnız kullanıldığında fenolik bileşikler ve askorbik asidin korunumu %92 olarak tespit edilmiştir.

### **2.7.3 Emülsiyon kurutma**

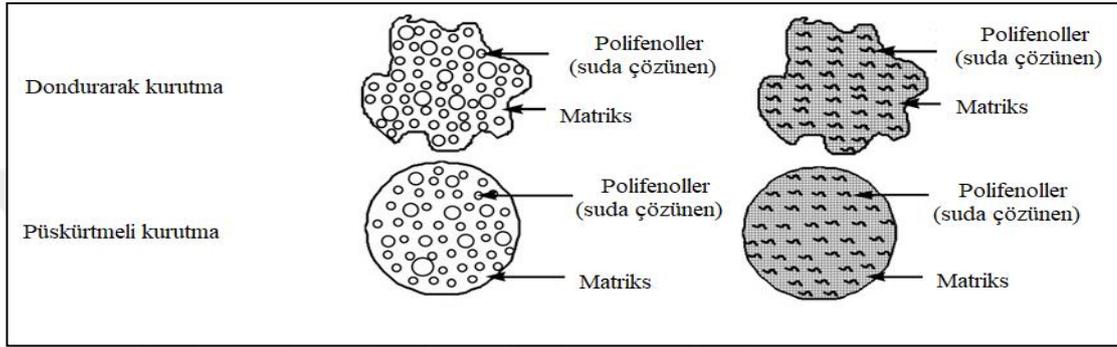
#### **2.7.3.1 Püskürtmeli kurutma**

Enkapsülasyon işlemi için püskürtmeli kurutmanın gıda endüstrisinde kullanımı 1950'lere dayanmaktadır. Bu kadar uzun süredir tercih edilir olması ekonomik ve esnek oluşuna, sürekli bir işlem olup iyi kalitede partiküller üretebilmesine bağlanabilir. Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan yöntem, kuru ve kararlı gıda katkılarının ve lezzet maddelerinin geliştirilmesinde tercih edilmektedir (Desai ve Park 2005). Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen partiküller genellikle 10-100 µm arasında değişen partikül boyutuna sahip olup şekilleri silindriktir (Şekil 2.16) (Fang ve Bhandari 2010).

Enkapsülasyon işlemi için kullanımı sırasında hedef materyal kaplama maddeleri ile beraber homojenize edilir. Karışım püskürtmeli kurutucuya beslenir ve bir nozzle ya da dönen çark ile püskürtülür. Su püskürtülen materyalden sıcak hava etkisiyle buharlaştırılır (Gibbs vd. 1999). Püskürtmeli kurutma ile ilgili en büyük dezavantaj kullanılacak kaplama maddelerinin sınırlı olması ve mutlaka kabul edilebilir bir seviyede suda çözünebilmesinin gerekli olmasıdır (Desai ve Park 2005).

### 2.7.3.2 Dondurarak kurutma

Liyofilizasyon olarak da bilinen dondurarak kurutma ısıya duyarlı materyallerin ve aromaların kurutulmasında kullanılmaktadır. Dondurarak kurutma, dondurulmuş materyalin vakum basıncı altında donmuş suyunun katı fazdan gaz faza direk süblimleşmesi prensibine dayanır (Oetjen ve Haseley 2004).



Şekil 2.15 Kurutma şekillerine göre mikroenkapsüller (Fang ve Bhandari 2010)

Dondurarak kurutma tarafından yapılan enkapsülasyonda hedef materyal matriks çözeltisinde homojen bir şekilde dağılır ve sonra liyofilize olur ve şekilsiz formlar oluşur (Şekil 2.15). Uzun kuruma süresi gerekmesi dışında (genellikle 20 saat) dondurarak kurutma tekniği suda çözünen esansiyel ve doğal aromalar için en çok kullanılan enkapsülasyon metodudur (Desai ve Park, 2005).

Dondurarak kurutma, dondurma, süblimasyon (birinci kurutma), desorpsiyon (ikinci kurutma) ve son olarak depolama basamaklarından oluşan çok basamaklı bir işlemdir (Laokuldilok ve Kanha 2015). Dondurarak kurutmada kullanılan kaplama materyalinin yapısı ve bileşimi hedef materyalin kontrollü salınımı ve korunması açısından çok önem taşımaktadır (Young vd. 1993, Ozkan vd. 2018).

Literatür incelendiğinde enkapsülasyon metodu olarak püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutmanın kullanıldığı pek çok çalışmaya rastlanmaktadır. Bunlardan bazıları Çizelge 2.6'da özetlenmiştir.

Çizelge 2.6 Enkapsülasyon çalışmaları

Enkapsülasyon metodu ve kaplama materyali	Çekirdek Bileşen	Kaynak
<i>Püskütmeli Kurutma</i>		
MD	Kara havuç ekstraktı (antosiyenin)	Ersus ve Yurdagel 2007
MD, GA	Proantosiyanidinler	Zhang vd. 2007
MD, GA, mısır nişastası	Andes böğürtleni ( <i>Rubus glaucus</i> Benth) meyvesi ekstraktı	Vilacrez vd. 2014
MD	Myrica (bayberry) meyve suyu	Fang ve Bhandari 2011
MD, whey protein izolatu	Myrica (bayberry) meyve suyu	Fang ve Bhandari 2012

Çizelge 2.6 Enkapsülasyon çalışmaları devam

MD, inülin	Siyah Frenk üzümü posası	Bakowska-Barczak ve Kolodziejczyk 2011
MD	Yabanmersini (pulpu) püresi	Ferrari vd. 2012
MD, GA	Karadut meyve suyu	Fazaeli vd. 2012
Whey protein izolatu, GA	Yabanmersini meyvesi/ posası ekstraktı	Flores vd. 2014
Mesquite gam	Yabanmersini meyvesi ekstraktı	Jiménez-Aguilar vd. 2011
MD	Corozo meyvesi ekstraktı	Osorio vd. 2010
MD, GA+ MD,	Jaboticaba kabuğu ekstraktı	Silva vd. 2013
Capsul TM + MD		
MD, GA, trikalsiyum fosfat	Kokum meyve ekstraktı	Nayak ve Rastogi 2010

MD, soya fasulyesi protein izolatu	Nar suyu ekstraktı, nar meyvesi ekstraktı	Robert vd. 2010
MD, protein karışımı	Üzüm suyu	Moser vd. 2017
Whey protein izolatu	Portakal kabuğu ekstraktı	Sormoli ve Langrish 2016
MD	Amla suyu ( <i>Emblica officinalis</i> )	Mishra vd. 2014
MD	Nar suyu	Jafari vd. 2017
MD	Pancar suyu	Bazaria ve Kumar 2018
MD, beta sykoladekstrin	Guava	Fernandes vd. 2014
GA, Bambu fiber	Üzüm suyu	Agudelo vd. 2017
MD, GA	Üzüm	Tolun vd. 2016
İnülin, MD	Yabanmersini suyu	Araujo-Diaz vd. 2017
MD, sabır otu fruktanları	Kiraz suyu	Ortiz-Basurto vd. 2017
Çizelge 2.6 Enkapsülasyon çalışmaları devam		
Buğday unu, nohut unu, Hindistan cevizi unu, soya protein izolatları	Yabanmersini fenolikleri	Correia vd. 2017
MD	Nar kabuğu fenolikleri	Çam vd. 2014
<u><i>Dondurarak Kurutma</i></u>		
MD, GA	Üzüm suyu	Gurak vd. 2013
Etil selüloz	Defne meyvesi (Bayberry) polifenolleri	Zheng vd. 2011
Hidroksipropil- $\beta$ -sykolodektrin, $\beta$ -sykolodektrin, MD	Yabanmersini suyu	Wilkowska vd. 2016
MD, $\beta$ -sykolodekstrin	Yeşil çay fenolikleri	Pasrija vd. 2015

Kitozan, $\beta$ - sykolodekstrin, ksantan	Gallik asit	da Rosa vd. 2013
MD (10 ve 20 DE)	Böğürtlen	Yamashita vd. 2017
Tere tohumu gam, GA	Safran yaprağı	Jafari vd. 2017
MD (DE 10, 20)	Siyah pirinç kepeği antosiyeninleri	Laokuldilok ve Kanha 2015
Whey protein izolatu, MD	<i>Garcinia</i> meyvesi	Ezhilarasi vd. 2013
MD, GA	Vişne suyu	Sanchez vd. 2015
MD, GA	Vişne posası	Çilek vd. 2011
MD, GA	Soğan kabuğu	Akdeniz vd. 2018
MD, GA, Alginat, pektin	Altın çilek suyu	Dağ vd. 2017
MD, whey protein	Buğday çimi suyu	Akbas vd. 2017
Çizelge 2.6 Enkapsülasyon çalışmaları devam		
MD, GA	Vişne posası	Luca vd. 2013, Luca vd. 2014, Tatar vd. 2017
MD, GA	Barbados kirazı ( <i>Malpighia emarginata</i> DC) pulpu fenolikleri	Rezende vd 2018
MD, GA	Çilek ( <i>Fragaria x ananassa</i> ) pulpu fenolikleri	Tatar vd. 2019

## 2.8 Çalışmanın Amacı

Bu tez iki kısımdan oluşmaktadır. Tezin birinci kısmında Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) meyvesinde bulunan fenolik bileşiklerin ultrason destekli ekstraksiyon (üç farklı güç, beş farklı süre, üç farklı katı:solvent oranı kullanılarak) ve mikrodalga destekli ekstraksiyon (beş farklı güç, beş farklı süre ve üç farklı katı:solvent oranı kullanılarak) yöntemleriyle ekstrakte edilmesi, bu metotlarla elde edilen ekstraktların karşılaştırılarak optimum ekstraksiyon koşullarının tespit edilmesi ve optimum koşullarda gerçekleştirilen yeni teknolojilerin kontrol olarak kullanılan konvansiyonel ekstraksiyonla karşılaştırılması amaçlanmaktadır.

Tezin ikinci kısmında ise gilaburu meyvesinin ultrasonikasyon ve dondurarak kurutma yöntemlerinin kullanımı ile enkapsüle edilmesi temel hedefdir. Mikroenkapsülasyon tekniği için üç farklı çekirdek materyal:kaplama materyali oranı, 2 farklı kaplama materyali (MD, GA) ve üç farklı ultrasonikasyon süresi kullanılmıştır. Ayrıca, toz formda katkı maddesi üretimi, elde edilen optimum enkapsülün gilaburu tozu ile karşılaştırılması ve optimum enkapsüle edilen ürünün ısıl stabilitesinin saptanması amaçlanmıştır.

### **3. MATERYAL VE YÖNTEM**

#### **3.1 Materyal**

Denemelerde materyal olarak Kayseri/Gürpınar köyünden ekim ayı içerisinde taze olarak temin edilen 2016 yılı hasadı gilaburu meyvesi kullanılmıştır. Meyveler hasat edildikten hemen sonra getirilmiş ve getirildikleri gün içerisinde sapsız olarak ayıklanarak kilitli plastik poşetler içerisinde dondurulmuş ve analizlere kadar -18 °C'de depolanmıştır.

Tez çalışmasında kullanılacak kimyasal maddeler, standartlar ve diğer malzemeler aracı firmalar vasıtasıyla temin edilmiştir. Kaplama materyali olarak kullanılan maltodekstrin (Dekstroz Eşdeğeri (DE) 10-12) ve gam arabik (akasya gamı) malzemeleri de aracı firmalar vasıtasıyla temin edilmiştir. Çalışmada kullanılan galik asit, Folin & Ciocalteu reaktifi, DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), sodyum karbonat, etanol, metanol ve asetik asit analitik saflıktadır. Kek için kullanılan buğday unu, yağ, süt tozu, yumurta akı tozu, tuz ve kabartma tozu yerel bir tedarikçiden temin edilmiştir.

#### **3.2 Yöntem**

##### **3.2.1 Ekstraksiyon işlemi ve analizleri**

###### **3.2.1.1 Meyvelerin analize hazırlanması**

Meyveler ekstraksiyon işlemi öncesinde laboratuvar tipi bir parçalayıcı (Waring Commercial Laboratory Blender, Waring Products Division New Hartford, Conn, Amerika) ile 30 saniye süreyle parçalanmıştır. Sonrasında nem miktarları 105 °C'de infrared nem tayin cihazı (HB43-S, Metter Toledo, Amerika) ile ölçülmüştür.

### 3.2.1.2 Ekstraksiyon işlemleri:

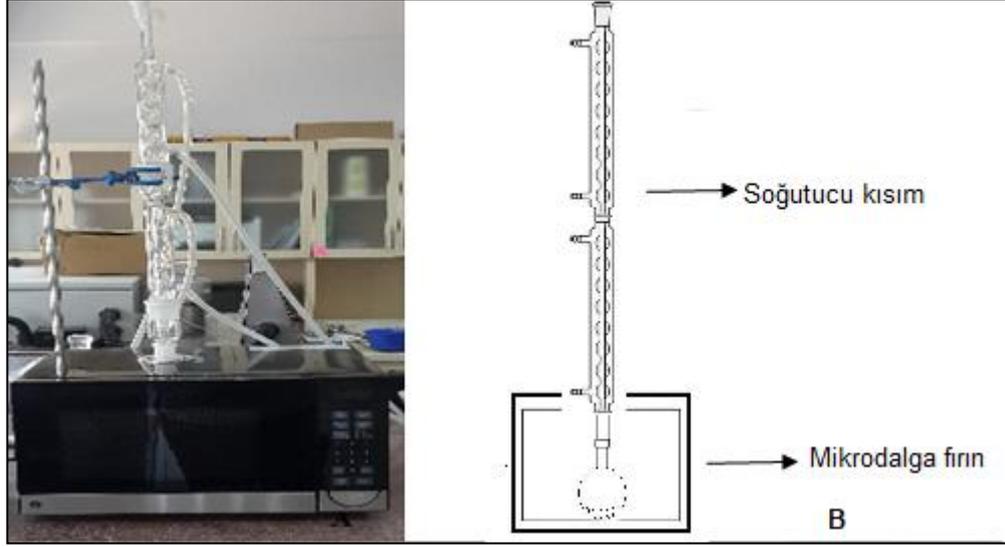
#### 3.2.1.2.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon:

Mikrodalga destekli ekstraksiyon için kavite içerisinde 250 ml'lik balon kullanılmış ve yoğunlaştırıcı kısım yüksekliği 50 cm'lik iki adet Soxhlet düzeneğinin üst üste konulması şeklinde tasarlanmıştır (Şekil 3.1-A ve 3.1 B). Ekstraksiyon süresince soğutma suyunun sabit hızda devamlı akması sağlanmıştır. Güç ve zaman mikrodalga fırın üzerindeki kontrol panelinden ayarlanmıştır. Mikrodalga destekli ekstraktör maksimum 900 W güç seviyesinde çalışabilen General Electric, GMOM 25 model (A.B.D) mikrodalga fırın kullanılarak dizayn edilmiştir (Şekil 3.1-A).

Mikrodalga fırın gücünün hesaplanmasında IMPI 2-litre testi kullanılmıştır. Fırın en yüksek güçte 1000±5g su içeren iki adet beherle çalıştırılmıştır. Başlangıç su sıcaklığı 20±2 °C'dir. Beherler fırın boşluğunda yan yana olacak şekilde fırının merkezine yerleştirilmiştir. Fırın 2 dakika ve 2 saniye çalıştırdıktan sonra son sıcaklıklar fırın kapatılır kapatılmaz ölçülmüştür. Güç ölçümü üç kere tekrarlanmıştır. Güç Eşitlik 3.1 kullanılarak hesaplanmıştır;

$$P (W) = \frac{70(\Delta T_1 + \Delta T_2)}{2} \quad (3.1)$$

Eşitlikte  $T_1$  ve  $T_2$  beherdeki suların son sıcaklığı ve ilk sıcaklığı kullanılarak bulunan sıcaklık değişimleridir (Buffer 1993). Bu şekilde fırının gücü 805 W olarak tespit edilmiştir.



Şekil 3.1 A- Mikrodalga destekli ekstraksiyon için kullanılan düzenek ve B- Mikrodalga destekli ekstraksiyon için kullanılan düzeneğin şematik gösterimi

5 farklı mikrodalga gücü için farklı ekstraksiyon süreleri ön denemelerle belirlenmiştir. Bu değerler 90 W ve 180 W güçler için 1, 10, 30, 60 ve 120 dakika; 270 W, 360 W ve 450 W güçler için 1, 5, 10, 15, 20, 40 dakika olmuştur. Katı: solvent oranı 5:100, 10:100, 15:100 g:ml olarak belirlenmiştir. Solvent olarak saf su kullanılmıştır. Ekstraksiyonlar tamamlandıktan sonra ekstraktlar kaba filtre kağıdı (20 µm) ile filtre edilmişlerdir. Daha sonra örnekler analizlere kadar 50 ml kapasiteli amber renkli falkonlarda -18 °C'de depolanmışlardır.

### 3.2.1.2.2 Ultrason destekli ekstraksiyon:

Ultrason destekli ekstraksiyon için ultrasonik prop (Sonoplus Ultrasonic Homogenizer, HD 2070, Bandelin, Almanya) ekstraksiyon ortamı olarak kullanılan 200 ml'lik beher içerisine 4 cm daldırılarak kullanılmıştır. Ultrason uygulaması süresince sıcaklığı 25 °C'de sabit tutabilmek için ekstraksiyonun gerçekleştirildiği beher buz dolu bir kap içerisine yerleştirilmiştir (Şekil 3.2).

Cihazın %100 ultrason gücü 70 W'dır. 3 farklı ultrason gücü için farklı ekstraksiyon süreleri ön denemelerle belirlenmiştir. Bu değerler 14 W, 35 W ve 56 W güçler için 1, 10, 20, 30 ve 60 dakika olmuştur.



Şekil 3.2 Ultrason destekli ekstraksiyon için kullanılan düzenek

Katı: solvent oranı 5:100, 10:100, 15:100 olarak belirlenmiştir. Solvent olarak saf su kullanılmıştır. Ekstraksiyonlar tamamlandıktan sonra ekstraktlar kaba filtre kağıdı (20  $\mu$ m) ile filtre edilmişlerdir. Daha sonra örnekler analizlere kadar 50 ml kapasiteli amber renkli falkonlarda -18  $^{\circ}$ C'de depolanmışlardır.

### 3.2.1.2.3 Konvansiyonel ekstraksiyon:

Çalışmada kontrol olarak Soxhlet ekstraksiyonu ve maserasyon seçilmiştir. Soxhlet ekstraksiyonu için Şekil 3.3'de gösterilen düzenek (Şimşek Laboroteknik Ltd. Şti., Türkiye) ve solvent olarak da su kullanılmıştır. Ekstraksiyonlar 5:100 katı:solvent oranında gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon süreleri yapılan ön denemeler sonucunda 1, 2, 4 ve 6 saat olarak belirlenmiştir. Ekstraksiyonlar tamamlandıktan sonra ekstraktlar kaba filtre kağıdı (20  $\mu$ m) ile filtre edilmişlerdir. Daha sonra örnekler analizlere kadar

50 ml kapasiteli amber renkli falkonlarda  $-18^{\circ}\text{C}$ 'de depolanmışlardır. Maserasyon işlemi  $25^{\circ}\text{C}$ 'de laboratuvar tipte bir su banyosunda (Şimşek Laboroteknik Ltd. Şti., Türkiye) gerçekleştirilmiştir. Karşılaştırma yapılabilmesi için katı: solvent oranı diğer yöntemlerle benzerlik gösterecek şekilde 5:100, 10:100, 15:100 olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.3 Soxhlet ekstraksiyon için kullanılan düzenek

Konvansiyonel ekstraksiyon için bağımsız değişkenler katı:solvent oranı ve ekstraksiyon süresidir. Ekstraksiyon süreleri yapılan ön denemeler sonucunda her bir katı:solvent oranı için 2, 4, 6, 8, 10, 12 ve 14 saat olarak tespit edilmiştir.

Ekstraksiyonlar tamamlandıktan sonra ekstraktlar kaba filtre kağıdı ( $20\ \mu\text{m}$ ) ile filtre edilmişlerdir. Daha sonra örnekler analizlere kadar 50 ml kapasiteli amber renkli falkonlarda  $-18^{\circ}\text{C}$ 'de depolanmışlardır.

### 3.2.1.3 Ekstraksiyon işlemi sonrası uygulanan analizler

Tüm ekstraktlar için toplam fenolik madde miktarı ve renk analizleri gerçekleştirilmiştir. Antioksidan aktivite miktarları her bir güç için en yüksek toplam fenolik madde miktarını veren süreler için gerçekleştirilmiştir (Ek 2.3). Klorojenik asit ve kafeik asit miktarları ise her bir ekstraksiyon çeşidi için toplam fenolik madde miktarına göre optimum koşullarda belirlenmiştir.

#### 3.2.1.3.1 Toplam fenolik madde miktarının belirlenmesi:

Folin-Ciocalteu metodu kullanılarak toplam fenolik madde miktarı mg gallik asit eşdeğeri olarak belirlenmiştir (Singleton ve Rossi 1965). Folin-Ciocalteu reaktifi fosfomolibdat ve fosfotungstat karışımı bir reaktiftir. Yöntem, suda ve diğer organik çözücülerde çözülmüş olan fenolik bileşiklerin Folin reaktifi ile alkali ortamda renkli kompleks oluşturması esasına dayanır. Oluşan mor menekşe renkli kompleks 765 nm'de maksimum absorbanı oluşturur.

Analiz için ekstraktlardan 0,1 mL deney tüpüne alınmış ve üzerine 0.9 mL distile su ilave edilmiştir. Karışıma 4 ml 0,2 N Folin-Ciocalteu reaktifi eklenmiş ve 2 dakika oda sıcaklığında bekletilmiştir. 2 dakikanın sonunda karışıma 5 ml %7,5 (mg/L) sodyum karbonatın sulu çözeltisi ilave edilmiştir. Deney tüpleri vorteks karıştırıcı (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ile karıştırılarak karışım 2 saat oda sıcaklığında ve karanlıkta inkübe edilmiştir. Karışımın absorbanı 765 nm'de spektrofotometre (Shimadzu UV-1601, Kyoto, Japonya) yardımıyla okunmuştur. Değerler gallik asit standart eğrisi yardımıyla hesaplanmıştır (Ek 1.1). Gallik asit standart eğrisi çizilebilmesi için öncelikle stok çözelti hazırlanmıştır. Bunun için 0,5 gram gallik asit 10 ml saf su içerisinde çözüldürülmüş ve 100 ml'lik balon jodede saf su ile derişimi ayarlanmıştır. Stok gallik asit çözeltisinden (0,5 g/ 100ml) belirli miktarlarda (0-0,5-1-1,5-2-2,5-5 ml) alınarak 50 ml'lik balon jodede saf su ile tamamlanarak (sırasıyla 0, 50, 100, 150, 200, 250 ve 500 mg /L gallik asit) farklı derişimlerde gallik asit çözeltileri hazırlanmıştır. Daha sonra ekstraktlara uygulanan

yöntemle absorbanslar okunarak standart eğri elde edilmiştir. Ekstraktların skala içerisinde okunabilmesi için 26 kat saf su ile seyreltme işlemi uygulanmıştır.

### **3.2.1.3.2 Antioksidan aktivite değerinin belirlenmesi:**

Örneklerin antioksidan aktivitesinin belirlenmesinde DPPH metodu kullanılmıştır. Bu metot DPPH (1,1'-difenil-2-pikrilhidrazil) radikallerinin antioksidanları azaltması prensibine dayanır. Bu azalma renk değişimiyle sonuçlanır. Brand-Wiliams (1995)'de tarif edilen şekilde uygulanan analiz spektrometrede örneklerin 517 nm'de okunmasına dayandırılmıştır.

Öncelikle DPPH stok çözeltisi ( $6 \times 10^{-4}$  M) için 0,0238 g DPPH radikali 100 mL metanolde çözündürülür. Daha sonra bu stok DPPH çözeltisinden analiz standardı ( $6 \times 10^{-5}$  M) için 10 mL alınarak 100'lük balonda metanol ile çizgisine tamamlanır. DPPH radikali çözeltisinin başlangıç absorbansı örnek eklenmeden önce ölçülür. Analiz için 0,1 ml ekstrakt örnek tüpüne alınır ve üzerine 3,9 ml DPPH analiz standardı ( $6 \times 10^{-5}$  M) eklenir. Vorteks karıştırıcı (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ile karıştırılarak karışım 2 saat oda sıcaklığında ve karanlıkta inkübe edilir. Karışımın absorbansı 517 nm'de spektrofotometre (Shimadzu UV-1601, Kyoto, Japonya) yardımıyla okunur. Kalibrasyon eğrisi farklı konsantrasyonlarda DPPH çözeltilerinin (0,015-0,03-0,06-0,09-0,12 mg DPPH/ L) 517 nm'de absorbans okumaları gerçekleştirilerek çizilmiştir (Ek 1.5). Örneklerin skala içerisinde okunabilmesi amacıyla örnekler metanolla 71 kat seyreltilmiştir.

### **3.2.1.3.3 Renk değerlerinin belirlenmesi:**

Örneklerin L\*, a\*, b\* değerlerini tespit etmek için renk okuyucu kullanılmıştır (CR 400-Minolta, Konica, Japonya). CIE L\*, a\* ve b\* renk skala sisteminde L\* aydınlık (parlaklık) değeridir. L\* maksimum 100 (beyaz), minimum 0 (siyah) olacak şekilde değişebilmektedir. Pozitif a\*, b\* sırası ile kırmızı ve sarı, negatif a\*, b\* ise sırası ile

yeşil ve mavi rengi göstermektedir (Hunterlab, 2008). CIE  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  renk değerleri not edilmiş ve Eşitlik 3.2 kullanılarak renk değişimi ( $\Delta E$  değeri) hesaplanmıştır;

$$\Delta E = \left[ (L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2 \right]^{1/2} \quad (3.2)$$

Eşitlikteki  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  değerleri örneğe,  $L_0^*$ ,  $a_0^*$  ve  $b_0^*$  değerleri ise referans olarak Baryum sülfata ait olan sırasıyla 93,2, -1,4 ve 0,12 değerleridir (Aydođdu vd., 2018).

#### **3.2.1.3.4 Ekstraksiyon veriminin hesaplanması:**

Ekstraksiyon veriminin tüm ekstraksiyon işlemleri için hesaplanması aşağıdaki eşitlik kullanılarak sağlanmıştır:

$$Y = \frac{TFM_i}{TFM_s} \times 100 \quad (3.3)$$

Eşitlikte 3.3'te  $Y$  ekstraksiyon verimi (%),  $TFM_i$ : mikrodalga destekli ekstraksiyonla ya da ultrason destekli ekstraksiyonla ekstrakte edilen toplam fenolik madde miktarı,  $TFM_s$ : çalışmada ekstraksiyonlarla elde edilen en yüksek toplam fenolik madde miktarıdır.

#### **3.2.1.3.5 Fenolik bileşiklerin konsantrasyonlarının belirlenmesi**

Mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrason destekli ekstraksiyon ve maserasyon için optimum ekstraksiyon koşullarında elde edilen ekstraktlar incelenmiştir. Ekstraktlar 0,45  $\mu\text{m}$  şırınga filtreden geçirilerek analize hazırlanmıştır. Analizler ODTÜ Merkez Laboratuvarı Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi, Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı, (Ankara, Türkiye) tarafından AGILENT 6460 Triple Quadrupole System (ESI+Agilent Jet Stream) (Amerika) ve AGILENT 1200 Series

HPLC (Amerika) birlikte kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Veriler AGILENT G3793AA Mass Hunter Optimizer (Amerika) yazılımı ile işlenmiştir. Kütle spektrofotometresi kısımlarının markaları sırasıyla iyonizasyon kaynağı için ESI+Agilent Jet Stream, pompa için AGILENT BinPump-SL (G1312B9), otosampler için AGILENT h-ALS-SL+ (G1367D), kolon kompartmanı için AGILENT G1316B 1200 Series Thermost. Col. Compart SL, mikro gaz giderici için AGILENT G1379B 1200 Series Micro Degasser ve nitrojen jeneratorü için U HPLC MS 30 olarak belirtilmiştir. Tarama modunda çalışılmıştır. Kütle spektrofotometresi parametreleri şunlardır: Gaz sıcaklığı 350 °C ve gaz akış hızı 9 mL/dakika olarak sabit tutulmuştur. Kapiler kolon voltajı 4000 V, püskürtücü voltajı 500 V, püskürtücü basıncı 45 psi, taşıyıcı gaz sıcaklığı 350 °C ve taşıyıcı gaz akış hızı 9 mL/dakikadır. Sıvı kromatografisi için Zorbax SB-C18 (2,1 x 50 mm x 1,8 µm) kolon kullanılmıştır. Örneğin enjeksiyon hacmi 5 µLdir. Taşıyıcı solventler Solvent A: 0,05 % formik asit+ 5 mM amonyum format ve Solvent B: metanol olarak seçilmiştir. Akış süresi 13 dakikadır. Gradient akış seçilmiştir. Kolon sıcaklığı 35 °C ve akış hızı 0,3 ml/dakikadır. Standart eğri 0,01– 0,025 – 0,05 – 0,1 – 0,5 – 1 – 5 – 10 ppm değerleri için hazırlanmıştır.

### **3.2.2 Enkapsülasyon işlemi ve sonrasında uygulanan analizleri**

Enkapsülasyon işlemi sonrası örneklere uygulanan analizler yüzey fenolik madde miktarı, enkapsülasyon verimi, antioksidan aktivite miktarı, renk ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E^*$ ) değerleri, nem, çözünürlük ve yığın yoğunluğunun belirlenmesidir. Bu analizler tüm koşullar için gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, mikroenkapsüle edilmemiş toz ürün ve optimum koşullarda mikroenkapsüle edilmiş örneğin klorojenik asit ve kafeik asit madde miktarları tespit edilmiş ve kek model ürünüde ısıl stabilite denemesi yapılmıştır.

### 3.2.2.1 Enkapsülasyon işlemi

#### 3.2.2.1.1 Meyvelerin enkapsülasyona hazırlanması

Meyveler sap kısmı ayrıldıktan sonra laboratuvar tipi bir parçalayıcı (Waring Commercial Laboratory Blender, Waring Products Division New Hartford, Conn, Amerika) ile 30 saniye süreyle işlenmiştir. Daha sonra çekirdek kısımları ayıklanarak cam petrilere dökülüp 24 saat süreyle  $-18^{\circ}\text{C}$ 'de dondurulmuştur (Şekil 3.4).



Şekil 3.4 Gilaburu tozu hazırlanması için petrilere dökülen karışım

#### 3.2.2.1.2 Gilaburu tozu üretimi

Dondurulan örnekler 48 saat süreyle liyofilizatörde (Taption Group Co Limited, Amerika)  $-55^{\circ}\text{C}$ 'de 50 Pa vakum altında kurutulmuş ve 250 W güçte çalışan öğütücü (Arçelik, Türkiye) yardımıyla en yüksek seviyede 5 dakika süreyle işlenerek toz hale getirilmiştir.

#### 3.2.2.1.3 Kaplama materyallerinin hazırlanması:

Maltodekstrin (MD) (DE 10-12) ve gam arabik (GA) oranları 10:0 ve 0:10 (w/w) olacak şekilde distile su ile karıştırılarak kaplama materyali hazırlanmıştır. MD distile su ile ağırlıkça %10 olacak şekilde karıştırılmış ve oda sıcaklığında 300 rpmde çalkalamalı su banyosunda (Termal Laboratuvar Aletleri, Türkiye) 1 gece boyunca karıştırılmıştır. GA

ise ağırlıkça %10 olacak şekilde distile su ile manyetik bir karıştırıcıda (Daihan, MSH-20A, Güney Kore) 1250 rpmde 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Bu işlem mikroenkapsülasyon işleminden 2 saat önce gerçekleştirilmiştir (Çilek 2012).

#### 3.2.2.1.4 Mikroenkapsülasyon yöntemi:

Öncelikle çizelge 3.1'deki farklı çekirdek materyal:kaplama materyali oranları ile elde edilen karışım yüksek hızlı homojenizatörde (HG-15A, Wisd, Daihan, Güney Kore) 4000 rpmde 5 dakika süreyle homojenize edilmiştir. Daha sonra ultrasonikasyona tabi tutulmuştur. Homojenizasyon yöntemi olarak problu ultrasonik homojenizatör kullanılmıştır (Sonoplus Ultrasonic Homogenizer, HD 2070, Bandelin, Almanya).

Çizelge 3.1 Mikrokapsülasyon için kullanılan bağımsız değişkenler ve seviyeleri

Çekirdek materyal:Kaplama materyali oranı (kütlece)	Kaplama Materyali MD:GA (kütlece)	Ultrasonikasyon Zamanı (dk)
1:10	10:0	10
1:20	0:10	20
1:30		30

Ultrasonikasyon için %50 güç kullanılmıştır.

Homojenizasyon %50 güçte 10, 20 ve 30 dakika süreleriyle uygulanmıştır. %100 güç 70 W'tır. Karışımlar petrilere eşit miktarlarda dökülerek 24 saat süreyle -18 °C'de dondurulmuş ve 48 saat süreyle liyofilizatörde (Taption Group Co Limited, Amerika) -55 °C'de 50 Pa vakum altında kurutulmuştur. Kurutulan örnekler ezilmek suretiyle toz hale getirilmiş, analizlere kadar 50 ml'lik amber şişelerde -18 °C'de depolanmıştır. Denemeler iki tekerrürlü olarak çalışılmıştır.

### **3.2.2.5 Mikrenkapsüllere uygulanan analizler**

#### **3.2.2.5.1 Toplam fenolik madde miktarının belirlenmesi**

Toplam fenolik madde miktarının tespitinde Beretta vd. (2005)' te tarif edilen metot Çilek (2012)'de yapılan bazı modifikasyonlarla kullanılmıştır. 100 mg örnek 1 ml etanol:asetik asit:su (hacimce 50:8:42) karışımında çözünmüş ve vorteks karıştırıcı (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ile 1 dakika süreyle karıştırıldıktan sonra şırınga yardımıyla 0.45µm'lik mikro filtreden geçirilmiştir (Şekil 3.5). Daha sonra 26 kat seyreltilen örnek 0,1 ml alınarak üzerine 0,9 ml saf su konulmuş ve sonrasında 5 ml 0,2 N Folin-Ciocalteu reaktifi ve 4 ml 75 g/L sodyum karbonat ilave edilerek vorteks karıştırıcıyla karıştırılmış ve oda sıcaklığında 2 saat karanlıkta inkübe edilmiştir. Son olarak örneğin absorbansı 765 nmde spektrofotometre (Shimadzu UV-1601, Kyoto, Japonya) ile ölçülmüş ve toplam fenolik madde miktarı mg gallik asit/ g kuru madde cinsinden verilmiştir. Gallik asit standardı etanol:asetik asit:su (hacimce 50:8:42) karışımında çözündürülerek standart kurveler çizilmiş ve hesaplamalarda kullanılmıştır (Ek 1.3).

#### **3.2.2.5.2 Yüzey fenolik madde miktarının belirlenmesi :**

100 mg örnek bu kez 1 ml etanol:metanol (hacimce 50:50) karışımında çözünmüş ve vorteks karıştırıcı (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ile 1 dakika süreyle karıştırıldıktan sonra şırınga yardımıyla 0,45µm'lik mikro filtreden geçirilmiştir. Daha sonra 26 kat seyreltilen örnekten 0,1 ml alınarak üzerine 0,9 ml saf su eklenmiş ve daha sonra 5 ml 0,2 N Folin-Ciocalteu reaktifi ve 4 ml 75 g/L'lik sodyum karbonat ilave edilerek vorteks karıştırıcıyla karıştırılmış (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ve oda sıcaklığında 2 saat karanlıkta inkübe edilmiştir. Son olarak örneğin absorbansı 765 nmde spektrofotometre (Shimadzu UV-1601, Kyoto, Japonya) ile ölçülmüş ve yüzey fenolik madde miktarı mg gallik asit/ g kuru madde cinsinden verilmiştir. Kalibrasyon eğrileri eklenen solvent karışımlarına göre tekrar hazırlanmıştır (Ek 1.4).

### 3.2.2.5.3 Enkapsülasyon veriminin hesaplanması:

Enkapsülasyon verimi aşağıdaki eşitlik ile hesaplanmaktadır.

$$\%EE = \frac{EPC}{TFM} \times 100 \quad (3.4)$$

Eşitlikte EE; enkapsülasyon verimi (%), EPC: Toplam fenolik madde miktarı – Yüzeysel fenolik miktarı ve TFM: toplam fenolik madde miktarıdır.



Şekil 3.5 Etanol:asetik asit:su karışımı ile muamele edilen örnekler

### 3.2.2.5. 4 Antioksidan aktivite değerinin belirlenmesi:

100 mg örnek 1 ml etanol:asetik asit:su (hacimce 50:8:42) karışımında çözülmüş ve vorteks karıştırıcı (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ile 1 dakika süreyle karıştırıldıktan sonra şırınga yardımıyla 0,45µm'lik mikro filtreden geçirilmiştir. Örneklerin antioksidan aktivitesinin belirlenmesinde DPPH metodu kullanılmıştır. Bu metot DPPH radikallerinin antioksidanları azaltması prensibine dayanır. Brand-Wiliams (1995)'de tarif edilen şekilde uygulanan analiz spektrometrede örneklerin 517 nm'de okunmasına dayandırılmıştır.

Öncelikle DPPH stok çözeltisi ( $6 \times 10^{-4}$  M) için 0,0238 g DPPH radikali 100 mL metanolde çözüldürülür. Daha sonra bu stok DPPH çözeltisinden analiz standardı ( $6 \times 10^{-5}$  M) için 10 mL alınarak 100 ml'lik balonda metanol ile çizgisine tamamlanır. DPPH Radikali çözeltisinin başlangıç absorbansı örnek eklenmeden önce ölçülür. Analiz için 0,1 ml ekstrakt örnek tüpüne alınır ve üzerine 3,9 ml DPPH analiz standardı

( $6 \times 10^{-5}$  M) eklenir. Vorteks karıştırıcı (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) ile karıştırılarak karışım 2 saat oda sıcaklığında ve karanlıkta inkübe edilir. Karışımın absorbansı 517 nm’de spektrofotometre (Shimadzu UV-1601, Kyoto, Japonya) yardımıyla okunur. Kalibrasyon eğrisi, farklı konsantrasyonlarda DPPH çözeltilerinin (0,015-0,03-0,06-0,09-0,12 mg DPPH/ L) 517 nm’de absorbans okumaları gerçekleştirilerek çizilmiştir (Ek 1.5). Örneklerin skala içerisinde okunabilmesi amacıyla metonelle örnekler 71 kat seyreltilmiştir.

#### **3.2.2.5.5 Nem miktarının belirlenmesi:**

Nem miktarları, 105 °C’de infrared nem tayin cihazı (HB43-S, Metter Toledo, Amerika) kullanılarak tespit edilmiştir (Kutlu 2013).

#### **3.2.2.5.6 Renk değerlerinin belirlenmesi:**

Örneklerin  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  değerlerini tespit etmek için renk okuyucu kullanılmıştır (CR 400-Minolta, Konica, Japonya). CIE  $L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$  renk skala sisteminde  $L^*$  aydınlık (parlaklık) değeridir.  $L^*$  maksimum 100 (beyaz), minimum 0 (siyah) olacak şekilde değişebilmektedir.

Pozitif  $a^*$ ,  $b^*$  sırası ile kırmızı ve sarı, negatif  $a^*$ ,  $b^*$  ise sırası ile yeşil ve mavi rengi göstermektedir (Hunterlab 2008, Şekil 3.6).

Örneklerin, CIE  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  renk değerleri not edilmiş ve Eşitlik 3.5 kullanılarak renk değişimi ( $\Delta E$  değeri) hesaplanmıştır;

$$\Delta E = \left[ (L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2 \right]^{1/2} \quad (3.5)$$

Eşitlikteki  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  değerleri örneğe,  $L_o^*$ ,  $a_o^*$  ve  $b_o^*$  değerleri ise referans olarak Baryum sülfata ait olan sırasıyla 93,2, -1,4 ve 0,12 değerleridir (Aydoğdu vd., 2018).



Şekil 3.6 Renk ölçümü

#### 3.2.2.5.7 Çözünürlük değerinin belirlenmesi:

Çözünürlük için 0,3 g toz örnek 30 ml distile su içerisinde çözündürülür. Çözelti manyetik karıştırıcıyla (Daihan, MSH-20A, Güney Kore) 1250 rpmde oda sıcaklığında 30 dakika karıştırılır. Karışımdan 15 ml örnek çözelti alınarak oda sıcaklığında 2120 rpmde ve 15 dakika santrifüj (Model Z-206A, Hermle, İngiltere) edilir. Süpernatant nem kabına alınarak tartılır. Nem kabı bir gece boyunca 105 °C’de etüvde (Şimşek Laboratek, Türkiye) bekletilir, desikatörde soğutulur ve yeniden tartılır (Anema vd. 2006). Yüzde çözünürlük aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$\text{Çözünürlük (\%)} = \left( \frac{\text{kurutulmuş tozun ağırlığı}}{\text{örneğin ağırlığı} \times 10} \right) \times 100 \quad (3.6)$$

### **3.2.2.5.8 Yığın yoğunluğunun hesaplanması:**

1,0 g örnek 10 ml boş dereceli silindire konulur ve 1 dakika boyunca vorteks karıştırıcıda (Daihan, VM 10, Wisd Laboratory Instruments, Güney Kore) karıştırılır. Toz kütlesinin dereceli silindirde okunan hacmine oranı yığın yoğunluğu (g/ml) olarak hesaplanır (Goula vd. 2004).

### **3.2.2.5.9 Fenolik bileşiklerin konsantrasyonlarının belirlenmesi:**

Optimum koşullarda elde edilen mikroenkapsül ve gilaburu tozu için analizler 3.2.1.3.5'te açıklandığı şekilde ODTÜ Merkez Laboratuvarı Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi, Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı, (Ankara, Türkiye) tarafından AGILENT 6460 Triple Quadrupole System (ESI+Agilent Jet Stream) (Amerika) ve AGILENT 1200 Series HPLC (Amerika) birlikte kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

### **3.2.2.5.10 Isıl stabilitenin değerlendirilmesi:**

Mikroenkapsülasyon deneyleri sonrası optimum koşullarda elde edilen mikroenkapsüle edilmiş ve mikroenkapsüle edilmemiş gilaburu tozu örneklerinin ısıl stabilitelelerinin karşılaştırılması için kek örnekleri kullanılmıştır (Çilek 2012).

Kek hamurunun formülasyonunda toplam fenolik madde miktarı analizine olan negatif etkisi nedeniyle şeker kullanılmamıştır (Waterhouse 2002). Kek hamurunun hazırlanmasında 100 gram buğday unu kullanılmıştır. Kek karışımında %25 yağ, %12 yağsız süt tozu, %9 yumurta beyazı tozu, %3 tuz, %5 kabartma tozu kullanılmıştır. Yüzdeler un bazındadır.

Kek hamuru hazırlanırken eritilen yağ içerisine 9 g yumurta beyazı tozu ilave edilerek 1 dakika süreyle mikserin (Arçelik, K 1433, Türkiye) 1. kademesinde karıştırılmıştır. Una

12 g yağsız süttozu, 3 gram tuz, 5 g kabartma tozu karıştırılmış, elde edilen karışım yağlı karışıma eklenmiş ve 90 ml su katılarak bir dakika mikserin 1. kademesinde, bir dakika mikserin 2. kademesinde ve iki dakika mikserin 1. kademesinde olmak üzere çırpılmıştır. Hazırlanan kek hamurları 100 g olarak tartılmıştır. Tartılan hamurun içerisine 100 mg gilaburu tozu veya 100 mg mikroenkapsül tozu konularak 1 dakika mikserin 1. kademesinde tekrar karıştırılmıştır. Konvansiyonel fırında 175 °C’de 25 dakika süreyle pişirilmiştir. Deneme 2 tekerrürlü çalışılmıştır (Luca vd. 2014).

Keklerdeki fenolik bileşiklerin ekstrakte edilmesi için 20 ml solvent (etanol:asetik asit:su (hacimce 50:8:42)) 10 g keke eklenmiştir. Daha sonra kaşık yardımıyla iyice ezilmiştir. Ezilen kek solvent içinde dağıtılmış ve 1 dakika boyunca iki defa %50 güçte ultrasonikasyon (Sonoplus Ultrasonic Homogenizer, HD 2070, Bandelin, Almanya) işlemi uygulanmıştır. İlk 1 dakikalık ultrason uygulaması sonrasında kaşıkla karıştırılmıştır. Ultrason işlemi sonrasında 7,5 ml dispersiyon 10000 rpm’de 2 dakika boyunca santrifüj (Z-206A, Hermle, İngiltere) edilerek süpernatant 0,45 µm’lik şırınga ile filtre edilmiştir. Elde edilen ekstrakt 3.2.2.5.1 ve 3.2.2.5.4’de anlatılan yöntemler kullanılarak toplam fenolik madde miktarı (TFMM) ve toplam antioksidan aktivite miktarı (TAAM) belirlenmiştir. Kontrol olarak mikroenkapsül ve gilaburu tozu eklenmemiş kek kullanılmıştır. Pişirme sonrası kalan %TFMM ve %TAAM ısıl işlem stabilitesini gösterir.

$$\text{Kayıp (\%)} = \frac{\text{ilk miktarı} - \text{pişme sonrası miktarı}}{\text{ilk miktarı}} \times 100 \quad (3.7)$$

%TFMM<sub>kayıp</sub> ve %TAAM<sub>kayıp</sub> Eşitlik 3.7 kullanılarak hesaplanmıştır. Keklerdeki ağırlık kaybından kaynaklanan düzeltme faktörü 1.1 değeridir. %TFMM<sub>kalan</sub> ve %TAAM<sub>kalan</sub> değerleri ilk değerden %TFMM<sub>kayıp</sub> ve %TAAM<sub>kayıp</sub> değerlerinin çıkartılması ile hesaplanmaktadır. Pişme öncesi değer teorik olarak %100 kabul edilmiştir. Ayrıca kek formülasyonundan kaynaklanabilecek değerleri elimine edebilmek için kontrol kek pişirilmiştir ve kontrol keke ait TFMM ve TAAM değerleri Eşitlik 3.7 kullanılarak yapılan hesaplamadan elde edilen değerlerden çıkarılmıştır (Luca vd. 2014).

### 3.2.3 İstatistiksel analiz:

Verilerin daha anlamlı hale gelebilmesi için istatistiksel analizler yapılmıştır. Bunun için MINITAB 16 programı (Minitab Inc., State College PA, ABD) kullanılmıştır. Varyans analizi bağımsız değişkenlerin istatistiki olarak önemli ölçüde birbirlerinden farklılıklarını belirler ( $p \leq 0,05$ ). Değişken ortalamaları Tukey çoklu karşılaştırma testi ile karşılaştırılmıştır. Her bir deney koşulu için iki paralel yapılmış ve bunların ortalamaları hesaplanarak kaydedilmiştir. Denemeler iki tekerrürlü olarak çalışılmıştır.



## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

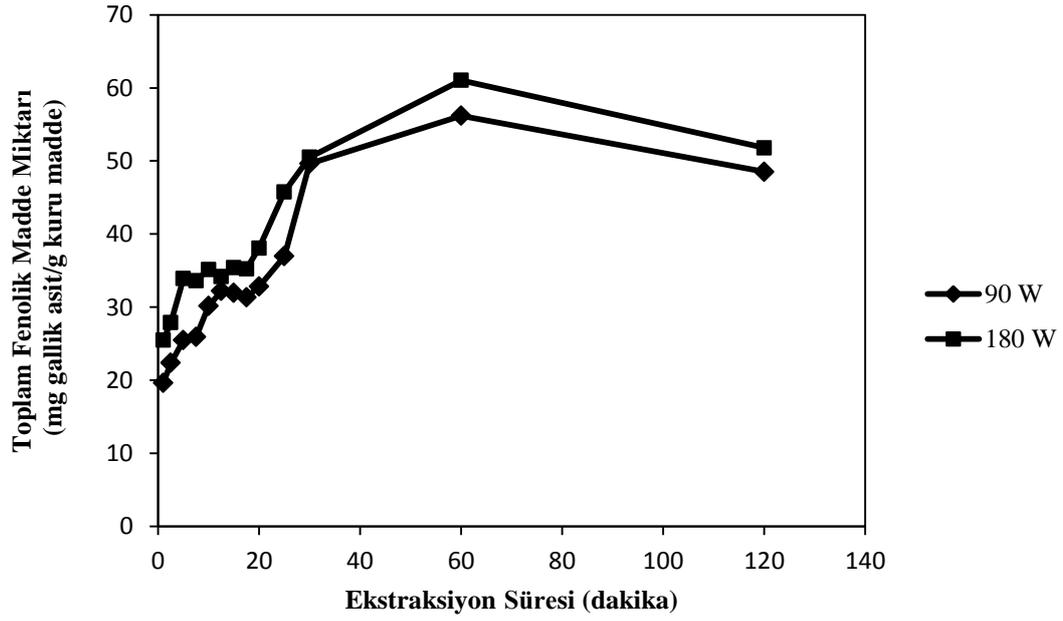
Bu çalışma iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısım suda çözünen kuru madde miktarı yaş bazda %12,91 olan gilaburu meyvesinden farklı ekstraksiyon metotları uygulanarak fenolik bileşiklerin elde edilmesini ve ikinci kısım ise gilaburu meyvesi tozunun mikroenkapsülasyonu işlemlerini kapsamaktadır.

### 4.1 Ekstraksiyon Denemeleri

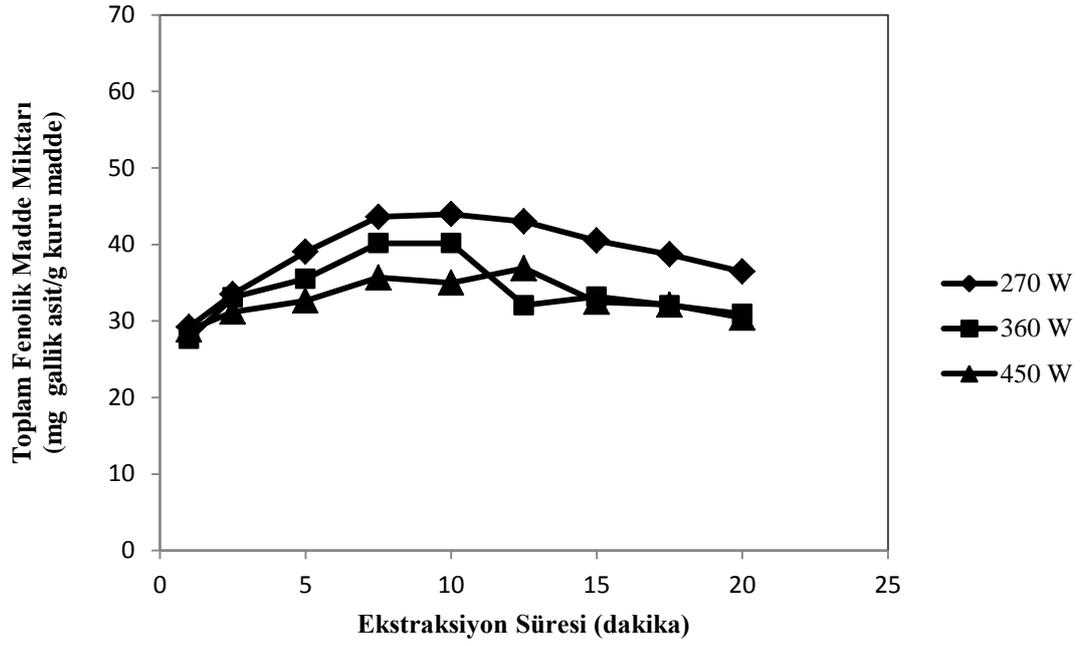
Bu çalışmanın birinci kısmında mikrodalga destekli ekstraksiyon ve ultrason destekli ekstraksiyon işlemleri ile fenolik bileşiklerin eldesi gerçekleştirilmiştir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi farklı mikrodalga gücü (90 W, 180 W, 270 W, 360 W, 450 W), katı:solvent oranı (5:100, 10:100, 15:100 g:ml) ve ekstraksiyon süresi (90 ve 180 W için 1, 10, 30, 60, 120 dakika; 270 W, 360 W ve 450 W için 1, 5, 10, 15, 20, 40 dakika) bağımsız değişkenlerinin toplam fenolik madde miktarı (TFM miktarı), antioksidan aktivite ve renk ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E^*$ ) değerleri üzerine etkileri incelenmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyon işlemi ise farklı ultrason gücü (14 W, 35 W, 56 W), katı:solvent oranı (5:100, 10:100, 15:100 g:ml) ve ekstraksiyon süresi (1, 10, 20, 30, 60 dakika) bağımsız değişkenlerinin TFM miktarı, antioksidan aktivite ve renk ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E^*$ ) değerleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Ayrıca optimum mikrodalga destekli ekstraksiyon ve ultrason destekli ekstraksiyon koşulları için bazı baskın fenolik bileşiklerin (klorogenik asit ve kafeik asit) miktarları ekstraksiyon çeşitlerine göre kıyaslanmıştır. Ek olarak konvansiyonel ekstraksiyon çeşidi olarak Soxhlet ve maserasyon ekstraksiyon denenmiş ve çalışmada kontrol olarak maserasyon ekstraksiyon çeşidi seçilerek optimum mikrodalga destekli ekstraksiyon ve ultrason destekli ekstraksiyon koşulları ile karşılaştırılmıştır.

#### 4.1.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon ön denemeleri

Literatürde, mikrodalga güçleri 100-500 W arasında kullanıldığında hücre duvarlarını hızlıca parçalamak için gereken enerji etkisine ulaşıldığı tespit edilmiştir (Chan vd. 2011). Bu nedenle çalışmamızda 90 W-450 W arasındaki mikrodalga güçleri üzerine yoğunlaşmıştır.



Şekil 4.1 90 W ve 180 W mikrodalga gücü için 15:100 katı: solvent oranında yapılan ön denemeler sonucu TFM miktarının zamanla değişimi



Şekil 4.2 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga gücü için 15:100 katı: solvent oranında yapılan ön denemeler sonucu TFM miktarının zamanla değişimi

Mikrodalga destekli ekstraksiyon için ön-deneme olarak 15:100 katı:solvent oranı seçilmiş ve her güç için 2,5 dakikada bir TFM analizi yapılarak mikrodalga destekli ekstraksiyon için TFM değişiminin eğrileri çizilmiştir (Şekil 4.1 ve 4.2). Daha sonra farklı güçler için süreler kararlaştırılmıştır.

Şekil 4.1 ve 4.2 incelendiğinde TFM miktarının belirli bir süre arttığı sonrasında ise prosesin dengeye ulaşması ile sabitlendiği gözlemlenmiştir. Ancak bazı mikrodalga güçlerinde fenolik bileşiklerin yüksek sıcaklık gibi proses koşullarının etkisi ile zarar görmesi sonucunda TFM miktarında bir azalma meydana gelmiştir.

Vişne posasında yapılan bir çalışmada 400 W mikrodalga gücünde mikrodalga destekli ekstraksiyonda TFM miktarının ilk 14 dakika boyunca zamanla arttığı ve 16. dakikadan sonra azalmaya başladığı rapor edilmiştir (Simsek vd. 2012). Bu sonuçlar 450 W mikrodalga gücünde yapılan ön deneme sonuçlarıyla paralellik göstermektedir. Aynı çalışmada 700 W mikrodalga gücü sonuçlarının benzer bir artış ve sonra azalış

gösterdiği ancak mikrodalga gücü arttıkça TFM miktarının daha kısa sürede en yüksek seviyeye ulaştığı (12. dakika) tespit edilmiştir. Bu durum, çalışmamızda ön denemelerde kullanılan 90 ve 180 W mikrodalga gücü ile çalıştırılan sistemde ekstraksiyonun 2 saat gibi uzun bir zaman diliminde gerçekleşmesine rağmen 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga güçleri kullanılan işlemlerde 20 dakikalık sürenin yeterli olması ile benzer niteliktedir.

TFM miktarının optimum ekstraksiyon süresinden sonra azalması bazı fenolik bileşiklerin bozulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ma vd. (2009) kararsız fenolik bileşiklerin yapısal özelliklerinin mikrodalga radyasyonu ile kolay bozulabilme olasılığı olduğunu ortaya koymuşlardır. Bu durumu aromatik halkalarında yüksek hidroksil grup içeren fenolik bileşiklerin kararsız oluşuna ve mikrodalga radyasyon nedeniyle kolayca degrade olabilmelerine bağlamışlardır.

#### **4.1.2 Mikrodalga destekli ekstraksiyon**

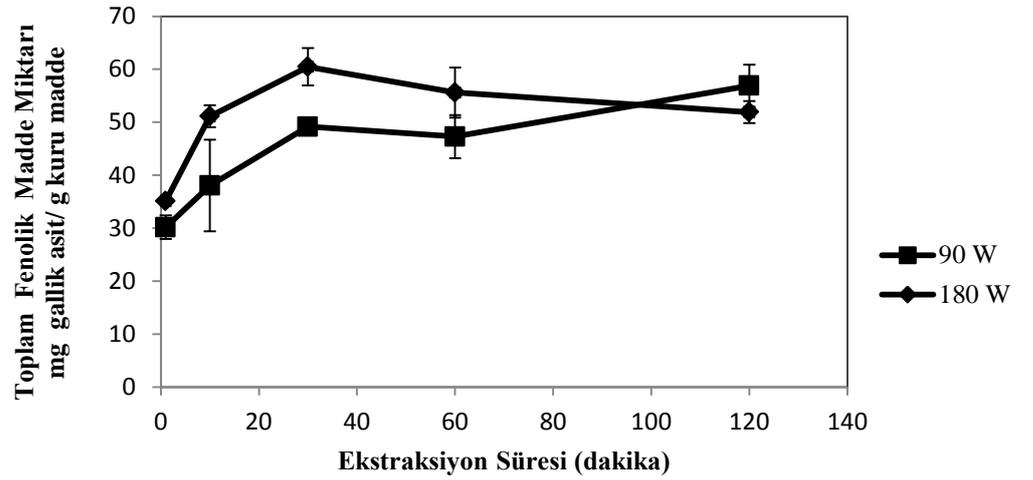
##### **4.1.2.1 TFM miktarı**

Çalışmamızda mikrodalga ekstraksiyon süresince farklı güç ve sürelerde, farklı katı:solvent oranlarına göre yapılan denemelerde gilaburunun TFM miktarının  $20,90 \pm 1,77$  ile  $71,52 \pm 4,16$  mg gallik asit /g kuru madde değerleri arasında değiştiği bulunmuştur (Ek 2.1). Orakçı (2010) solvent olarak su kullanılan ekstraksiyon sonucu gilaburunun TFM miktarının yaş meyvede  $47,86 \pm 0,16$  mg<sub>GAE</sub>/g<sub>ekstre</sub> ve kuru meyvede ise  $57,31 \pm 0,32$  mg<sub>GAE</sub>/g<sub>ekstre</sub> olduğunu rapor etmiştir.

Bu çalışmada ekstraksiyon süresi, mikrodalga gücü ve katı:solvent oranı bağımsız değişkenlerinin TFM miktarı üzerine etkileri incelenmiş ve istatistiki olarak önemli olduğu bulunmuştur.

#### 4.1.2.1.1 Ekstraksiyon süresinin TFM miktarına etkisi

Mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi için ekstraksiyon süresinin TFM miktarı üzerine istatistiksel olarak önemli bir etkisi olduğu bulunmuştur (Ek 4.1). 90 W ve 180 W mikrodalga güçleri için uygulanan ekstraksiyon süreleri incelenecek olursa işlemin ilk 30 dakikalık bölümde sürenin TFM miktarını istatistiksel olarak önemli derecede %62,87 ile %72,17 oranında arttırdığı ancak 30-120 dakika aralığında bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Bu durum 90 W ve 180 W mikrodalga güçleri kullanıldığında 30. dakikada işlemin sonlandırılması gerektiğini göstermektedir (Şekil 4.3).

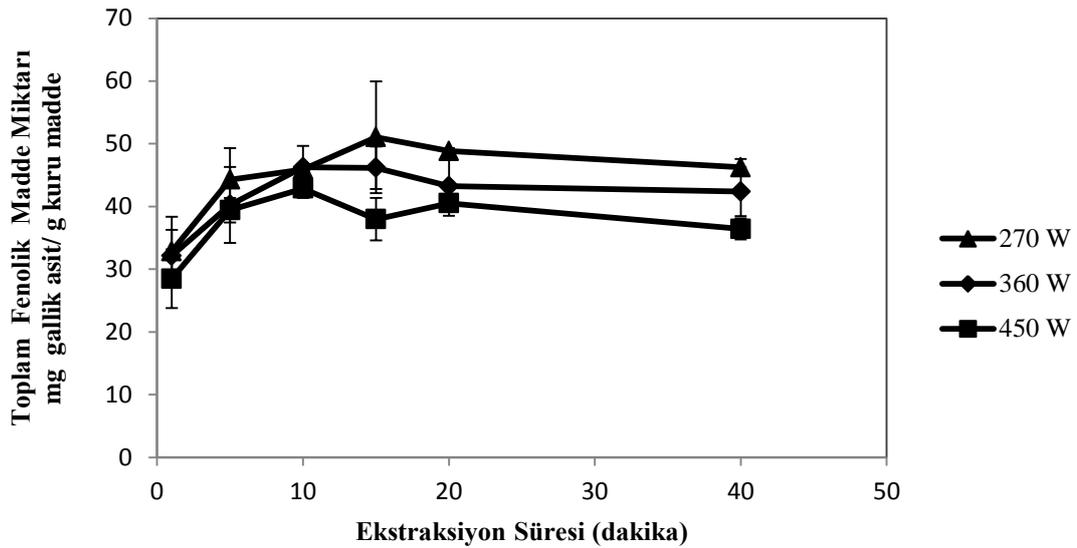


Şekil 4.3 90 W ve 180 W mikrodalga gücünde ve 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının işlem süresi ile değişimi

Literatürdeki başka çalışmalarda da benzer sonuçlar rapor edilmiştir (İnce 2011). Ekstraksiyon süresinin bu şekilde kısılması mikrodalgaların ısıtma mekanizmaları ile açıklanabilir. Mikrodalgalar katı ortamın içerisindeki iç basıncı artırarak ekstraksiyon süresini kısaltırlar (Bayramoglu vd. 2008). Kısa ekstraksiyon süresi, uzun işlem süresi boyunca degradasyona uğrama ihtimalleri artan fenolik bileşikler bozulmaktan korunur.

Benzer şekilde 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga güçleri için TFM miktarlarının ekstraksiyon süreleri ile değişimleri incelendiğinde sürenin istatistiki etkisinin önemli olduğu 10. ve 20. dakikalar arasında fark olmamasına karşın 40., 1., 15 ve 5. dakikalardaki TFM miktarlarının istatistiki açıdan önemli derecede diğer işlem sürelerine göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.4).

Elde edilen bulgular 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga güçleri için optimum işlem süresinin 15 dakika olduğunu ortaya koymaktadır. Durmaz vd. (2015) ve İnce (2011)'nin gerçekleştirmiş olduğu araştırmalar gibi literatürde bulunan bazı çalışmalarda da mikrodalga destekli ekstraksiyon süresinin 20 dakikanın altında olduğu rapor edilmiştir.



Şekil 4.4 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga gücünde ve 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının işlem süresi ile değişimi

#### 4.1.2.1.2 Mikrodalga gücünün TFM miktarına etkisi

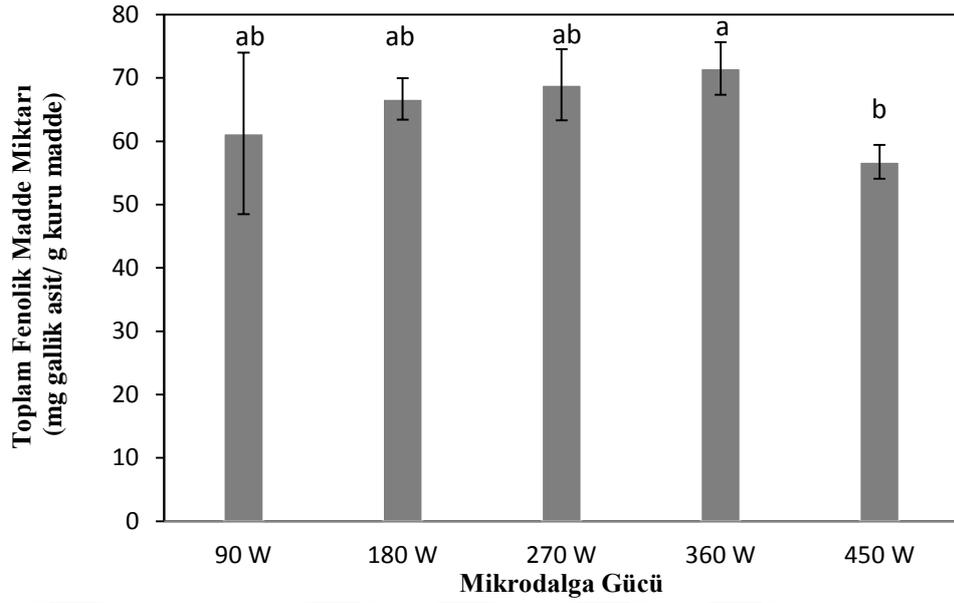
Mikrodalga gücü TFM miktarı üzerine istatistiksel olarak önemli derecede etkili bulunmuştur (Ek 4.1). 90 W ve 180 W mikrodalga güçlerinde TFM miktarları

kıyaslandığında mikrodalga gücü arttıkça TFM miktarının da arttığı gözlemlenmiştir. 5:100 katı:solvent oranı, 10 dakika ekstraksiyon süresi ve 90 W güçte yapılan ekstraksiyonda TFM miktarı  $40,50 \pm 4,09$  mg gallik asit/g kuru madde olarak bulunmuşken katı:solvent oranı ve ekstraksiyon süresi sabit tutulup güç 180 W'a çıkarıldığında TFM miktarının  $66,68 \pm 3,29$  mg gallik asit/g kuru maddeye yükseldiği tespit edilmiştir (Ek 2.1).

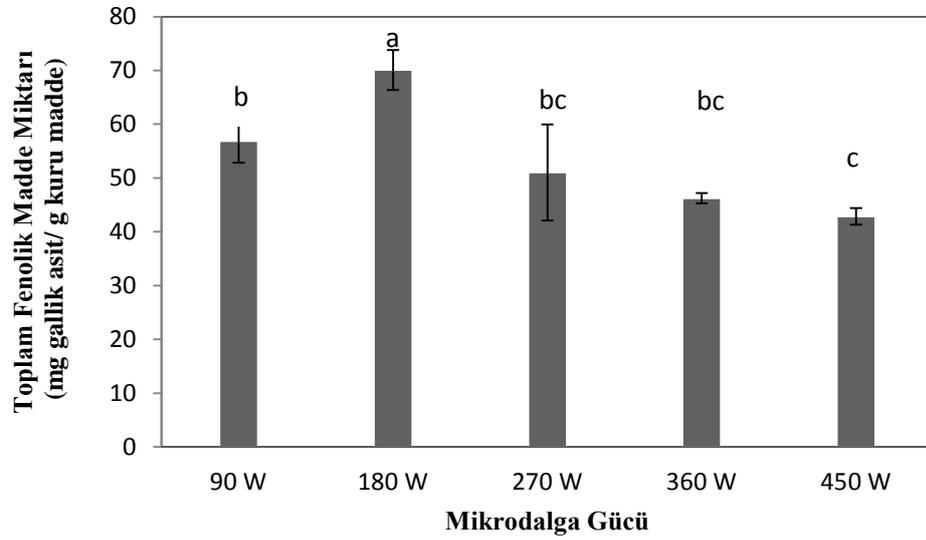
Çalışmamıza benzer şekilde Song vd. (2011) tatlı patates yapraklarında yaptıkları mikrodalga destekli ekstraksiyon çalışmasında 150 W, 250 W, 350 W, 450 W ve 550 W güçlerle çalışmışlar ve TFM miktarlarını kıyaslamışlardır. Mikrodalga gücünün 350 W değerinden düşük olduğu durumda TFM miktarının mikrodalga gücü arttıkça arttığı gözlemlenmiştir. Ancak 350 W'dan sonra mikrodalga gücünün yükselmesinin TFM miktarında düşüşe neden olduğu rapor edilmiştir.

Çalışmamızda bu duruma benzer şekilde 5:100 g:ml katı:solvent oranında TFM miktarı bakımından 360 W güç değerine kadar istatistiki olarak önemli derecede güçler arasında bir fark görülmezken 360 W gücünde elde edilen TFM miktarı diğer güçlerden daha yüksek bulunmuştur. 450 W güçte ise TFM miktarı güç artışıyla azalmaktadır (Şekil 4.5). Şekil 4.6 ve 4.7 incelendiğinde ise bu azalışın 270 W mikrodalga gücü değerinde görülmekte olduğu anlaşılmaktadır. Sıcaklık ve mikrodalga gücü arasında sıkı bir ilişki mevcuttur. Yüksek mikrodalga güçlerinde sıcaklık sistem içerisinde kolaylıkla yükselebilir. Böylece ekstraksiyon hızı ve verimi artar.

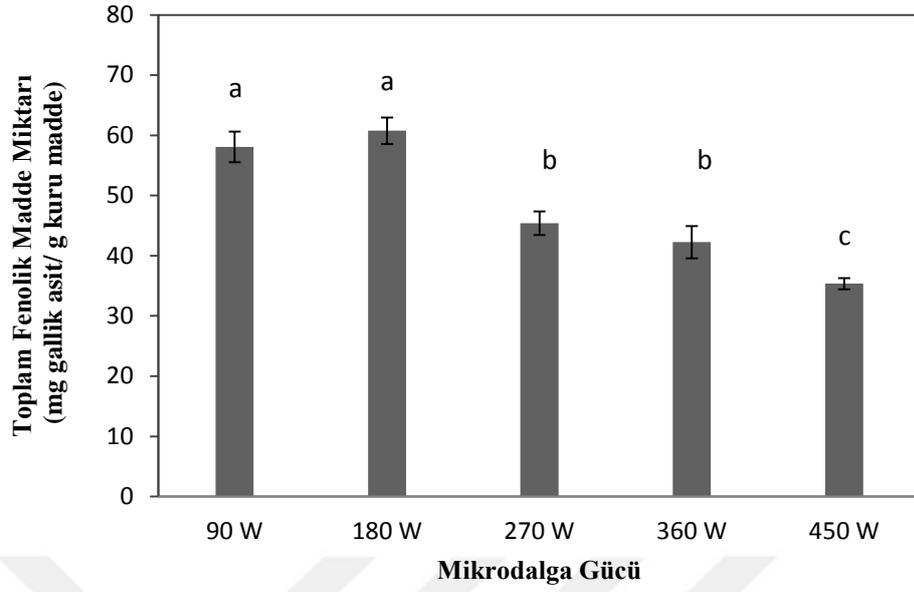
Sıcaklıktaki artış solventin içerisinde analitlerin çözünmesini kolaylaştırdığı gibi (sıcaklığın artmasının yüzey gerilimi ve solvent viskozitesinin azalmasını sağlaması sayesinde örneğe nüfuz etmesinin artması nedeniyle) matriksteki aktif kısımlardan analitlerin desorpsiyonlarını da hızlandırmaktadır (Eskilsson ve Bjorklund 2000). Ancak ısıkararsız (termolabil) bileşiklerin yüksek sıcaklıklara maruz kalması degrade olmaları ile sonuçlanabilmektedir ve bu nedenle ekstraksiyon verimi ve biyoaktiviteleri azalmaktadır. Fenolik birleşikler yüksek sıcaklıklarda kolaylıkla hidrolize olabilirler ve oksidasyona uğrayabilirler. Bu durum pek çok çalışmada tespit edilmiştir (Mendes vd. 2016, Dahmoune vd. 2015, Zheng 2011).



Şekil 4.5 5:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının mikrodalga gücü ile değişimi (optimum süreler 90 W, 180 W, 270 W, 360 W ve 450 W güçler için sırasıyla 60, 10, 20, 15 ve 20 dakika)



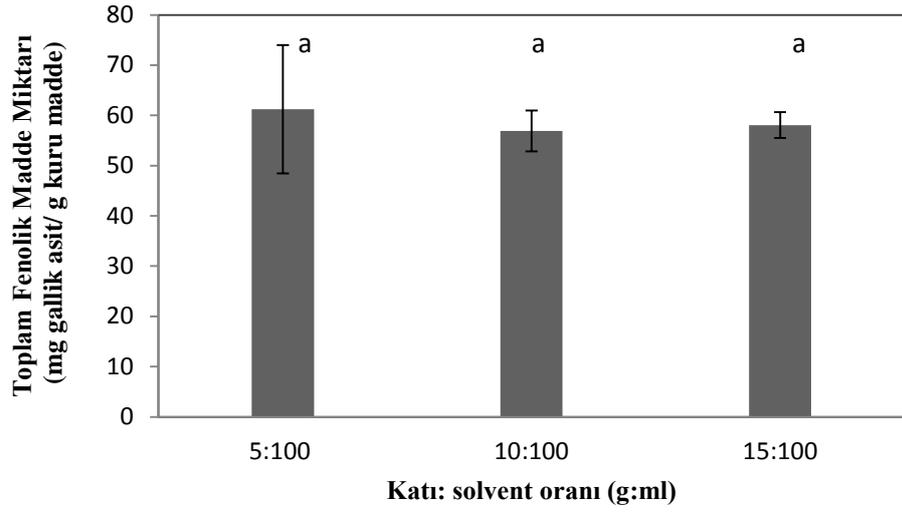
Şekil 4.6 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının mikrodalga gücü ile değişimi (optimum süreler 90 W, 180 W, 270 W, 360 W ve 450 W güçler için sırasıyla 120, 120, 15, 10 ve 10 dakika)



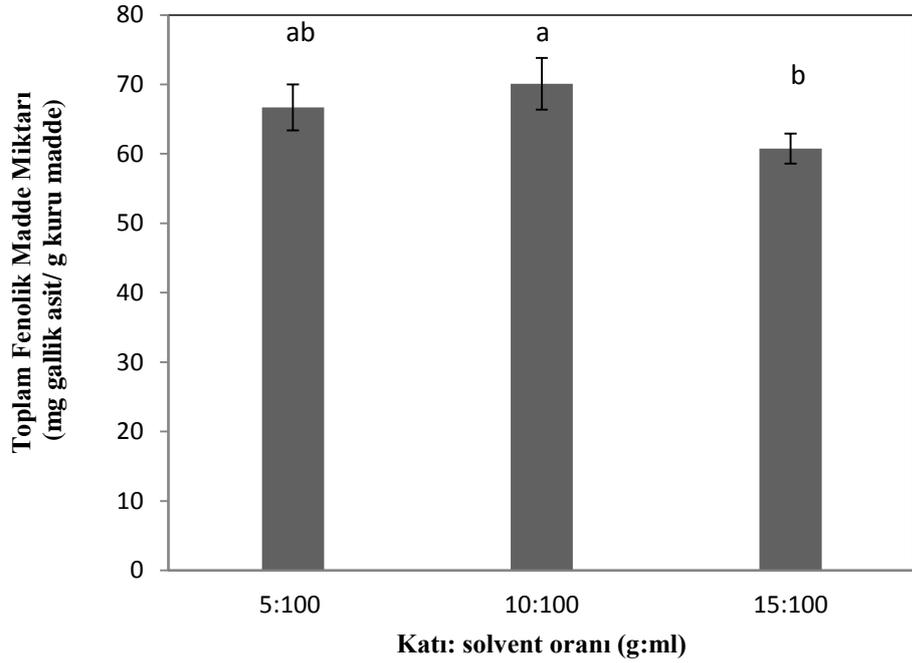
Şekil 4.7 15:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının mikrodalga gücü ile değişimi (optimum süreler 90 W, 180 W, 270 W, 360 W ve 450 W güçler için sırasıyla 60, 60, 10, 10 ve 10 dakika)

#### 4.1.2.1.3 Katı:solvent oranının TFM miktarına etkisi

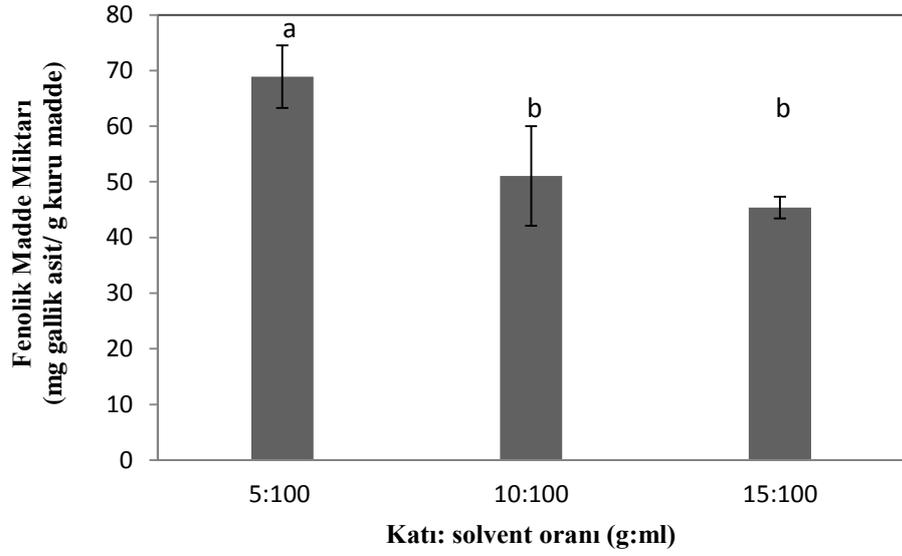
Araştırma bulguları incelendiğinde katı:solvent oranının da TFM miktarı üzerine istatistiksel olarak önemli bir etkisinin olduğu bulunmuştur (Ek 4.1). Birim katı madde başına düşen solvent miktarı arttıkça bir başka ifade ile sayısal olarak katı:solvent oranı azaldıkça TFM miktarının arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.10-4.12). Şekil 4.8-4.12’de sunulan veriler optimum işlem süreleri için elde edilen verilerdir. İnce vd. (2013) katı:solvent oranı 1:30 olduğundaki TFM miktarının; 1:20 katı:solvent oranının olduğu duruma göre daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir ve bu durumun nedeninin 1:30 katı:solvent oranındaki konsantrasyon gradyanının 1:20 katı:solvent oranına göre daha yüksek olmasına bağlı olduğunu söylemişlerdir. Bir başka ifade ile solvent miktarındaki artış konsantrasyon gradyanının artışına neden olarak ekstraksiyon verimini arttırmaktadır ve bu durum pek çok çalışmada rapor edilmiştir (Durmaz vd. 2015, Simsek 2010).



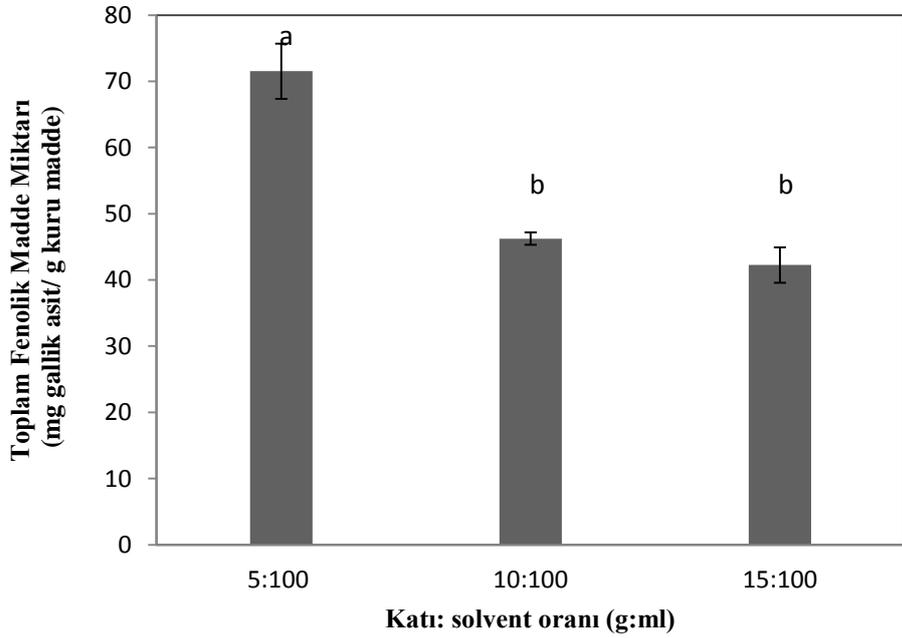
Şekil 4.8 90 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 60, 120 ve 60 dakika)



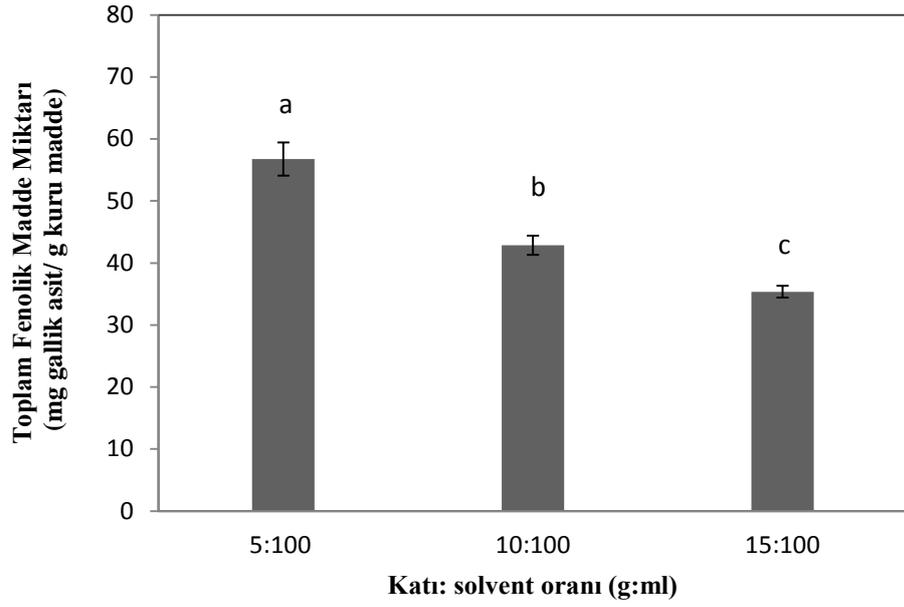
Şekil 4.9 180 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 10, 120 ve 60 dakika)



Şekil 4.10 270 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 20, 15 ve 10 dakika)



Şekil 4.11 360 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 15, 10 ve 10 dakika)



Şekil 4.12 450 W mikrodalga gücü ile gerçekleştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 20, 10 ve 10 dakika)

Katı:solvent oranı ekstraksiyon işlemlerinde oldukça kritik bir rol oynamaktadır. Pek çok çalışmada katı:solvent oranının azalışıyla fenolik madde miktarının arttığı tespit edilmiş ve bu durum konsantrasyon gradyanının solvent miktarının artmasıyla artması sonucu gerçekleştiği belirtilmiştir. Bu şekilde bir ilişki vişne posasından fenolik bileşiklerin mikrodalga destekli ekstraksiyonunun araştırıldığı bir çalışmada da gösterilmiştir (Simsek vd. 2012).

#### 4.1.2.2. Ekstraksiyon verimi

Çalışma bulguları incelendiğinde bağımsız değişkenler olan katı:solvent oranı, mikrodalga gücü ve ekstraksiyon süresinin ekstraksiyon verimini istatistiksel olarak önemli derecede etkilediği tespit edilmiştir (Ek 4.2). Çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda detaylı olarak verilmiştir.

#### 4.1.2.2.1 İşlem süresinin ekstraksiyon verimine etkisi

Ekstraksiyon süresi arttıkça belli bir değere kadar ekstraksiyon verimi artmaktadır. Ancak bir değerden sonra istatistiki olarak değişmemektedir (Ek 4.2).

Çizelge 4.1 Ekstraksiyon veriminin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)		Ekstraksiyon Verimi (%)				
	90-180 W İçin	270-360- 450 W İçin	90 W	180 W	270 W	360 W	450 W
5:100	1	1	39,82 <sup>a</sup>	44,28 <sup>a</sup>	51,11 <sup>a</sup>	60,05 <sup>a</sup>	59,53 <sup>a</sup>
5:100	10	5	55,93 <sup>a</sup>	92,09 <sup>a</sup>	74,97 <sup>a</sup>	67,59 <sup>a</sup>	59,88 <sup>a</sup>
5:100	30	10	78,39 <sup>a</sup>	75,48 <sup>a</sup>	70,16 <sup>a</sup>	82,33 <sup>a</sup>	68,28 <sup>a</sup>
5:100	60	15	84,57 <sup>a</sup>	83,88 <sup>a</sup>	74,79 <sup>a</sup>	98,78 <sup>a</sup>	69,65 <sup>a</sup>
5:100	120	20	75,99 <sup>a</sup>	85,59 <sup>a</sup>	95,19 <sup>a</sup>	93,46 <sup>a</sup>	80,44 <sup>a</sup>
5:100	-	40	-	-	91,14 <sup>a</sup>	87,56 <sup>a</sup>	82,34 <sup>a</sup>
10:100	1	1	41,68 <sup>b</sup>	48,52 <sup>b</sup>	45,37 <sup>b</sup>	44,37 <sup>b</sup>	39,35 <sup>b</sup>
10:100	10	5	52,55 <sup>b</sup>	70,60 <sup>b</sup>	61,17 <sup>b</sup>	55,60 <sup>b</sup>	54,44 <sup>b</sup>
10:100	30	10	67,90 <sup>b</sup>	83,52 <sup>b</sup>	63,41 <sup>b</sup>	63,86 <sup>b</sup>	59,19 <sup>b</sup>
10:100	60	15	65,30 <sup>b</sup>	76,79 <sup>b</sup>	70,51 <sup>b</sup>	63,77 <sup>b</sup>	52,45 <sup>b</sup>
10:100	120	20	78,59 <sup>b</sup>	92,15 <sup>b</sup>	67,45 <sup>b</sup>	59,66 <sup>b</sup>	55,93 <sup>b</sup>
10:100	-	40	-	-	63,86 <sup>b</sup>	58,52 <sup>b</sup>	50,31 <sup>b</sup>
15:100	1	1	28,86 <sup>c</sup>	35,01 <sup>c</sup>	44,54 <sup>c</sup>	42,80 <sup>c</sup>	43,88 <sup>c</sup>
15:100	10	5	42,92 <sup>c</sup>	49,44 <sup>c</sup>	50,55 <sup>c</sup>	54,00 <sup>c</sup>	47,33 <sup>c</sup>
15:100	30	10	70,26 <sup>c</sup>	68,30 <sup>c</sup>	62,70 <sup>c</sup>	58,35 <sup>c</sup>	48,82 <sup>c</sup>
15:100	60	15	80,22 <sup>c</sup>	83,90 <sup>c</sup>	56,16 <sup>c</sup>	54,06 <sup>c</sup>	44,83 <sup>c</sup>
15:100	120	20	68,60 <sup>c</sup>	73,01 <sup>c</sup>	49,90 <sup>c</sup>	52,09 <sup>c</sup>	43,28 <sup>c</sup>
15:100	-	40	-	-	50,58 <sup>c</sup>	50,83 <sup>c</sup>	41,82 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$  değerinde fark önemlidir.

Örneğin 5:100 katı:solvent oranında ve 360 W güçte yapılan ekstraksiyonda işlem süresi 1 dakikadan 10 dakikaya çıkarıldığında ekstraksiyon veriminin %60,05 değerinden %82,33 değerine yükseldiği 10. dakikadan sonra ise anlamlı derecede değişmediği bulunmuştur. Zheng vd. (2011) çalışmalarında benzer bir durum tespiti yaparak ekstraksiyon süresi için 35 saniyeye kadar artışın görüldüğünü ancak bu değerden sonra istatistiki olarak farklılık bulunmadığını rapor etmişlerdir.

#### **4.1.2.2.2 Ekstraksiyon verimine mikrodalga gücünün etkisi**

Çizelge 4.1 incelendiğinde ekstraksiyon veriminin genellikle 450 W mikrodalga gücü için düşük değerler aldığı görülmektedir. Bu durum yüksek mikrodalga gücünün fenolik bileşiklerin degrade olmalarına neden olması ile açıklanabilir. Ballard vd. (2010) fıstık materyalinden polifenol eldesi veriminin mikrodalga gücü ile arttığını bulmuşlardır. Benzer şekilde Dahmoune vd. (2015) yaptıkları çalışmalarında belli bir değere kadar mikrodalga gücü artışının ekstraksiyon verimini arttırdığını ve belli bir değerden sonra ise azalttığını tespit etmişlerdir. Zheng vd. (2011) ekstraksiyon veriminin mikrodalga gücüne bağlı olduğunu ve mikrodalga gücü %80 olana kadar lineer artış gösterdiğini ancak bu değerden sonra azalma görüldüğünü rapor etmişlerdir.

#### **4.1.2.2.3 Ekstraksiyon verimine katı:solvent oranının etkisi**

Katı:solvent oranı ile ekstraksiyon verimleri arasında istatistiksel önemli derecede negatif korelasyon bulunmaktadır. Birim katı madde başına düşen solvent miktarı arttıkça ekstraksiyon veriminin arttığı gözlemlenmiştir (Çizelge 4.1, Ek 4.2). Örneğin 270 W güçte ve 20. dakika işlem süresinde 5:100, 10:100 ve 15:100 katı:solvent oranlarına ait ekstraksiyon verimleri sırasıyla %95,19, %67,45 ve %49,90 şeklinde hesaplanmıştır. Solvent miktarındaki artış konsantrasyon gradyanının artışına neden olarak ekstraksiyon verimini arttırmaktadır ve bu durum pek çok çalışmada rapor edilmiştir (Durmaz vd. 2015, Simsek 2010).

#### 4.1.2.3 Renk deęerleri

Pigment ve renk maddeleri ürünlerin gözlemlenebilir renginin kimyasal bileşenleridir ve renk ürünlerin görünür albenisini belirler (Wrolstad vd. 2005). Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) siyanidin 3-glukozit cinsinden  $0,356 \pm 0,014$  g/kg (donmuş meyve) antosiyanidin içerir (Moldovan vd.2012). Antosiyanidinler fenolik bileşikler içerisinde bir grup olup meyvelere turuncu, kırmızı, mor ve mavi renklerini verirler (Heredia vd. 1998). Renk üç boyut ile ifade edilir: L\*: Rengin parlaklığı (0: siyah, 100: beyaz), a\*: kırmızılık yeşillik (-60: yeşil, +60: kırmızı), b\*: sarılık mavilik (-60: mavi,+60: sarı).



Çizelge 4.2 L\* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)		Mikrodalga gücü				
	90 W	270 W	90 W	180 W	270 W	360 W	450 W
	180 W	360 W 450 W					
5:100	1	1	26,64±0,07 <sup>a</sup>	26,01±0,32 <sup>a</sup>	26,36±0,24 <sup>a</sup>	26,26±0,12 <sup>a</sup>	26,18±0,34 <sup>a</sup>
5:100	10	5	25,75±0,35 <sup>a</sup>	25,85±0,12 <sup>a</sup>	26,25±0,32 <sup>a</sup>	26,49±0,23 <sup>a</sup>	26,01±0,23 <sup>a</sup>
5:100	30	10	26,05±0,23 <sup>a</sup>	26,26±0,11 <sup>a</sup>	25,96±0,15 <sup>a</sup>	26,46±0,05 <sup>a</sup>	25,96±0,07 <sup>a</sup>
5:100	60	15	26,24±0,14 <sup>a</sup>	27,26±1,03 <sup>a</sup>	26,05±0,32 <sup>a</sup>	26,48±0,02 <sup>a</sup>	26,77±0,13 <sup>a</sup>
5:100	120	20	27,63±0,68 <sup>a</sup>	28,36±0,27 <sup>a</sup>	26,46±0,07 <sup>a</sup>	26,79±0,04 <sup>a</sup>	26,39±0,20 <sup>a</sup>
5:100	-	40	-	-	27,93±0,47 <sup>a</sup>	27,92±0,35 <sup>a</sup>	28,38±0,01 <sup>a</sup>
10:100	1	1	24,52±0,23 <sup>c</sup>	23,97±0,13 <sup>c</sup>	24,39±0,51 <sup>c</sup>	24,31±0,44 <sup>c</sup>	24,89±0,09 <sup>c</sup>
10:100	10	5	24,22±0,02 <sup>c</sup>	24,45±0,03 <sup>c</sup>	24,66±0,18 <sup>c</sup>	24,57±0,50 <sup>c</sup>	25,16±0,01 <sup>c</sup>
10:100	30	10	24,63±0,13 <sup>c</sup>	26,01±0,04 <sup>c</sup>	25,62±1,01 <sup>c</sup>	25,09±0,19 <sup>c</sup>	25,52±0,21 <sup>c</sup>
10:100	60	15	25,19±0,21 <sup>c</sup>	26,62±0,22 <sup>c</sup>	25,12±0,25 <sup>c</sup>	25,32±0,28 <sup>c</sup>	25,58±0,06 <sup>c</sup>
10:100	120	20	26,62±0,16 <sup>c</sup>	29,61±0,50 <sup>c</sup>	25,50±0,46 <sup>c</sup>	25,51±0,30 <sup>c</sup>	26,05±0,05 <sup>c</sup>
10:100	-	40	-	-	26,36±0,24 <sup>c</sup>	24,13±0,53 <sup>c</sup>	24,34±0,37 <sup>c</sup>
15:100	1	1	24,41±0,52 <sup>b</sup>	25,60±1,76 <sup>b</sup>	26,25±0,32 <sup>b</sup>	24,79±0,38 <sup>b</sup>	25,01±0,22 <sup>b</sup>
15:100	10	5	25,48±1,71 <sup>b</sup>	24,86±0,21 <sup>b</sup>	25,96±0,15 <sup>b</sup>	25,09±0,33 <sup>b</sup>	25,61±0,20 <sup>b</sup>
15:100	30	10	24,39±0,46 <sup>b</sup>	26,13±0,72 <sup>b</sup>	26,05±0,32 <sup>b</sup>	25,48±0,43 <sup>b</sup>	26,25±0,46 <sup>b</sup>
15:100	60	15	26,65±0,23 <sup>b</sup>	28,63±0,03 <sup>b</sup>	26,45±0,07 <sup>b</sup>	28,87±0,49 <sup>b</sup>	26,14±0,48 <sup>b</sup>
15:100	120	20	28,58±0,32 <sup>b</sup>	31,77±0,41 <sup>b</sup>	26,36±0,24 <sup>b</sup>	26,26±0,12 <sup>b</sup>	26,18±0,34 <sup>b</sup>
15:100	-	40	-	-	26,25±0,32 <sup>b</sup>	26,49±0,23 <sup>b</sup>	26,01±0,23 <sup>b</sup>

a, b katı:solvent oranına göre p≤0,05 değerinde fark önemlidir.

Çizelge 4.3 a\* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)		Mikrodalga gücü				
	90 W	270 W	90 W	180 W	270 W	360 W	450 W
	180 W	360W 450 W					
5:100	1	1	9,67±0,17 <sup>b</sup>	9,95±0,99 <sup>b</sup>	10,47±0,33 <sup>b</sup>	9,98±0,64 <sup>b</sup>	9,40±0,23 <sup>b</sup>
5:100	10	5	9,49±0,37 <sup>b</sup>	9,29±0,22 <sup>b</sup>	10,33±0,30 <sup>b</sup>	9,84±0,26 <sup>b</sup>	8,99±0,48 <sup>b</sup>
5:100	30	10	9,75±0,32 <sup>b</sup>	8,51±0,05 <sup>b</sup>	9,58±0,60 <sup>b</sup>	8,82±0,14 <sup>b</sup>	8,66±0,13 <sup>b</sup>
5:100	60	15	9,01±0,73 <sup>b</sup>	7,41±0,88 <sup>b</sup>	9,16±0,34 <sup>b</sup>	8,92±0,06 <sup>b</sup>	8,05±0,12 <sup>b</sup>
5:100	120	20	8,22±0,40 <sup>b</sup>	6,40±0,35 <sup>b</sup>	9,91±0,06 <sup>b</sup>	8,57±0,05 <sup>b</sup>	8,72±0,16 <sup>b</sup>
5:100	-	40	-	-	7,75±0,41 <sup>b</sup>	7,80±0,17 <sup>b</sup>	7,46±0,06 <sup>b</sup>
10:100	1	1	10,54±0,79 <sup>a</sup>	10,56±0,15 <sup>a</sup>	10,47±0,05 <sup>a</sup>	10,06±0,17 <sup>a</sup>	11,01±0,06 <sup>a</sup>
10:100	10	5	10,11±0,39 <sup>a</sup>	10,16±0,06 <sup>a</sup>	10,06±0,10 <sup>a</sup>	10,03±0,39 <sup>a</sup>	10,65±0,05 <sup>a</sup>
10:100	30	10	10,04±0,17 <sup>a</sup>	10,64±0,04 <sup>a</sup>	10,21±0,22 <sup>a</sup>	10,15±0,04 <sup>a</sup>	9,91±0,27 <sup>a</sup>
10:100	60	15	9,61±0,35 <sup>a</sup>	9,13±0,07 <sup>a</sup>	9,98±0,20 <sup>a</sup>	9,98±0,08 <sup>a</sup>	10,05±0,18 <sup>a</sup>
10:100	120	20	7,60±0,03 <sup>a</sup>	7,64±0,05 <sup>a</sup>	10,00±0,15 <sup>a</sup>	9,90±0,07 <sup>a</sup>	9,95±0,09 <sup>a</sup>
10:100	-	40	-	-	10,47±0,33 <sup>a</sup>	9,23±0,13 <sup>b</sup>	9,74±0,09 <sup>a</sup>
15:100	1	1	8,34±2,27 <sup>b</sup>	7,85±1,70 <sup>b</sup>	10,33±0,30 <sup>b</sup>	10,39±0,18 <sup>b</sup>	10,28±0,08 <sup>b</sup>
15:100	10	5	8,24±1,24 <sup>b</sup>	9,98±0,49 <sup>b</sup>	9,58±0,60 <sup>b</sup>	10,77±0,17 <sup>b</sup>	10,40±0,28 <sup>b</sup>
15:100	30	10	9,97±0,16 <sup>b</sup>	10,45±0,10 <sup>b</sup>	9,16±0,34 <sup>b</sup>	10,54±0,38 <sup>b</sup>	10,36±0,21 <sup>b</sup>
15:100	60	15	9,54±0,14 <sup>b</sup>	9,68±0,44 <sup>b</sup>	9,91±0,06 <sup>b</sup>	10,57±0,35 <sup>b</sup>	10,83±0,65 <sup>b</sup>
15:100	120	20	7,21±0,11 <sup>b</sup>	6,20±0,48 <sup>b</sup>	10,47±0,33 <sup>b</sup>	9,98±0,64 <sup>b</sup>	9,40±0,23 <sup>b</sup>
15:100	-	40	-	-	10,33±0,30 <sup>b</sup>	9,84±0,26 <sup>b</sup>	8,99±0,48 <sup>b</sup>

a, b katı:solvent oranına göre p≤0,05 değerinde fark önemlidir.

Çizelge 4.4 b\* değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)		Mikrodalga gücü				
	90 W	270 W	90 W	180 W	270 W	360 W	450 W
	180 W	360W 450 W					
5:100	1	1	6,41±0,09 <sup>b</sup>	6,80±0,17 <sup>b</sup>	6,87±0,26 <sup>b</sup>	6,72±0,33 <sup>b</sup>	6,43±0,58 <sup>b</sup>
5:100	10	5	6,31±0,19 <sup>b</sup>	5,99±0,52 <sup>b</sup>	6,59±0,03 <sup>b</sup>	6,56±0,18 <sup>b</sup>	6,25±0,17 <sup>b</sup>
5:100	30	10	5,83±0,27 <sup>b</sup>	5,57±0,08 <sup>b</sup>	6,07±0,35 <sup>b</sup>	5,69±0,06 <sup>b</sup>	5,99±0,06 <sup>b</sup>
5:100	60	15	5,09±0,27 <sup>b</sup>	5,28±0,16 <sup>b</sup>	5,60±0,08 <sup>b</sup>	5,81±0,02 <sup>b</sup>	5,72±0,19 <sup>b</sup>
5:100	120	20	4,87±0,13 <sup>b</sup>	4,53±0,36 <sup>b</sup>	5,68±0,07 <sup>b</sup>	5,53±0,04 <sup>b</sup>	5,98±0,07 <sup>b</sup>
5:100	-	40	-	-	5,05±0,07 <sup>b</sup>	5,60±0,21 <sup>b</sup>	5,48±0,02 <sup>b</sup>
10:100	1	1	7,13±0,46 <sup>a</sup>	7,21±0,10 <sup>a</sup>	6,83±0,24 <sup>a</sup>	6,66±0,32 <sup>a</sup>	7,29±0,11 <sup>a</sup>
10:100	10	5	6,39±0,61 <sup>a</sup>	5,57±0,04 <sup>a</sup>	5,87±0,47 <sup>a</sup>	6,17±0,42 <sup>a</sup>	6,74±0,16 <sup>a</sup>
10:100	30	10	5,54±0,32 <sup>a</sup>	4,79±0,21 <sup>a</sup>	5,62±0,41 <sup>a</sup>	5,75±0,22 <sup>a</sup>	6,26±0,16 <sup>a</sup>
10:100	60	15	4,86±0,53 <sup>a</sup>	4,55±0,16 <sup>a</sup>	5,67±0,09 <sup>a</sup>	5,73±0,22 <sup>a</sup>	5,96±0,14 <sup>a</sup>
10:100	120	20	4,39±0,04 <sup>a</sup>	5,76±0,12 <sup>a</sup>	5,59±0,36 <sup>a</sup>	5,67±0,54 <sup>a</sup>	5,86±0,07 <sup>a</sup>
10:100	-	40	-	-	6,87±0,26 <sup>a</sup>	5,73±0,37 <sup>a</sup>	5,75±0,38 <sup>a</sup>
15:100	1	1	6,69±0,82 <sup>b</sup>	7,03±1,99 <sup>b</sup>	6,59±0,03 <sup>b</sup>	5,68±0,19 <sup>b</sup>	5,74±0,11 <sup>b</sup>
15:100	10	5	6,41±2,10 <sup>b</sup>	5,23±0,37 <sup>b</sup>	6,07±0,35 <sup>b</sup>	5,71±0,05 <sup>b</sup>	5,71±0,12 <sup>b</sup>
15:100	30	10	4,42±0,68 <sup>b</sup>	4,80±0,53 <sup>b</sup>	5,60±0,08 <sup>b</sup>	5,20±0,07 <sup>b</sup>	5,09±0,24 <sup>b</sup>
15:100	60	15	3,78±0,76 <sup>b</sup>	5,11±1,08 <sup>b</sup>	5,69±0,07 <sup>b</sup>	5,15±0,06 <sup>b</sup>	5,45±0,69 <sup>b</sup>
15:100	120	20	3,62±0,11 <sup>b</sup>	7,35±1,05 <sup>b</sup>	6,87±0,26 <sup>b</sup>	6,72±0,33 <sup>b</sup>	6,43±0,58 <sup>b</sup>
15:100	-	40	-	-	6,59±0,03 <sup>b</sup>	6,56±0,18 <sup>b</sup>	6,25±0,17 <sup>b</sup>

a, b katı:solvent oranına göre p≤0,05 değerinde fark önemlidir.

Çizelge 4.5  $\Delta E^*$  değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve mikrodalga gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)		Mikrodalga gücü				
	90 W 180 W	270 W 360 W 450 W	90 W	180 W	270 W	360 W	450 W
5:100	1	1	26,06±0,09 <sup>a</sup>	28,68±0,67 <sup>a</sup>	29,19±0,08 <sup>a</sup>	28,89±0,41 <sup>a</sup>	28,55±0,17 <sup>a</sup>
5:100	10	5	28,16±0,16 <sup>a</sup>	28,12±0,07 <sup>a</sup>	28,97±0,39 <sup>a</sup>	29,01±0,34 <sup>a</sup>	28,23±0,39 <sup>a</sup>
5:100	30	10	28,42±0,16 <sup>a</sup>	28,14±0,12 <sup>a</sup>	28,97±0,39 <sup>a</sup>	28,47±0,08 <sup>a</sup>	28,02±0,09 <sup>a</sup>
5:100	60	15	28,22±0,14 <sup>a</sup>	28,76±0,72 <sup>a</sup>	28,18±0,36 <sup>a</sup>	28,54±0,01 <sup>a</sup>	28,53±0,18 <sup>a</sup>
5:100	120	20	29,23±0,73 <sup>a</sup>	29,43±0,24 <sup>a</sup>	28,82±0,06 <sup>a</sup>	28,67±0,05 <sup>a</sup>	28,43±0,23 <sup>a</sup>
5:100	-	40	-	-	29,43±0,33 <sup>a</sup>	29,52±0,34 <sup>a</sup>	29,85±0,01 <sup>a</sup>
10:100	1	1	27,64±0,62 <sup>b</sup>	27,17±0,19 <sup>b</sup>	27,41±0,53 <sup>b</sup>	27,14±0,54 <sup>b</sup>	28,17±0,06 <sup>b</sup>
10:100	10	5	27,02±0,27 <sup>b</sup>	27,06±0,03 <sup>b</sup>	27,28±0,30 <sup>b</sup>	27,25±0,69 <sup>b</sup>	28,14±0,04 <sup>b</sup>
10:100	30	10	27,17±0,25 <sup>b</sup>	28,51±0,02 <sup>b</sup>	28,16±0,92 <sup>b</sup>	27,67±0,23 <sup>b</sup>	28,08±0,06 <sup>b</sup>
10:100	60	15	27,40±0,03 <sup>b</sup>	28,51±0,20 <sup>b</sup>	27,62±0,32 <sup>b</sup>	27,82±0,33 <sup>b</sup>	28,13±0,04 <sup>b</sup>
10:100	120	20	28,03±0,15 <sup>b</sup>	31,12±0,49 <sup>b</sup>	27,96±0,45 <sup>b</sup>	27,95±0,39 <sup>b</sup>	28,50±0,08 <sup>b</sup>
10:100	-	40	-	-	29,19±0,08 <sup>b</sup>	26,46±0,54 <sup>b</sup>	26,84±0,40 <sup>b</sup>
15:100	1	1	26,76±0,62 <sup>ab</sup>	27,82±1,65 <sup>ab</sup>	28,97±0,39 <sup>ab</sup>	27,47±0,30 <sup>ab</sup>	27,64±0,19 <sup>ab</sup>
15:100	10	5	27,64±1,78 <sup>ab</sup>	27,30±0,27 <sup>ab</sup>	28,34±0,39 <sup>ab</sup>	27,89±0,23 <sup>ab</sup>	28,23±0,06 <sup>ab</sup>
15:100	30	10	26,73±0,36 <sup>ab</sup>	28,56±0,53 <sup>ab</sup>	28,18±0,36 <sup>ab</sup>	28,07±0,25 <sup>ab</sup>	28,68±0,32 <sup>ab</sup>
15:100	60	15	28,57±0,16 <sup>ab</sup>	30,67±0,05 <sup>ab</sup>	28,82±0,06 <sup>ab</sup>	28,42±0,34 <sup>ab</sup>	28,83±0,07 <sup>ab</sup>
15:100	120	20	29,70±0,32 <sup>ab</sup>	33,21±0,53 <sup>ab</sup>	29,19±0,08 <sup>ab</sup>	28,89±0,41 <sup>ab</sup>	28,55±0,17 <sup>ab</sup>
15:100	-	40	-	-	28,97±0,39 <sup>ab</sup>	29,01±0,34 <sup>ab</sup>	28,23±0,39 <sup>ab</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$  değerinde fark önemlidir.

#### 4.1.2.3.1 Renk deęerlerine ekstraksiyon süresinin etkisi

İşlem süresinin bütün renk deęerleri üzerine etkileri istatistiki açıdan önemli bulunmuştur (Ek 4.3-4.6).

Ekstraksiyon süresinin L\* deęerleri üzerine etkisi incelendiğinde tüm katı:solvent oranları ve mikrodalga güçleri için genel olarak artan bir eğilimi olduğu ortaya konmuştur. Bir başka ifade ile işlem süresi arttıkça örneğin renginde açılma meydana gelmektedir. (Ek 4.3, Çizelge 4.2). 90 W mikrodalga gücü için 5:100 katı:solvent oranında 10. dakikada  $25,75 \pm 0,12$  olan L\* deęeri 120. dakikada  $28,36 \pm 0,27$  deęerine ulaşmıştır. Bu durumun nedeni fenolik birleşiklerden bazılarının (özellikle renk oluşumunu sağlayanların) yüksek işlem süresi sırasında degrade olmaları nedeniyle ekstrakt renginin açılmasıdır. Buna rağmen TFM miktarı 120. dakikada azalmamıştır (Şekil 4.3). Renksiz bazı fenolik birleşiklerin 30. dakikadan sonra ekstrakte olmaları sebebiyle TFM miktarında azalma görülmemiş olabilir..

a\* deęeri ise fenolik eldesinin en yüksek olduğu 90 ve 180 W mikrodalga güçlerinde 30. dakikada ve 270 W, 360 W ve 450 W mikrodalga güçlerinde ise 20. dakikada en yüksek deęere ulaşmıştır ( Ek 4.4, Çizelge 4.3). a\* kırmızılık deęeri antosiyanın pigmentinin rengi olduğu için a\* deęerinin TFM miktarının en yüksek deęerlere ulaştığı optimum sürelerde en yüksek olması beklenen bir durumdur.

b\* deęeri ekstraksiyon süresi ile genel olarak negatif korelasyon göstermiştir ( Ek 4.5, Çizelge 4.4). Sarılık deęeri ise sarı renkli fenolik birleşiklerin degradasyonlarına paralel olarak işlem süresi uzadıkça elde edilen bu bulgu tüm katı:solvent oranları ve mikrodalga güçleri için geçerli olmaktadır. Benzer bir durum mikrodalga ısıtma işlemiyle konsantre edilen nar sularında da görülmüştür. Yapılan çalışmada işlem süresi artışı ile Hunter b deęerinin 8,69 başlangıç deęerinden 6,78 deęerine düştüğü rapor edilmiştir (Maskan 2006).

Renk farkı ( $\Delta E^*$ ) deęerleri incelendięinde ise ekstraksiyon süresi ile ekstrakt rengi arasında genellikle doęru orantı olduęu tespit edilmiřtir (Ek 4.6 ve izelge 4.5). Fenolik madde miktarı ekstraksiyon süresi artışıyla genellikle pozitif korelasyon göstermektedir. Ekstrakte olan fenolik madde miktarı arttıkça ekstrakt rengi artmaktadır. Krishnaswamy vd. (2013) üzüm çekirdeęinden fenolik birleřikleri mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde ettikleri alıřmalarında ekstraksiyon süresi ve ekstrakt rengi arasında benzer bir iliřki rapor etmiřlerdir.

#### **4.1.2.3.2 Renk deęerlerine mikrodalga gücünün etkisi**

$L^*$  deęerleri incelendięinde istatistiki olarak 180 W güç ve 450 W güçlerde en yüksek deęerler elde edilmiřken; 270 W, 90 W ve 360 W mikrodalga güçlerinde  $L^*$  deęerleri daha düřüktür ve bu güçler arasında istatistiki olarak fark bulunmamıřtır (Ek 4.3). Bu durumun nedeni 180 W deęeri ile 120. dakikalara kadar devam eden yüksek iřlem süresi kombinasyonunun ve 450 W mikrodalga gücünün ekstrakt renginde fenolik deęredasyonu sonucunda açılmaya sebep olması řeklinde açıklanabilir.

$a^*$  deęerleri incelendięinde genel olarak mikrodalga gücü arttıkça  $a^*$  deęerlerinin de arttıęı tespit edilmiřtir (Ek 4.4, izelge 4.3). Mikrodalga gücü artışı kırmızılık rengi veren pigmentlerin ekstraksiyonlarını artırmaktadır. Bu sayede ekstrakt rengi daha kırmızı olmaktadır. De Ancos vd. (1999) mikrodalga ile ısıtılmıř ve ısıtılmamıř ilek pürelerrinin  $a^*$  deęerleri arasında istatistiki olarak önemli derecede deęiřim görölmedięini rapor etmiřlerdir. Aynı zamanda bu sonuca paralel olarak mikrodalga ısıtma süresince toplam antosiyanidin konsantrasyonunda da deęiřme görölmemiřtir. Ancak bařka arařtırmacılar ilek ürünlerinde mikrodalga ısıtma ile toplam antosiyanin miktarının arttıęını tespit etmiřlerdir (Worlstad vd. 1980). Bu arařtırmada iřlem boyunca mikrodalga ısıtmanın dokularda hasara sebep olarak antosiyanin ekstraksiyonunu hızlandırdıęı tespit edilmiřtir.

Ekstraktların  $b^*$  deęerlerinin mikrodalga gücü ile deęiřimi incelendięinde 90 W, 180 W ve 450 W mikrodalga güçlerinde yüksek deęerler aldıęı görölümüřtür ( Ek 4.5, izelge

4.4). Bu durum düşük mikrodalga gücü ve yüksek ekstraksiyon süresi kombinasyonu ya da yüksek mikrodalga gücünde fenolik birleşiklerin degradasyonuna bağlı olarak renkte sarılık oluştuğu şeklinde açıklanabilir.

$\Delta E^*$  değerlerine göre mikrodalga güçleri karşılaştırıldığında 180 W ve 450 W güçleri, 90 W, 270 W ve 360 W mikrodalga güçlerine göre istatistiki olarak daha yüksek toplam renk farkı elde etmeyi sağlamıştır (Çizelge 4.5, Ek 4.6). 180 W mikrodalga gücünde ekstrakte edilen fenolik madde miktarı daha yüksek olduğu için ekstrakt rengi de daha fazladır. Çilek pürelerine mikrodalga ısıtmanın farklı güçlerde uygulandığı bir çalışmada mikrodalga gücü arttıkça renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerlerinin arttığı tespit edilmiştir (De Ancos vd. 1999).

#### **4.1.2.3.3 Renk değerlerine katı:solvent oranının etkisi**

$L^*$  değerleri incelendiğinde en düşük sonuçların 10:100 katı:solvent oranında tespit edildiği anlaşılmaktadır (Çizelge 4.2, Ek 4.3). Bununla birlikte  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri incelendiği zaman ise 10:100 katı:solvent oranında en yüksek değerler elde edildiği ve 5:100 katı:solvent oranının ve 15:100 katı:solvent oranının arasında istatistiki olarak fark bulunmadığı tespit edilmiştir (Çizelge 4.3 ve 4.4, Ek 4.4 ve Ek 4.5). Burada toplam fenolik madde miktarlarıyla renk değerleri arasında olması beklenen ilişki görülememektedir. Renk değerlerine seyreltme faktörü ile düzeltme yapılamadığından bu durum ortaya çıkmaktadır.

Renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerleri incelendiği zaman 5:100 katı:solvent oranında en yüksek sonuçlar elde edildiği görülmektedir (Çizelge 4.5, Ek 4.6). Krishnaswamy vd. (2013) üzüm çekirdeklerinden antioksidanların ekstraksiyonunu mikrodalga destekli sistem ile gerçekleştirdikleri çalışmalarında solvent konsantrasyonunda artışın ekstraktların renk değerlerinde artışa neden olduğunu bulmuşlardır. Ek olarak renk farkı değerleri ile TFM miktarı arasında pozitif korelasyon ( $r=0,133$   $p=0,038$ ) olduğu tespit edilmiştir (Ek 4.6).

#### **4.1.2.4 Optimum mikrodalga destekli ekstraksiyon koşullarında antioksidan aktivite değerleri**

Antioksidan aktivite deneyleri her bir ekstraksiyon koşulu için en yüksek TFM miktarının tespit edildiği sürede gerçekleştirilmiştir. Antioksidan aktivite sonuçları incelendiğinde yalnızca katı:solvent oranının etkisi istatistiki olarak önemli bulunmuştur (Ek 4.8). Çizelge 4.6 incelendiğinde tüm mikrodalga gücü değerleri için katı:solvent oranı azaldıkça antioksidan aktivitenin arttığı görülebilmektedir.

En yüksek antioksidan aktivite değerleri sırasıyla 5:100 katı:solvent oranı için  $15,08 \pm 0,95$  mg DPPH/g kuru madde, 10:100 katı:solvent oranı için  $9,26 \pm 0,51$  mg DPPH/g kuru madde ve 15:100 katı:solvent oranı için ise  $8,47 \pm 0,53$  mg DPPH/g kuru madde olarak bulunmuştur. Tüm mikrodalga güçleri ve katı:solvent oranları dikkate alındığında ise antioksidan aktivitesi veri aralığı 5,01-15,08 mg DPPH/g kuru madde olarak tespit edilmiştir. İnce vd. (2014) ısırgan ile yaptıkları mikrodalga destekli ekstraksiyon çalışmasında antioksidan aktivite değerini en yüksek 4,16 mg DPPH/g kuru madde olarak rapor etmişlerdir. Ayrıca elde ettikleri bu değerın konvansiyonel ekstraksiyonla elde edilenden (3,86 mg DPPH/g kuru madde) daha yüksek olduğunu ortaya koymuşlardır. Çalışmamızda benzer şekilde mikrodalga destekli ekstraksiyonla konvansiyonel yöntemle (8,78 mg DPPH/g kuru madde) kıyasla daha yüksek antioksidan aktivite değeri tespit edilmiştir. Bu durumun nedeni mikrodalga destekli ekstraksiyonun konvansiyonel yöntemle kıyasla daha az işlem süresine sahip olmasıdır. Mikrodalga destekli sistemle elde edilen ekstraktlardaki daha kısa süre ekstraksiyon işlemine maruz kalan fenolik birleşiklerin antioksidan aktivitesi konvansiyonel metotla elde edilen ekstraktlara göre daha yüksek olmaktadır.

Çizelge 4.6 Farklı mikrodalga destekli ekstraksiyon koşulları için antioksidan aktivite değerleri

Mikrodalga Gücü (W)	Katı:Solvent Oranı (g:ml)	Antioksidan Aktivite (mg DPPH/g kuru madde)
90	5:100	13,60±1,17 <sup>a</sup>
180	5:100	15,08±0,95 <sup>a</sup>
270	5:100	14,18±0,95 <sup>a</sup>
360	5:100	14,45±1,09 <sup>a</sup>
450	5:100	13,86±0,92 <sup>a</sup>
90	10:100	8,50±1,63 <sup>b</sup>
180	10:100	8,96±0,57 <sup>b</sup>
270	10:100	9,26±0,51 <sup>b</sup>
360	10:100	8,88±0,70 <sup>b</sup>
450	10:100	8,79±0,55 <sup>b</sup>
90	15:100	8,47±0,53 <sup>c</sup>
180	15:100	6,30±0,34 <sup>c</sup>
270	15:100	6,90±0,23 <sup>c</sup>
360	15:100	5,01±0,29 <sup>c</sup>
450	15:100	7,27±0,34 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$ te fark önemlidir.

#### 4.1.2.5 Gilaburudan mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde edilen en baskın fenolik bileşiklerin miktarlarının belirlenmesi

Literatür araştırmasına göre gilaburuda en yüksek miktarda bulunan iki fenolik bileşik baskın olarak belirlenmiş ve bu çalışmada araştırılmasına karar verilmiştir. Bu baskın fenolik birleşikler Çam (2005) tarafından gerçekleştirilen çalışmada sırasıyla klorojenik asit (798.81 mg/L) ve kafeik asit (26,22 mg/L) olarak tespit edilmiştir.

Mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi için en yüksek TFM miktarı elde edilen koşul 5:100 g:ml katı solvent oranı, 360 W mikrodalga gücü ve 15 dakika işlem süresidir. Klorojenik asit ve kafeik asit miktarlarının belirlenmesi için bu koşul seçilmiştir. Bu noktada klorojenik asit ve kafeik asit miktarları sırasıyla 16,76±0,28 mg /g kuru madde ve 0,004±0,00001 mg/g kuru madde olarak tespit edilmiştir (Ek 3.1, 3.2). Ahududunun mikrodalga destekli ekstraksiyonunu yaptıkları bir çalışmada optimum koşullarda klorojenik asit miktarı 2,50 mg/g ve kafeik asit miktarı ise 0,39 mg/g olarak bulunmuştur (Teng vd. 2013). Maviyemiş meyvesinde yapılan bir başka çalışmada ise

klorogenik asit miktarı 3,98 µg/mg of kuru madde bulunmuşken kafeik asite rastlanmamıştır (Mollica vd. 2016). Çalışmamızda klorogenik asit miktarı yönünden yüksek sonuçlar elde edilmiştir. Bu durum meyvenin kendi başlangıç içeriğine de bağlı olarak açıklanabilir.

#### **4.1.3 Ultrason destekli ekstraksiyon işlemi ön denemeleri**

Ultrason propla ekstraksiyon işlemi için ultrason gücü olarak 14 W, 35 W ve 56 W seçilmiştir. Ortam sıcaklığı 25 °C'de ekstraksiyon süresince sabit tutulmuştur. Ön denemelerde ekstraksiyon süresi olarak 1, 10, 20, 30 ve 60 dakika her bir katı:solvent oranı için uygulanmış ve TFM miktarları tespit edilmiştir. Ultrason 20 kHz frekansta çalışmaktadır.

#### **4.1.4 Ultrason destekli ekstraksiyon**

##### **4.1.4.1 TFM miktarı**

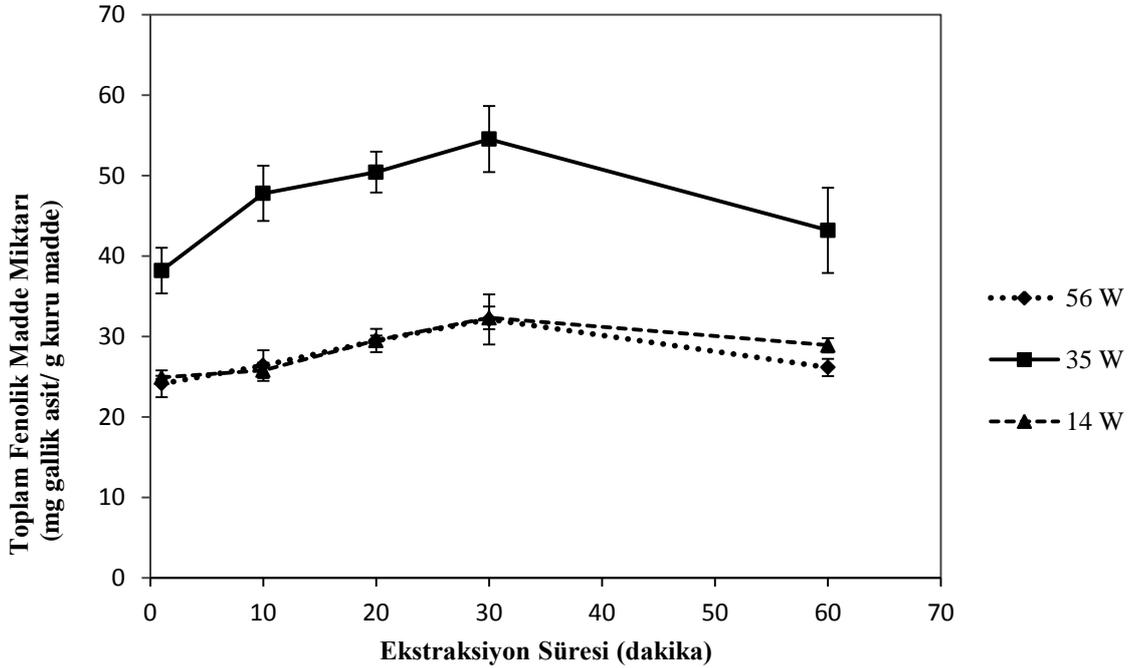
Çalışmamızda ultrason destekli ekstraksiyon süresince farklı güç ve sürelerde, farklı katı:solvent oranlarına göre yapılan denemelerde gilaburunun TFM içeriğinin 17,92±0,82 ile 54,56±4,11 mg gallik asit /g kuru madde değerleri arasında değiştiği görülmektedir (Ek 2.2). Ekstraksiyon süresi, ultrason gücü ve katı:solvent oranı bağımsız değişkenlerinin TFM miktarları üzerine etkileri istatistiki olarak önemli bulunmuştur (Ek 4.9).

##### **4.1.4.1.1 TFM miktarına ekstraksiyon süresinin etkisi**

TFM miktarına ekstraksiyon süresinin etkisi incelediğinde belirli bir işlem süresine kadar TFM miktarının arttığı, bir süre sabitlendikten sonra işlem süresiyle azaldığı görülmektedir (Ek 4.9, Şekil 4.13). Bütün katı:solvent oranlarında ve ultrason

güçlerinde işlem süresi 20. dakikaya ulaştığında 30. dakika ile aralarında TFM miktarları bakımından istatistiki olarak önemli derecede bir fark olmadığı tespit edilmiştir (Ek 4.9). Bu durum ekstraksiyonun 20. dakikada bittiğini göstermektedir. Ekstraksiyonda denge kavramı bu sonucu en iyi açıklayan kavramdır. Ekstraksiyon işlemi sırasında bir noktadan sonra sistem doyuma ulaşır ve gıda matriksi ile çözgen katmanı arasında ozmotik dengenin oluşmasına bağlı olarak difüzyon hızı çok yavaşlar ve daha fazla fenolik maddenin ekstraksiyonu mümkün olmaz.

Literatürde benzer şekilde Da Porto vd. (2013) üzümünden fenolik maddelerin ultrason destekli ekstraksiyonu sırasında işlemin TFM miktarına göre 30 dakikada tamamlandığı sonucuna varmışlardır. İnce vd. (2013) melisadan fenolik bileşiklerin ekstraksiyonunu çalıştıkları bir araştırmada 20 dakika ekstraksiyonun optimum TFM miktarına ulaşmak için yeterli olduğunu rapor etmişlerdir. Bu duruma benzer literatürde başka çalışmalar da bulunmaktadır (Chemat vd. 2004, Shalmashi 2009).



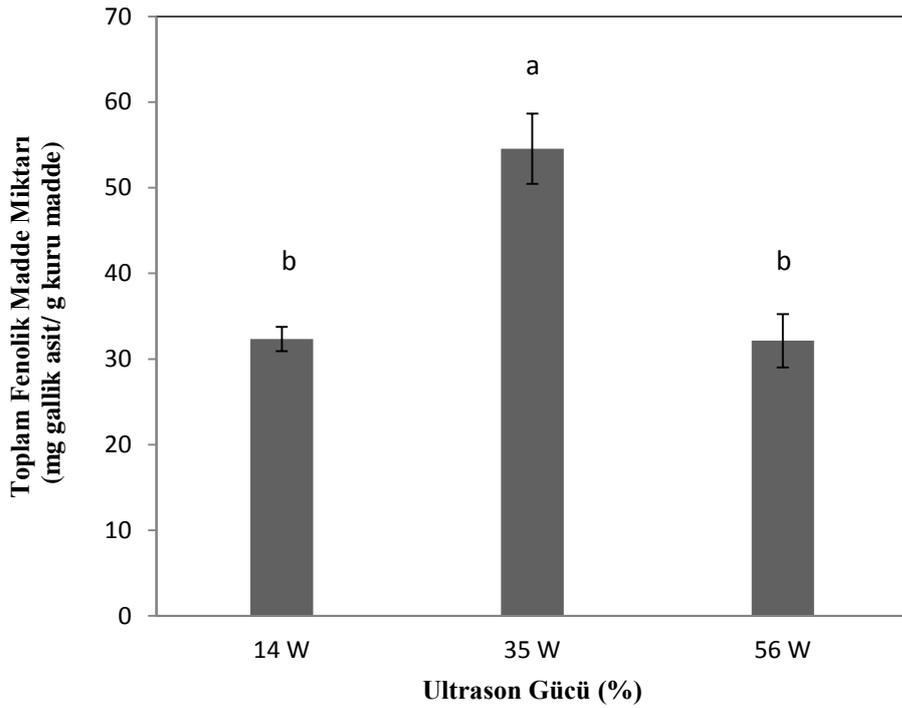
Şekil 4.13 Farklı ultrason güçlerinde 5:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının süre ile değişimi

TFM miktarı incelendiğinde 30. dakikadan sonra bütün güçlerde 5:100 katı:solvent oranında bariz şekilde fark edilen bir azalma görülmektedir (Şekil 4.13 ve Ek 4.9). Fick'in ikinci kanunu difüzyon kavramını çok iyi bir şekilde açıklamaktadır. Buna göre belirli bir süre sonra katı materyaldeki (bitki matriksindeki) çözünen konsantrasyonu ve yığın çözeltideki (solvent) çözünen konsantrasyonu dengeye gelmektedir. Bu denge sonucunda daha fazla çözünme görülmemektedir. Bu süreden sonra ultrasonik dalgalara maruz kalan fenolik maddeler uzun işlem süresinde yapısal degradasyona uğrayarak TFM miktarının azalmasına neden olurlar (Maran vd. 2015).

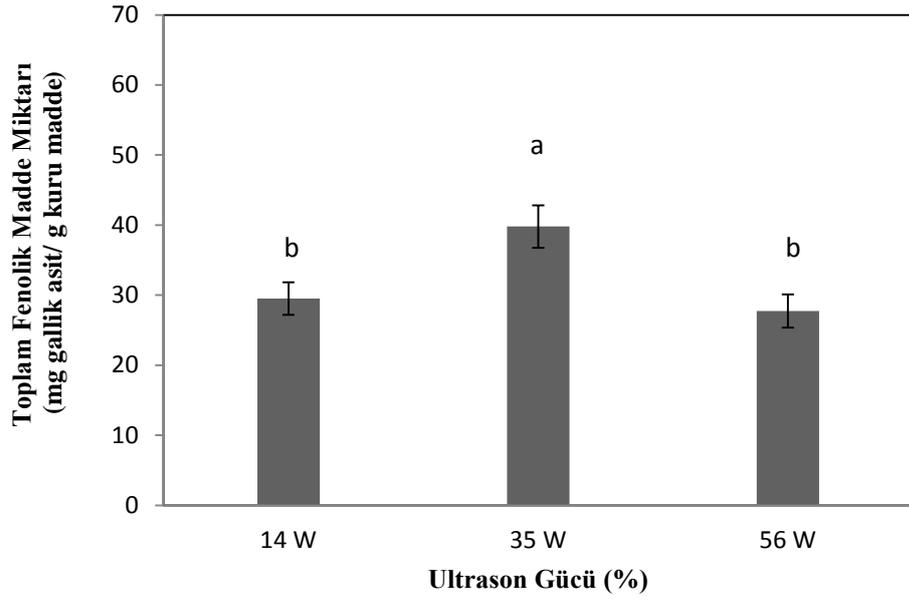
#### **4.1.4.1.2 TFM miktarına ultrason gücünün etkisi**

TFM miktarları karşılaştırıldığında istatistiki olarak önemli derecede yüksek güçte yapılan ultrason destekli ekstraksiyonun fenolik bileşiklerin degradasyonuna neden olduğu sonucuna varılmıştır (Şekil 4.16-4.18). Bu duruma benzer bir sonuç İnce vd. (2013)'nın melisa bitkisi ile fenolik ekstraksiyonu yaptıkları çalışmalarında da tespit edilmiştir. Bu çalışmada 56 W ultrason gücüne kıyasla 35 W ultrason gücünde TFM miktarlarının daha yüksek bulunduğu rapor edilmiştir. Literatürde başka araştırmalarda da yüksek ultrason gücünün fenolik birleşiklerin degradasyonuna neden olduğu bulunmuştur (Chemat vd. 2004; Gogate vd. 2004; Ma vd. 2009). Bu durumun nedeni Hayat vd. (2009)'a göre ultrasonikasyonun yüksek güçlerde sulu ortamda serbest radikaller oluşumuna neden olarak aktif bileşiklerin oksidasyonuna ve degradasyonuna sebep olmasıdır. Ultrasonik dalgalarda ortam içerisinden geçerken kavite ve dokularda hasar oluşur (Quan vd. 2009), bu durum mikro jet oluşumunu ve akustik dalga akışını tetikler (Vinatoru 2001). Materyal kabarır şişer ve hücre içindeki delikler mikrojetler ve şok dalgaları nedeniyle genişler (Luque-García ve Luque de Castro 2003), bu durum ilk başta TFM miktarını artırır. Ancak ultrason gücü arttırıldığında kavite sayısı da direkt olarak artar. Bu yüzden yüksek güç değerlerinde kavite sayısındaki keskin artış ultrason enerjisinin ortama iletiminin de üzerinde negatif bir etki yaratarak TFM miktarında düşüşe neden olur (Filgueiras vd. 2000).

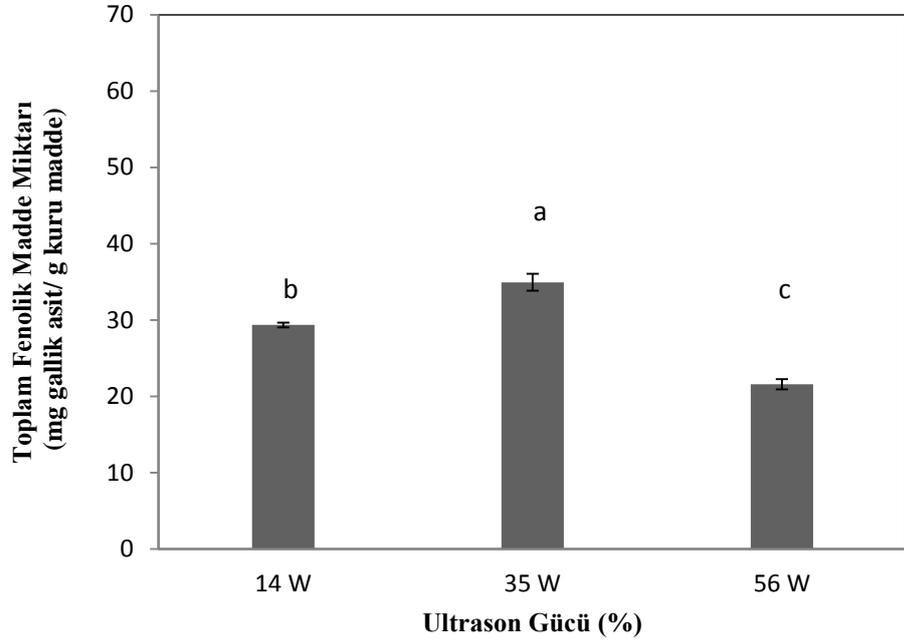
14 W güç ile 35 W güç sonuçlarını istatistiki olarak kıyasladığımızda ise en iyi sonuçların 35 W güçte elde edildiği görülebilmektedir (Ek 4.9, Şekil 4.14-4.16). Bu durumun nedeni düşük güçte yetersiz ultrasonikasyon sonucunda hücre dokularında yeterince parçalanma oluşmaması ve bu durumun ekstraksiyonu yetersiz kılması olabilir. Başka çalışmalarda da ultrasonikasyon gücünün artışı TFM miktarını belli bir düzeye kadar arttırmıştır. Örneğin Dahmoune vd. (2013)'nin limondan ultrason destekli ekstraksiyonla fenolik birleşiklerin elde edilmesi üzerine yaptıkları çalışmalarında TFM miktarının %20 ve %40 güçlerde sabit kaldığını ancak %60 güçte arttığını tespit etmişlerdir. Bu durumun nedeni güç artışının hücre duvarını parçalayarak katı ve sıvı faz arasındaki temas yüzey alanını artırıp solventin materyale daha iyi nüfuz etmesini sağlamasıdır (Jerman vd. 2010; Ma vd. 2009).



Şekil 4.14 5:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının ultrason gücü ile değişimi (optimum süreler 14 W, 35 W ve 56 W güçler için sırasıyla 30, 30 ve 30 dakika)



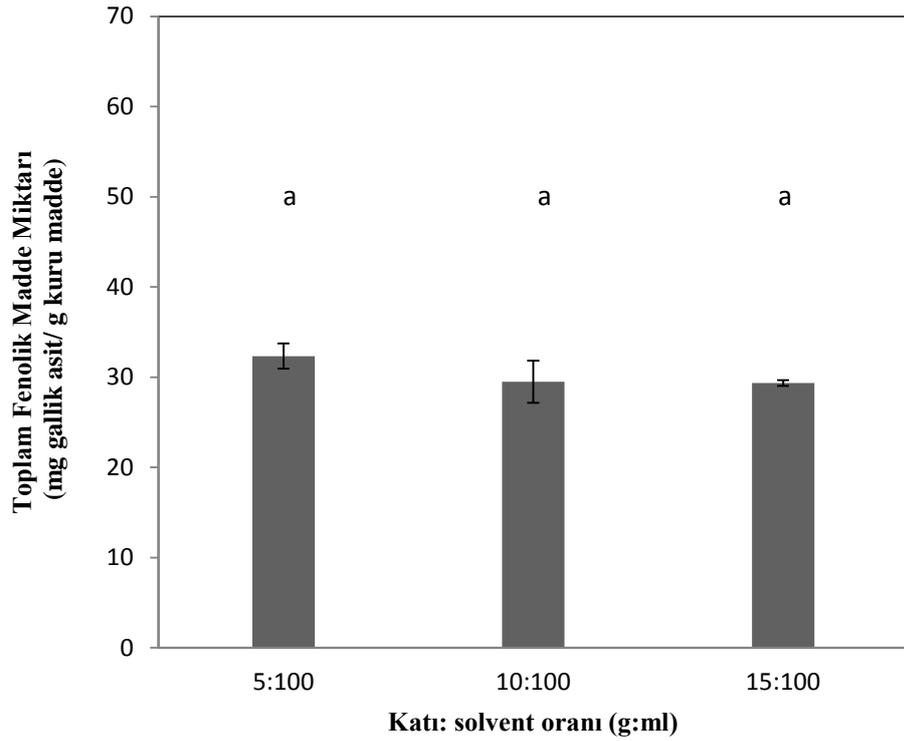
Şekil 4.15 10:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının ultrason gücü ile değişimi (optimum süreler 14 W, 35 W ve 56 W güçler için sırasıyla 60, 30 ve 30 dakika)



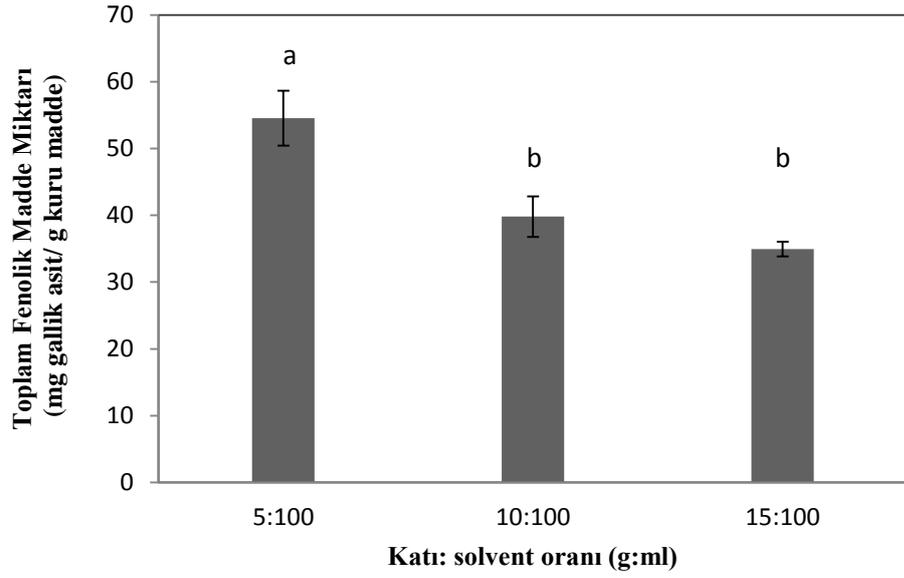
Şekil 4.16 15:100 katı: solvent oranında gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının ultrason gücü ile değişimi (optimum süreler 14 W, 35 W ve 56 W güçler için sırasıyla 60, 20 ve 60 dakika)

#### 4.1.4.1.3 TFM miktarına katı:solvent oranının etkisi

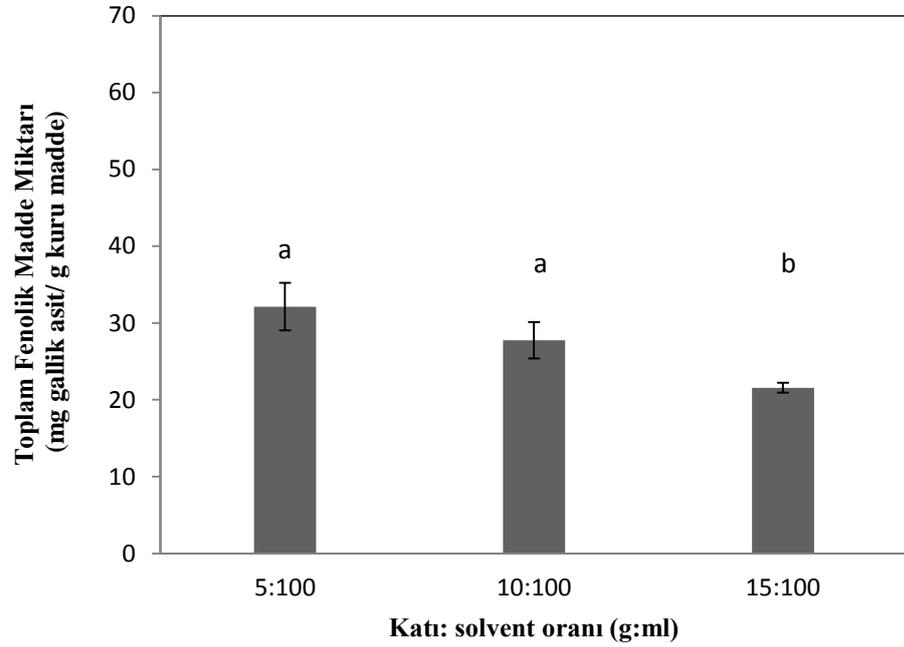
35 W ve 56 W ultrason gücü için katı:solvent oranları kıyaslandığında TFM miktarı istatistiki olarak önemli derecede 5:100 katı:solvent oranında en yüksek değerde bulunmuştur (Ek 4.9, 4.17- 4.19). Artan solvent miktarının konsantrasyon gradyanını arttırması ve bu sayede daha fazla fenolik madde ekstraksiyonunun sağlanması sayısal olarak katı:solvent oranı azaldıkça TFM miktarındaki artışı açıklayabilmektedir. Literatürde başka çalışmalarda da bu durum desteklenmiştir (Alekovski vd. 1998, Cacace ve Mazza 2003, Sayyar vd. 2009, Bi vd. 2011). Ancak 14 W ultrason gücünün çok düşük bir güç olması katı:solvent oranlarının TFM miktarı üzerindeki etkisinin istatistiksel olarak önemsiz bulunmasına neden olmuştur.



Şekil 4.17 14 W ultrason gücü ile gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 30, 60 ve 60 dakika)



Şekil 4.18 35 W ultrason gücü ile gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 30, 30 ve 20 dakika)



Şekil 4.19 56 W ultrason gücü ile gerçekleştirilen ultrason destekli ekstraksiyon işlemi sırasında TFM miktarının katı:solvent oranı ile değişimi (optimum süreler 5:100, 10:100 ve 15:100 g:ml katı:solvent oranları için sırasıyla 30, 30 ve 60 dakika)

#### **4.1.4.2 Ekstraksiyon verimi**

Çizelge 4.7 incelendiğinde işlem süresi, ultrason gücü ve katı:solvent oranı bağımsız değişkenlerinin ekstraksiyon verimine etkileri istatistiki açıdan anlamlı bulunmuştur (Ek 4.10).

##### **4.1.4.2.1 Ekstraksiyon verimine işlem süresinin etkisi**

Verim değerleri ile ekstraksiyon sürelerinin belirli bir değere kadar pozitif korelasyon gösterdiği ve bu değerden sonra sistemin dengeye gelerek ekstraksiyon işlemine devam edilmesine gerek kalmadığı tespit edilmiştir (Çizelge 4.7, Ek 4.10). Bu denge noktası çalışmamızda 30. dakika olarak bulunmuştur.

##### **4.1.4.2.2 Ekstraksiyon verimine ultrason gücünün etkisi**

Güçler kıyaslandığında ekstraksiyon verimlerinin 35 W ultrason gücünde diğer ultrason güçlerine göre istatistiki olarak önemli derecede daha fazla olduğu tespit edilmiştir. (Ek 4.10). Örneğin 5:100 katı:solvent oranında ve 30 dakika işlem süresinde elde edilen ekstraktların TFM miktarları 14 W ultrason gücünde %43,97, 56 W ultrason gücünde %44,38 olarak hesaplanmışken; 35 W ultrason gücü uygulandığında bu değer %75,35 olarak bulunmuştur. Pek çok araştırma yüksek ultrason gücünde materyalin yüksek kayma kuvvetlerine maruz kalarak (ortamın özelliklerine ve doğasına bağlı olarak) materyalde birçok temel değişimlere neden olduğunu göstermektedir. Ancak en iyi sonuçları verecek minimum güç değeri seçilecek şekilde gıda endüstrisinde bu parametre genellikle optimize edilerek kullanılmaktadır. (Bermúdez-Aguirre vd. 2011).

Ultrason gücünün etkisi 5:100 katı:solvent oranında daha belirgindir. 30. dakikada ekstraksiyon verimi ultrason gücü 14 W değerinden 35 W'a çıkarıldığında ekstraksiyon verimi 5:100 katı:solvent oranında %43,97 değerinden %75,35 değerine yükselmişken; 10:100 katı:solvent oranında %39,69 değerinden %54,97 değerine yükselmiştir (Çizelge 4.7). Bu durumun nedeni birim katı başına düşen solvent miktarı arttıkça ekstraksiyon veriminin artmasıyla ultrason gücünün etkisinin yükselmesidir.

#### 4.1.4.2.3 Ekstraksiyon verimine katı:solvent oranının etkisi

Katı:solvent oranları incelendiğinde tüm ekstraksiyon sürelerinde ve bütün ultrason güçlerinde ekstraksiyon verimlerinin katı:solvent oranıyla negatif korelasyon gösterdiği sonucuna varılmıştır (Ek 4.10). İşlem süresi 30 dakika ve 35 W ultrason gücü uygulanan ekstraksiyon koşullarında ekstraksiyon verimi 5:100 katı:solvent oranında %75,35, 10:100 katı:solvent oranında %54,97 ve 15:100 katı:solvent oranında %43,46 olarak hesaplanmıştır (Çizelge 4.7). Bu durumun nedeni birim madde başına düşen solvent miktarındaki artışın solventin ekstrakte edilen meyvenin yapısına daha iyi nüfuz ederek ekstraksiyon verimini artırmasıdır.

Çizelge 4.7 Ekstraksiyon veriminin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi

Katı:solvent oranı	Süre (dakika)	Ultrason gücü		
		14 W	35 W	56 W
5:100	1	34,48±0,28 <sup>a</sup>	52,78±5,18 <sup>a</sup>	33,35±2,50 <sup>a</sup>
5:100	10	35,90±2,37 <sup>a</sup>	66,03±6,59 <sup>a</sup>	36,47±2,70 <sup>a</sup>
5:100	20	41,54±1,92 <sup>a</sup>	69,68±7,86 <sup>a</sup>	40,76±2,64 <sup>a</sup>
5:100	30	43,97±2,26 <sup>a</sup>	75,35±8,57 <sup>a</sup>	44,38±4,40 <sup>a</sup>
5:100	60	39,64±1,13 <sup>a</sup>	59,68±7,62 <sup>a</sup>	36,14±1,68 <sup>a</sup>
10:100	1	30,75±1,70 <sup>b</sup>	41,74±6,29 <sup>b</sup>	31,97±1,98 <sup>b</sup>
10:100	10	36,52±2,39 <sup>b</sup>	49,88±6,10 <sup>b</sup>	33,57±2,69 <sup>b</sup>
10:100	20	39,58±2,02 <sup>b</sup>	54,69±0,73 <sup>b</sup>	36,18±0,66 <sup>b</sup>
10:100	30	39,69±3,26 <sup>b</sup>	54,97±5,15 <sup>b</sup>	38,32±3,33 <sup>b</sup>
10:100	60	39,56±5,05 <sup>b</sup>	48,74±5,76 <sup>b</sup>	32,82±4,78 <sup>b</sup>
15:100	1	29,96±1,08 <sup>c</sup>	32,88±1,67 <sup>c</sup>	24,79±2,11 <sup>c</sup>
15:100	10	35,26±2,57 <sup>c</sup>	44,44±5,55 <sup>c</sup>	24,76±1,38 <sup>c</sup>
15:100	20	40,22±0,54 <sup>c</sup>	48,24±1,70 <sup>c</sup>	28,32±0,20 <sup>c</sup>
15:100	30	40,11±1,14 <sup>c</sup>	43,46±0,34 <sup>c</sup>	29,07±0,70 <sup>c</sup>
15:100	60	37,66±4,39 <sup>c</sup>	39,46±3,52 <sup>c</sup>	29,80±1,66 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$  değerinde fark önemlidir.

### 4.1.4.3 Renk deęerleri

#### 4.1.4.3.1 Renk deęerlerine iřlem süresinin etkisi

L\* deęerleri incelendięinde ekstraksiyon süresi uzadıkça genel olarak L\* deęerinin azaldığı bir başka ifade ile ekstraktların koyulařtıęı görölmüřtür (Ek 4.11, Çizelge 4.8). Fenolik birleřiklerin ekstraksiyon süresine baęlı olarak konsantrasyonlarının artması sonucunda ekstrakt renginde koyulařma görölmektedir.

Ultrason destekli ekstraksiyon 25 °C'de geręekleřtirildięi için iřlem süresi artıřıyla sıcaklık yükselmemiř ve yüksek sıcaklık etkisiyle geręekleřen fenolik degradasyonları görölmemiřtir, böylece ekstrakt renginde kayıp olmamıřtır. Greyfurt suyunun ultrason iřlemine tabi tutulduęu bir çalıřmada en düşük L\* (aydınlık) deęeri 30, 60 ve 90 dakika iřlem süreleri kıyaslandığında 90 dakika iřlem süresinde görölmüřtür (Aadil vd. 2013). Benzer bir trend guava suyunun ultrason ile iřlendięi bir başka çalıřmada da rapor edilmiřtir (Cheng vd. 2007).

a\* ve b\* deęerlerine bakılacak olursa TFM miktarının en yüksek olduęu ekstraksiyon süreleri olan 30. dakikada bu deęerlerin de en yüksek olduęu Çizelge 4.9 ve 4.10 ile Ek 4.12 ve 4.13 incelendięinde anlařılmaktadır. Bu durumun sebebi fenolik maddelerin kırmızı veya sarı renkte olabilmesi ve iřlem süresiyle miktarındaki artıřın a\* (kırmızılık) ve b\* (sarılık) deęerlerine yansımadır. Benzer řekilde Tiwari vd. (2009) böęürtlen suyuna ultrasonikasyon uyguladıkları bir çalıřmada a\* deęerinin iřlem süresi ile arttıęını tespit etmiřlerdir. Çalıřmamızı destekleyen dięer bir sonuç Valero vd. (2007)'nin portakal suyunda ultrason iřleminin etkisini incelendięi çalıřmada tespit edilmiřtir. Ultrason iřlemi kırmızılık (a\*) ve sarılık (b\*) deęerlerinde bir artıř ve parlaklık (L\*) deęerinde bir azalmaya neden olmuřtur.

Ek 4.14'te görölebileceęi üzere iřlem süresinin renk farkı deęerleri üzerine etkisi önemli bulunmamıřtır.

Çizelge 4.8 L\* renk değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)	Ultrason gücü		
		14 W	35 W	56 W
5:100	1	26,90±0,04 <sup>a</sup>	27,31±0,72 <sup>a</sup>	27,06±0,12 <sup>a</sup>
5:100	10	26,02±2,15 <sup>a</sup>	26,41±0,32 <sup>a</sup>	26,87±0,10 <sup>a</sup>
5:100	20	27,09±0,05 <sup>a</sup>	26,14±0,70 <sup>a</sup>	26,55±0,16 <sup>a</sup>
5:100	30	26,65±0,18 <sup>a</sup>	26,43±0,41 <sup>a</sup>	26,49±0,36 <sup>a</sup>
5:100	60	26,38±0,25 <sup>a</sup>	26,58±0,34 <sup>a</sup>	26,57±0,12 <sup>a</sup>
10:100	1	24,27±0,11 <sup>b</sup>	24,15±0,05 <sup>b</sup>	24,40±0,06 <sup>b</sup>
10:100	10	24,29±0,11 <sup>b</sup>	24,79±0,04 <sup>b</sup>	24,44±0,15 <sup>b</sup>
10:100	20	23,97±0,12 <sup>b</sup>	24,95±0,57 <sup>b</sup>	24,32±0,14 <sup>b</sup>
10:100	30	24,27±0,09 <sup>b</sup>	24,29±0,03 <sup>b</sup>	24,29±0,09 <sup>b</sup>
10:100	60	24,15±0,03 <sup>b</sup>	24,48±0,46 <sup>b</sup>	24,28±0,05 <sup>b</sup>
15:100	1	23,83±0,39 <sup>c</sup>	24,37±0,04 <sup>c</sup>	23,36±0,14 <sup>c</sup>
15:100	10	23,36±0,06 <sup>c</sup>	24,00±0,21 <sup>c</sup>	23,48±0,26 <sup>c</sup>
15:100	20	23,71±0,07 <sup>c</sup>	23,83±0,12 <sup>c</sup>	23,64±0,28 <sup>c</sup>
15:100	30	23,65±0,45 <sup>c</sup>	23,99±0,02 <sup>c</sup>	23,14±0,12 <sup>c</sup>
15:100	60	23,25±0,21 <sup>c</sup>	23,80±0,47 <sup>c</sup>	23,36±0,02 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre p≤0,05 değerinde fark önemlidir.

Çizelge 4.9 a\* renk değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)	Ultrason gücü		
		14 W	35 W	56 W
5:100	1	10,70±0,11 <sup>b</sup>	9,79±0,26 <sup>b</sup>	9,77±0,08 <sup>b</sup>
5:100	10	10,09±0,27 <sup>b</sup>	9,96±1,08 <sup>b</sup>	10,18±0,43 <sup>b</sup>
5:100	20	10,15±0,55 <sup>b</sup>	9,57±0,09 <sup>b</sup>	10,17±0,84 <sup>b</sup>
5:100	30	10,52±0,46 <sup>b</sup>	9,89±0,42 <sup>b</sup>	10,02±0,07 <sup>b</sup>
5:100	60	10,08±0,60 <sup>b</sup>	10,24±0,39 <sup>b</sup>	10,42±0,06 <sup>b</sup>
10:100	1	10,36±0,33 <sup>a</sup>	9,65±0,06 <sup>a</sup>	10,47±0,04 <sup>a</sup>
10:100	10	10,30±0,17 <sup>a</sup>	10,67±0,05 <sup>a</sup>	10,82±0,26 <sup>a</sup>
10:100	20	10,05±0,15 <sup>a</sup>	10,11±0,05 <sup>a</sup>	10,62±0,45 <sup>a</sup>
10:100	30	10,53±0,08 <sup>a</sup>	10,39±0,21 <sup>a</sup>	11,13±0,25 <sup>a</sup>
10:100	60	10,37±0,11 <sup>a</sup>	10,37±0,19 <sup>a</sup>	11,24±0,11 <sup>a</sup>
15:100	1	9,45±0,03 <sup>c</sup>	9,82±0,07 <sup>c</sup>	9,65±0,19 <sup>c</sup>
15:100	10	9,70±0,09 <sup>c</sup>	9,91±0,13 <sup>c</sup>	9,65±0,03 <sup>c</sup>
15:100	20	9,61±0,13 <sup>c</sup>	10,07±0,39 <sup>c</sup>	9,63±0,20 <sup>c</sup>
15:100	30	9,59±0,09 <sup>c</sup>	10,57±0,18 <sup>c</sup>	10,07±0,07 <sup>c</sup>
15:100	60	9,80±0,36 <sup>c</sup>	10,35±0,29 <sup>c</sup>	9,46±0,13 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre p≤0,05 değerinde fark önemlidir.

Çizelge 4.10 b\* renk değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)	Ultrason gücü		
		14 W	35 W	56 W
5:100	1	7,55±0,04 <sup>a</sup>	6,93±0,30 <sup>a</sup>	6,95±0,17 <sup>a</sup>
5:100	10	6,85±0,24 <sup>a</sup>	7,36±0,58 <sup>a</sup>	7,22±0,18 <sup>a</sup>
5:100	20	6,84±0,43 <sup>a</sup>	6,92±0,11 <sup>a</sup>	7,44±0,34 <sup>a</sup>
5:100	30	7,25±0,24 <sup>a</sup>	7,23±0,20 <sup>a</sup>	7,12±0,15 <sup>a</sup>
5:100	60	7,49±0,65 <sup>a</sup>	7,19±0,18 <sup>a</sup>	7,16±0,19 <sup>a</sup>
10:100	1	7,29±0,21 <sup>a</sup>	6,45±0,06 <sup>a</sup>	7,41±0,09 <sup>a</sup>
10:100	10	7,19±0,12 <sup>a</sup>	7,43±0,05 <sup>a</sup>	7,62±0,15 <sup>a</sup>
10:100	20	6,89±0,16 <sup>a</sup>	6,98±0,28 <sup>a</sup>	7,45±0,34 <sup>a</sup>
10:100	30	7,52±0,03 <sup>a</sup>	6,82±0,11 <sup>a</sup>	7,79±0,19 <sup>a</sup>
10:100	60	6,77±0,11 <sup>a</sup>	6,96±0,34 <sup>a</sup>	7,64±0,05 <sup>a</sup>
15:100	1	6,31±0,32 <sup>b</sup>	6,55±0,04 <sup>b</sup>	5,93±0,18 <sup>b</sup>
15:100	10	6,32±0,07 <sup>b</sup>	6,34±0,29 <sup>b</sup>	6,06±0,12 <sup>b</sup>
15:100	20	5,91±0,03 <sup>b</sup>	6,43±0,37 <sup>b</sup>	5,99±0,28 <sup>b</sup>
15:100	30	5,87±0,06 <sup>b</sup>	6,87±0,24 <sup>b</sup>	6,39±0,10 <sup>b</sup>
15:100	60	6,08±0,27 <sup>b</sup>	6,70±0,14 <sup>b</sup>	5,79±0,06 <sup>b</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$  değerinde fark önemlidir.

Çizelge 4.11  $\Delta E^*$  renk değerlerinin katı solvent oranı, işlem süresi ve ultrason gücü ile değişimi

Katı: solvent oranı	Süre (dakika)	Ultrason gücü		
		14 W	35 W	56 W
5:100	1	29,91±0,03 <sup>a</sup>	29,84±0,51 <sup>a</sup>	29,60±0,05 <sup>a</sup>
5:100	10	28,75±1,99 <sup>a</sup>	29,20±0,22 <sup>a</sup>	29,63±0,10 <sup>a</sup>
5:100	20	29,74±0,25 <sup>a</sup>	28,68±0,66 <sup>a</sup>	29,39±0,52 <sup>a</sup>
5:100	30	29,56±0,38 <sup>a</sup>	29,14±0,18 <sup>a</sup>	29,20±0,28 <sup>a</sup>
5:100	60	29,23±0,47 <sup>a</sup>	29,38±0,14 <sup>a</sup>	29,43±0,05 <sup>a</sup>
10:100	1	27,38±0,09 <sup>b</sup>	26,79±0,07 <sup>b</sup>	27,57±0,03 <sup>b</sup>
10:100	10	27,35±0,03 <sup>b</sup>	27,99±0,04 <sup>b</sup>	27,79±0,27 <sup>b</sup>
10:100	20	26,89±0,02 <sup>b</sup>	27,81±0,59 <sup>b</sup>	27,57±0,39 <sup>b</sup>
10:100	30	27,50±0,06 <sup>b</sup>	27,28±0,10 <sup>b</sup>	27,83±0,23 <sup>b</sup>
10:100	60	27,15±0,05 <sup>b</sup>	27,48±0,55 <sup>b</sup>	27,83±0,02 <sup>b</sup>
15:100	1	26,40±0,42 <sup>c</sup>	27,07±0,05 <sup>c</sup>	25,97±0,05 <sup>c</sup>
15:100	10	26,07±0,06 <sup>c</sup>	26,73±0,30 <sup>c</sup>	26,09±0,27 <sup>c</sup>
15:100	20	26,25±0,03 <sup>c</sup>	26,66±0,34 <sup>c</sup>	26,23±0,12 <sup>c</sup>
15:100	30	26,19±0,42 <sup>c</sup>	27,10±0,15 <sup>c</sup>	26,03±0,06 <sup>c</sup>
15:100	60	25,96±0,03 <sup>c</sup>	26,81±0,26 <sup>c</sup>	25,86±0,06 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$  değerinde fark önemlidir.

#### **4.1.4.3.2 Renk deęerlerine ultrason g¼c¼n¼n etkisi**

Ultrason g¼c¼n¼n L\* deęerlerine etkisi istatistiki olarak ¼nemli bulunmuřtur (Ek 4.11). L\* deęerinin 35 W g¼c¼te en b¼y¼k olduęu ve dięer g¼c¼lerin arasında istatistiki bir fark olmadıęı tespit edilmiřtir (Çizelge 4.8). G¼c¼ artıřıyla aydınlık (L\*) deęerinin artıřı bařka alıřmalarda da g¼r¼lm¼řt¼r (Tiwari vd. 2010, 2009). Bu durumun nedeni bařlangıta sonikasyonun homojenizasyon etkisi sayesinde asılı kalmıř kararsız partik¼llerin okelmesini saęlayarak oksidatif kararmanın azaltılması nedeniyledir (Tiwari vd. 2010).

Renk farkı deęerleri incelendięinde TFM miktarı sonularına benzer řekilde en y¼ksek deęerin 35 W ultrason g¼c¼nde elde edildięi g¼r¼lmektedir (Ek 4.14, Çizelge 4.11).

Ultrason g¼c¼n¼n a\* ve b\* deęerlerine etkisi istatistiki olarak ¼nemli bulunmamıřtır (Ek 4.12-13, Çizelge 4.9- 4.10).

#### **4.1.4.3.3 Renk deęerlerine katı:solvent oranının etkisi**

Katı:solvent oranı ile renk farkı ( $\Delta E$ ) deęerleri arasında negatif korelasyon tespit edilmiřtir (Ek 4.11, 4.14). Renk farkı deęerlerindeki bu durum katı:solvent oranı arttıça ekstrakte olan fenolik madde miktarının azalması ve bu nedenle ekstrakt renginin aılması ile iliřkilendirilebilir.

Katı:solvent oranı arttıça L\* deęeri azalmıř ve renk koyulařmıřtır. Ancak bu durumun aksine TFM miktarı 5:100 katı:solvent oranında en y¼ksek deęerde bulunmuřtur. Renk deęerleri hesaplanırken seyreltme fakt¼r¼ ile hesaplama yapılamaması bu durumun nedenidir.

a\* deęerleri ve b\* deęerleri incelendięinde TFM miktarının artmasına baęlı olarak 10:100 katı:solvent oranında daha y¼ksek deęerlere ulařıldıęı bulunmuřtur (Ek 4.12, 4.13). ¼rneęin 10 dakika iřlem s¼resinde ve 35 W ultrason g¼c¼nde elde edilen

ekstraktların a\* ve b\* değerleri sırasıyla 10:100 katı:solvent oranında 10,67 ve 7,43 iken 15:100 katı:solvent oranında ise 9,91 ve 6,34 değerlerindedir.

Çalışmamızda L\* (r=0,435 p=0,003) ve toplam renk farkı (r=0,420 p=0,004) değerlerinin TFM miktarlarıyla yüksek oranda pozitif korelasyon gösterdiği bulunmuştur (Ek 4.14).

#### 4.1.4.4 Optimum ultrason destekli ekstraksiyon koşullarında antioksidan aktivite değerleri

Çizelge 4.12 incelendiğinde istatistiki olarak katı:solvent oranı arttıkça bütün ultrason güçlerinde antioksidan aktivite değerinin mikrodalga ekstraksiyona benzer şekilde azaldığı görülebilmektedir (Ek 4.16). En yüksek antioksidan aktivite değeri fenolik madde miktarının en yüksek olarak tespit edildiği 5:100 katı:solvent oranında ve 35 W ultrason gücünde bulunmuştur. En yüksek değer 4,91 mg DPPH/ g kuru madde olarak bulunmuştur. Yapılan bir çalışmada ısırgandan fenolik birleşikler ultrason destekli ekstraksiyon ile elde edilmiş ve antioksidan aktiviteleri  $2,95 \pm 0,01$  mg DPPH/g kuru madde olarak hesaplanmıştır (İnce vd. 2014).

Çizelge 4.12 Farklı ultrason ekstraksiyon koşullarında antioksidan aktivite sonuçları

Ultrason Gücü (W)	Katı:Solvent Oranı (g:ml)	Antioksidan Aktivite (mg DPPH/g kuru madde)
56	5:100	4,51±0,38 <sup>a</sup>
56	10:100	3,84±0,43 <sup>b</sup>
56	15:100	3,13±0,28 <sup>c</sup>
35	5:100	4,91±0,51 <sup>a</sup>
35	10:100	3,47±0,17 <sup>b</sup>
35	15:100	3,16±0,20 <sup>c</sup>
14	5:100	4,71±0,22 <sup>a</sup>
14	10:100	3,35±0,32 <sup>b</sup>
14	15:100	3,20±0,09 <sup>c</sup>

a, b katı:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$ te fark önemlidir.

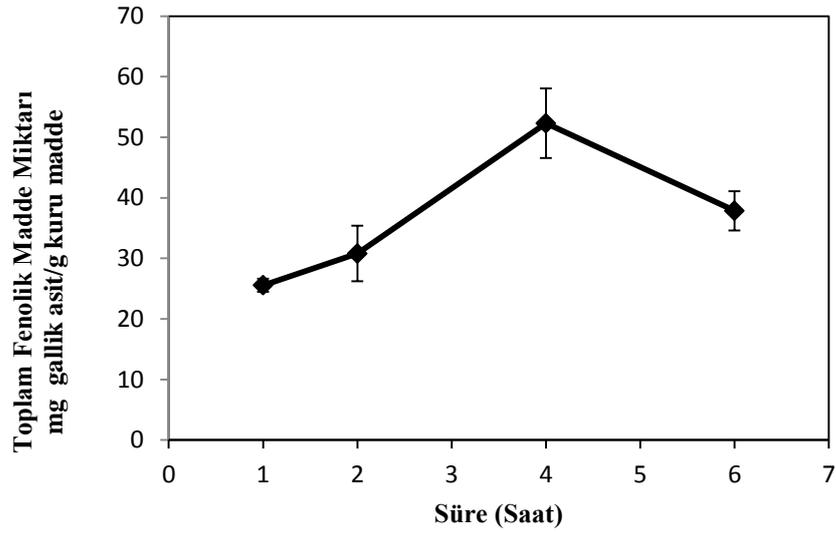
#### **4.1.4.5 Gilaburudan ultrason destekli ekstraksiyon ile elde edilen baskın fenolik bileşiklerin miktarlarının belirlenmesi**

Ultrason destekli ekstraksiyon işleminde en yüksek TFM miktarına ulaşılan ekstraksiyon koşulları optimum koşul olarak seçilmiş olup 5:100 g:ml katı:solvent oranı, 35 W ultrason gücü ve 30 dakika işlem süresidir. Bu noktada klorogenik asit ve kafeik asit miktarları sırasıyla 12,42±1,01mg /g kuru madde ve 0,006±0,00007 mg/g kuru madde olarak tespit edilmişlerdir (Ek 3.3, 3.4). İnce vd. (2012) ısırgan ile yaptıkları çalışmalarında su kullanarak 1:30 katı:solvent oranında %80 ultrason gücünde 30 dakika işlem süresinde klorogenik asit ve kafeik asit miktarlarını sırasıyla 4,453 ve 1,289 mg/ g kuru madde olarak tespit etmişlerdir. Ayrıca gilburu ile ilgili yapılan bir çalışmada gilaburu meyvelerinin 2 037 mg/ kg klorogenik asit içerdikleri ve bu da meyvenin fenolik bileşiklerinin %54'ünün klorogenik asitten oluştuğu bulunmuştur (Velioglu vd. 2006). Çalışmamızda klorogenik asit miktarı Velioglu vd. (2006)'nin yaptıkları çalışmaya göre 6 kat daha fazla bulunmuştur. Bu durumun nedeni ultrason destekli ekstraksiyon koşullarına klorogenik asitin yapısal olarak dayanıklı olması olabilir.

#### **4.1.5 Kontrol olarak kullanılacak konvansiyonel işlemin belirlenmesi için ön denemeler**

Konvansiyonel yöntemin belirlenmesi için iki teknik denenmiştir. Bunlar Soxhlet ekstraksiyonu ve maserasyondur. Soxhlet ekstraksiyon için 5:100 katı: solvent oranında ve 1, 2, 4 ve 6 saat süresince solvent olarak su kullanılarak işlem gerçekleştirilmiştir. Elde edilen örneklerin TFM miktarları belirlenmiştir (Şekil 4.20). İstatistiki analiz sonuçlarına göre en yüksek TFM miktarına sahip örneğin ekstraksiyon süresi 4 saat olarak bulunmuştur (Ek 4.23). TFM miktarları işlem süresine göre sırasıyla 25,56 ± 1,08 mg gallik asit/ g kuru madde, 30,79 ± 4,59 mg gallik asit/ g kuru madde, 52,30±5,73 mg gallik asit/ g kuru madde ve 37,85±3,24 mg gallik asit/ g kuru madde olarak bulunmuştur. Soxhlet ekstraksiyonda ulaşılan en yüksek TFM miktarının maserasyonla elde edilen ekstraktlardaki en yüksek TFM miktarından daha düşük olduğu tespit

edilmiştir. Bu nedenle kontrol olarak soxhlet ekstraksiyon yerine maserasyon tercih edilmiştir. Benzer şekilde, Karabegovic vd. (2014) karayemişte yaptıkları fenolik madde ekstraksiyonunda soxhlet ekstraksiyon sonuçlarını maserasyona göre daha düşük bulmuşlardır.



Şekil 4.20 5:100 katı:solvent oranı ile gerçekleştirilen Soxhlet ekstraksiyonu için işlem süresi ile TFM değişimi

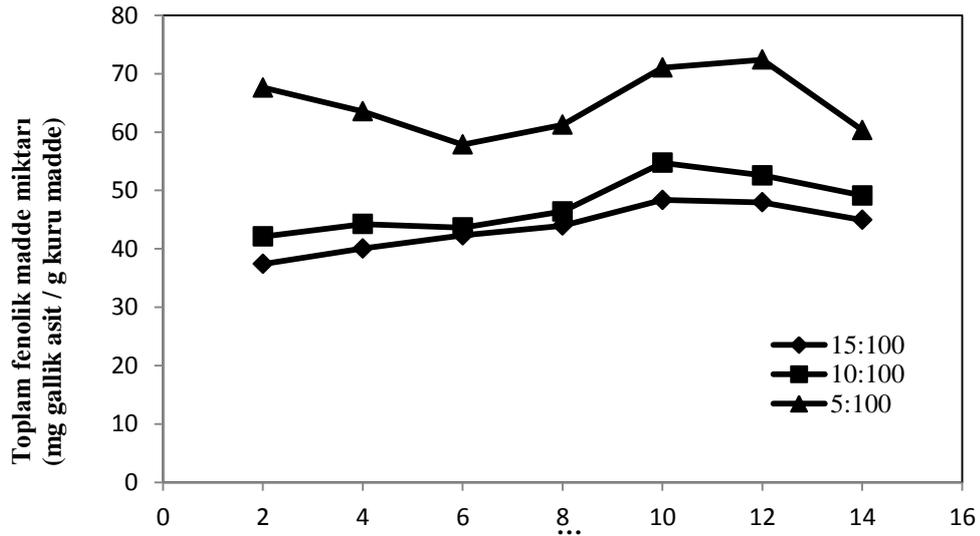
#### 4.1.6 Konvansiyonel ekstraksiyon (Maserasyon)

Şekil 4.21 incelendiğinde katı:solvent oranı azaldıkça TFM miktarının arttığı görülmektedir. Bu etkinin istatistik olarak anlamlı olduğu Ek 4.17'de gösterilmektedir. En yüksek TFM miktarı 5:100 katı:solvent oranında bulunmuştur. İnce vd. (2013) melisa bitkisinden mikrodalga ve ultrason ekstraksiyon ile fenolik bileşiklerin elde edilmesini çalışmışlar ve TFM miktarının ekstaksiyon çeşidine bağlı olmaksızın katı:solvent oranı azaldıkça arttığını bulmuşlardır. Çalışmalarında en yüksek TFM sonuçları 1:10 ve 1:20 katı:solvent oranına kıyasla 1:30 katı:solvent oranında bulunmuştur.

İnce vd. (2013) bu durumun nedeninin 1:30 katı:solvent oranının yüksek konsantrasyon gradienti yaratması olduğunu ve bu yüzden diğer katı:solvent oranlarına kıyasla verimde yüksek ekstraksiyon sağladığını söylemişlerdir. Diğer bir deyişle ekstraksiyon solventinde çözülebilen fenolik madde miktarının artması konsantrasyon gradyanının artması sayesinde gerçekleşmektedir. Bu durum başka çalışmalarda da gözlenmiştir (Alekovski vd. 1998; Cacace ve Mazza 2003; Sayyar vd. 2009).

TFM miktarları üzerine ekstraksiyon süresinin etkisi incelendiğinde istatistiki olarak anlamlı olduğu (Ek 4.19) ve en yüksek TFM miktarına 10. ve 12. saatlerde ulaşıldığı bulunmuştur. Bu bulgular ekstraksiyonun 10. saatte tamamlandığını göstermektedir. Çizelge 4.13’de maksimum TFM miktarlarının elde edildiği konvansiyonel maserasyon koşullarında yapılan antioksidan aktivite ve renk deneylerinin sonuçları gösterilmiştir.

Antioksidan aktivite sonuçları incelendiğinde TFM miktarına paralel olarak katı:solvent oranı azaldıkça antioksidan aktivitenin de arttığı görülebilmektedir. Bu durum elde edilen fenolik birleşiklerin antioksidan aktiviteleri ile açıklanabilir. Literatürde bu bulguya benzer şekilde Durmaz vd. (2015) kapari ile çalışmışlar; ekstraksiyon sonuçlarında 1:30 katı:solvent oranında 1:10 ve 1:20’ye kıyasla en yüksek antioksidan aktiviteyi bulmuşlardır.



Şekil 4.21 Konvansiyonel ekstraksiyon için TFM miktarının ekstraksiyon süresi ile değişimi

Çizelge 4.13 Konvansiyonel ekstraksiyon süresince maksimum fenolik madde içeriğine sahip örneklerin renk ve antioksidan aktivite değerleri

Kati: solvent Oranı (g:ml)	Süre (saat)	TFM Miktarı (mg gallik asit/g kuru madde)	Renk				Antioksidan Aktivite (mg DPPH/g kuru madde)
			L*	a*	b*	$\Delta E^*$	
5:100	12	72,40 <sup>a</sup>	27,08±0,05 <sup>a</sup>	9,80±0,11 <sup>b</sup>	6,67±0,08 <sup>a</sup>	29,56±0,09 <sup>a</sup>	8,785±0,45 <sup>a</sup>
10:100	10	54,72 <sup>b</sup>	24,60±0,08 <sup>b</sup>	9,96±0,01 <sup>b</sup>	6,78±0,03 <sup>a</sup>	27,40±0,07 <sup>b</sup>	7,261±0,51 <sup>b</sup>
15:100	10	48,36 <sup>c</sup>	24,04±0,04 <sup>c</sup>	10,38±0,11 <sup>a</sup>	6,69±0,04 <sup>a</sup>	27,02±0,04 <sup>c</sup>	6,035±0,12 <sup>c</sup>

a, b kati:solvent oranına göre  $p \leq 0,05$ 'te fark önemlidir.

#### 4.1.6.1 Gilaburudan maserasyon ile elde edilen en baskın fenolik bileşiklerin miktarlarının belirlenmesi

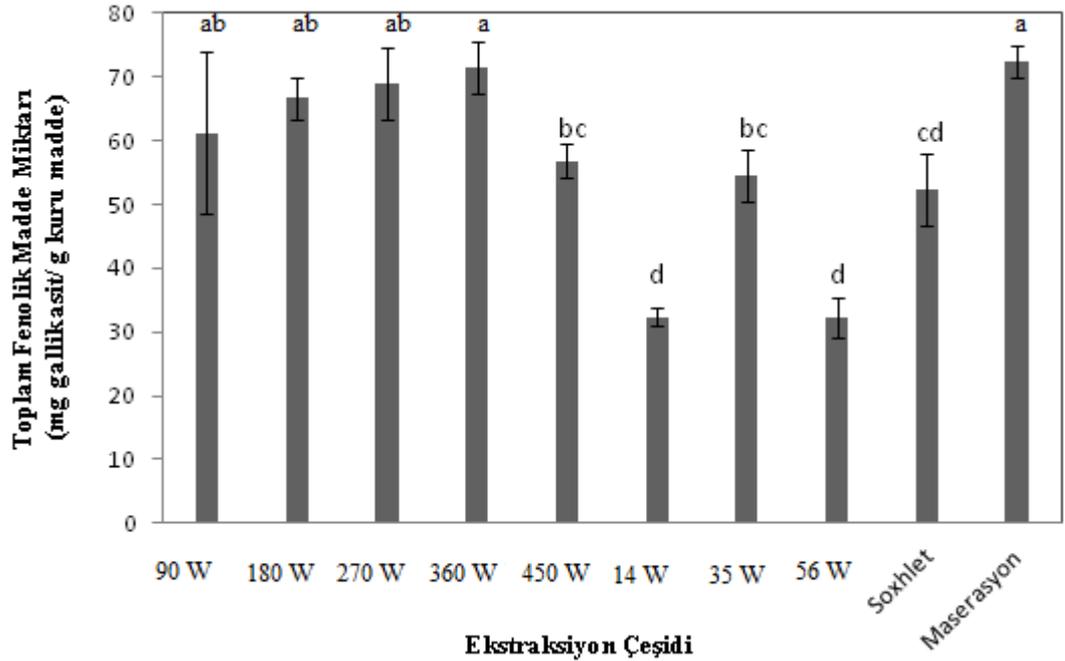
Maserasyonla 5:100 kati:solvent oranında 12 saat ekstrakte edilen örneklerde klorojenik asit ve kafeik asit miktarları sırasıyla  $8,51 \pm 0,03$  ve  $0,007 \pm 0,00007$  mg/ g kuru madde olarak tespit edilmiştir (Ek 3.5 ve 3.6).

#### 4.1.7 Ekstraksiyon çeşitlerinin kıyaslanması

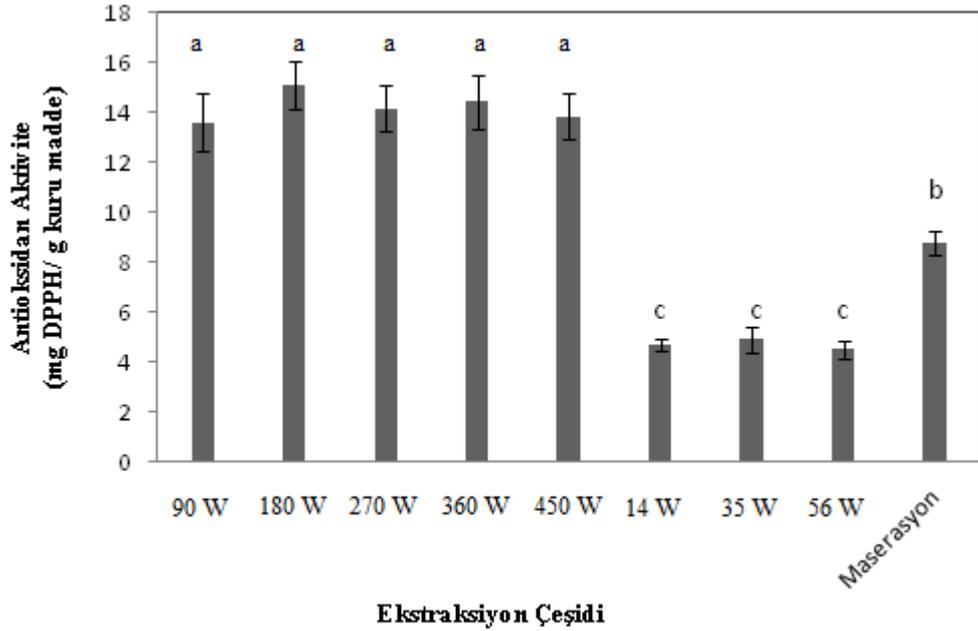
Ekstraksiyon çeşitlerinin kıyaslanabilmesi için en yüksek TFM miktarlarının tespit edildiği optimum işlem süreleri ve 5:100 kati:solvent oranı seçilmiştir. Bu durumda en yüksek TFM miktarı (72,40 mg gallik asit/ g kuru madde) maserasyonla elde edilmiştir (Şekil 4.22). Maserasyona en yakın sonuçlar mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sonucunda 360 W mikrodalga gücünde elde edilen ekstrakt için tespit edilmiştir. Mikrodalga işlemi için kullanılan tüm güçler ile maserasyon arasında istatistiki bir fark olmadığı sonucuna varılmıştır. Bu iki yöntem arasında işlem süreleri kıyaslandığında maserasyon 12 saatte en yüksek fenolik madde miktarı değerine ulaştığında mikrodalga destekli ekstraksiyon 15 dakika gibi bir sürede en iyi değere ulaşmıştır. Mikrodalga

destekli ekstraksiyon işlem süresi açısından maserasyon ile kıyaslandığında zaman (%97,92) ve enerji tasarrufu sağladığı açıktır. Genel olarak mikrodalgalar katı materyaldeki iç basıncı arttırarak ekstraksiyonu hızlandırır bu sayede fenolik bileşenler konvansiyonel metota göre daha hızlı ekstrakte olurlar (Bayramoglu vd. 2008). Mikrodalga destekli ekstraksiyon ile ekstrakt eldesi solventin dipol dönme mekanizması sonucu ısınması ile ilgilidir. Bu etki sonucunda sıcaklık yükselir ve bileşenlerin çözünürlüğü artar (Zheng vd. 2011). Benzer bir ilişki Karabegovic vd. (2014)'nin rapor ettiği bir çalışmada da görülmektedir. Karayemiş meyvesinde yapılan mikrodalga destekli ekstraksiyonun ultrason destekli ekstraksiyon kıyasla daha çok fenolik madde içeriğine sahip ekstrakt sağladığı bildirilmiştir.

Konvansiyonel, mikrodalga destekli ve ultrason destekli ekstraksiyon ile elde edilen özütler antioksidan aktiviteleri bakımından kıyaslandığında ise mikrodalga destekli ekstraksiyon ile işlem süresinin kısa olması nedeniyle çok daha yüksek antioksidan aktiviteye sahip örnekler elde edilebildiği görülmektedir (Şekil 4.23). Maserasyon işlemi ile yüksek TFM miktarı elde edilmesine rağmen düşük antioksidan aktivite değerine sahip olması fenolik birleşenlerin antioksidan aktivitelerini kaybetmesi ya da antioksidan aktiviteleri yüksek birleşiklerin degrade olmaları ile açıklanabilir. Literatürde benzer sonuçlar rapor edilmiştir (Dahmoure vd., 2013). Güçler arasında ise istatistiksel bir fark olmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4.29). Çalışmamızda mikrodalga destekli ve ultrason destekli ekstraksiyon sonuçları kıyaslandığında en yüksek TFM miktarı ve antioksidan aktivite miktarı optimum koşullar olan 360 W mikrodalga gücü, 15 dakika ve 5:100 katı:solvent oranında sırasıyla 71,53 mg gallik asit/ g kuru madde ve 14,45 mg DPPH/ g kuru madde olarak tespit edilmiştir. Bu çalışmada bulunan TFM miktarı pek çok çalışmaya göre üstün sonuçlara sahip olmakla birlikte elde edilebilecek maksimum TFM miktarı meyvenin cinsine ve yetiştiriliş koşullarına göre de farklılık göstermektedir. Literatürde gilaburu meyvesinin mikrodalga destekli ekstraksiyonu ya da ultrason destekli ekstraksiyonu çalışılmamıştır. Yapılan bir çalışmada kırmızı ahududunda TFM miktarı optimum koşullarda 38,57 mg gallik asit/ g kuru madde olarak tespit edilmişken başka bir çalışmada kurt üzümü 9,2 mg gallik asit/ g kuru madde ve vişne posası 14,14 mg gallik asit/ g kuru madde TFM miktarına sahip olarak bulunmuştur (Sun vd. 2007, Mendes vd. 2016, Simsek vd. 2012).



Şekil 4.22 Farklı ekstraksiyon çeşitleri ve güçleri ile 5:100 katı:solvent oranında elde edilen TFM miktarları (işlem süreleri sırasıyla 90 W, 180 W, 270 W, 360 W, 450 W, 14 W, 35 W, 56 W güçler için 60, 10, 20, 15, 20, 30, 30 ve 30 dakika; Soxhlet ve Maserasyon için 4 ve 12 saat)



Şekil 4.23 Farklı ekstraksiyon çeşitleri ve güçleri ile 5:100 katı:solvent oranında elde edilen antioksidan aktivite miktarları (işlem süreleri sırasıyla 90 W, 180 W, 270 W, 360 W, 450 W, 14 W, 35 W, 56 W güçler için 60, 10, 20, 15, 20, 30, 30 ve 30 dakika; Soxhlet ve Maserasyon için 4 ve 12 saat)

Çizelge 4.14 Optimum ekstraksiyonlara göre klorojenik asit ve kafeik asit miktarları

Ekstraksiyon çeşidi	Optimum koşullar	Klorojenik asit mg/g kuru madde)	Kafeik asit (mg/g kuru madde)
Mikroalg destekli ekstraksiyon	5:100 katı:solvent oranı,  360 W,15 dakika	16,76±0,28 <sup>a</sup>	0,004±0,00001 <sup>c</sup>
Ultrason destekli ekstraksiyon	25 °C, 5:100 katı:solvent oranı, 35 W güç,  30 dakika	12,42±1,01 <sup>b</sup>	0,006±0,00007 <sup>b</sup>
Konvansiyonel maserasyon	25 °C, 5:100 katı:solvent oranı, 12 saat	8,51±0,03 <sup>c</sup>	0,007±0,00007 <sup>a</sup>

a, b ekstraksiyon çeşidine göre  $p \leq 0,05$ 'te fark önemlidir.

Çizelge 4.14'de farklı ekstraksiyon çeşitlerinin optimum koşullarında elde edilen ekstraktların klorojenik asit ve kafeik asit miktarları verilmiştir. Görüldüğü gibi klorojenik asit miktarı en fazla mikroalg destekli ekstraksiyon sonucu elde edilen örnekte tespit edilmişken kafeik asit miktarı konvansiyonel ekstraksiyonda fazla bulunmuştur (Çizelge 4.14).

Ayrıca klorojenik asit miktarının kafeik asit miktarına göre daha baskın olduğu da dikkat çekmektedir. Klorojenik asitin mikroalg destekli ekstraksiyon ile daha yüksek konsantrasyonla eldesi işlem süresinin kısalığı ile açıklanabilir. Kafeik asitin konvansiyonel ekstraksiyonla daha iyi elde edilmesi işlem koşullarına daha dayanıklı olması ile ilişkilendirilebilir. Literatürde benzeri bulgular rapor edilmiştir. Karayemişle yapılan bir çalışmada mikroalg destekli ekstraksiyon ile konvansiyonel yöntemle göre daha yüksek konsantrasyonda klorojenik asit elde edildiği bildirilmiştir (Karabegovic vd. 2014).

Fenolik bileşikler farklı ekstraksiyon yöntemlerine degridasyon seviyelerine göre farklı tepki verebilirler. İnce (2011) melisa ile yaptıkları çalışmada kafeik asitin en az mikrodalga destekli ekstraksiyonda ve en fazla ise konvansiyonel ekstraksiyonda tespit edildiğini rapor etmişlerdir. Bu durumun nedeni hidrosil tipi yapıların mikrodalga ekstraksiyon koşullarında daha az kararlı olması olabilir (Ma vd. 2009, Liazid vd. 2007).

## **4.2 Mikroenkapsülasyon İşlemi**

Çalışmanın ikinci kısmında gilaburu meyvesi tozunun mikroenkapsülasyonu gerçekleştirilmiştir. Mikroenkapsülasyon işlemi için farklı kaplama maddeleri (maltodekstrin, gam arabik (MD, GA)), çekirdek: kaplama materyali oranı (kütlece 1:10, 1:20, 1:30) ve ultrasonikasyon zamanı (10, 20, 30 dakika) bağımsız değişkenlerinin TFM miktarı, yüzey fenolik madde miktarı, enkapsülasyon verimi, antioksidan aktivitesi, renk ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E^*$ ) değerleri, nem, çözünürlük ve yığın yoğunluğu üzerine etkileri incelenmiştir. Ayrıca gilaburu meyvesinden elde edilen mikroenkapsüle edilmemiş toz ürün ve optimum koşullarda mikroenkapsüle edilmiş ürünün baskın fenolik bileşiklerinin miktarları (klorogenik asit ve kafeik asit) tespit edilmiş ve karşılaştırılmıştır. Ek olarak bu iki ürün model bir kek formülasyonu içerisinde pişirilmiş ve ısıl stabiliteleri karşılaştırılmıştır.

### **4.2.1 Mikroenkapsülasyon işlemi ön denemeleri**

Yapılan ön denemelerde kaplama materyali olarak maltodekstrin ve gam arabik kaplama materyali çeşitlerine ilaveten maltodekstrin-gam arabik kaplama materyali karışımı (MD:GA oranı kütlece 5:5) denenmiş ancak maltodekstrin-gam arabik kaplama materyali karışımı formülasyonlarının enkapsülasyon verimleri incelendiğinde etkin bir şekilde kaplanamadığı paraleller arasındaki büyük farklılıklardan anlaşılmış ve çalışmadan çıkarılmak zorunda kalmıştır.

Ön denemeler neticesinde çekirdek:kaplama oranı olarak 1:10, 1:20 ve 1:30, kaplama materyali çeşidi olarak maltodekstrin ve gam arabik ve ultrasonikasyon süresi olarak da 10, 20 ve 30 dakika belirlenmiştir.

#### 4.2.2 Mikroenkapsülasyon işlemi TFM miktarı

Gilaburu tozunun TFM miktarı  $41,72 \pm 1,56$  mg gallik asit/g kuru madde olarak hesaplanmıştır. 1:10, 1:20 ve 1:30 oranlarında çekirdek:kaplama materyali içeren mikroenkapsüllerin TFM miktarları sırasıyla  $19,37 \pm 0,27$ ,  $12,67 \pm 0,79$  ve  $7,68 \pm 0,99$  gallik asit /g kuru madde olarak bulunmuştur.

Mikroenkapsüllerin TFM miktarları kaplanmamış gilaburu tozundan düşüktür. Bu durum kaplama materyali ilavesinin formülasyon içindeki kuru madde oranını arttırarak gilaburu tozu oranını azaltması ile açıklanmaktadır. Tolun vd. (2016) üzüm polifenollerinin mikroenkapsülasyonunu yaptıkları çalışmalarında maltodekstrin ve gam arabik kaplama materyalleri fenolik birleşik içermediği için TFM miktarının çekirdek:kaplama maddesi oranı azaldıkça azaldığını tespit etmişlerdir. Bununla birlikte fenolik bileşiklerin dış faktörlerden kolaylıkla etkilenen özellikleri nedeniyle enkapsülasyon işlemi süresince degrade olmaları da mümkündür. Gilaburu tozu yüksek hızlı bir homojenizatör kullanılarak enkapsüle edilmiştir. Homojenizasyon işlemi tarafından oluşan mekanik kuvvet gilaburu tozu ve kaplama materyali yüzeylerine zarar vererek fenolik birleşiklerde mekanik hasara neden olmuş olabilir (McClements, 2005).

Ayrıca mikroenkapsülasyon işleminde uygulanan bir diğer işlem dondurarak kurutmadır. Dondurarak kurutma donmuş üründen suyu süblimasyon ve desorpsiyon ile uzaklaştırır. Dondurma işlemi ise  $0^{\circ}\text{C}$  sıcaklığın altında buz kristalleri oluşturur (Craig vd.1999). Dondurarak kurutma işleminin birinci basamağında buz düşük sıcaklık ve düşük basınçta süblime olur (Mascarenhas vd. 1997). Kurutmanın ikinci basamağında sıcaklığın hafifçe yükselmesi yapıda bağlı olan ve donmamış sudan kaynaklanan kalan nemin uzaklaştırılmasını sağlar (Fissore vd. 2010). Bu aşamalar sırasında suyun donması ve süblimleşmesi nedeniyle mikropartiküllerde oluşan gözenekler ve yüzeyde

çatlaklar yüzünden enkapsüle edilen birleşiklerde hasar ve denatürasyon oluşabilmektedir (Rezende vd. 2018). İlâveten dondurma işlemi sırasında meyve dokusunda bulunan bazı enzimler serbest kalarak fenolik birleşiklerde hasara neden olabilmektedir (Shofian vd. 2011). Benzer sonuçlar dondurarak kurutma işleminin enkapsülasyon işlemi için kullanıldığı pek çok çalışmada da rapor edilmiştir (Franceschinis vd. 2014, Akdeniz vd. 2018).

#### **4.2.3 Mikroenkapsülasyon işlemi yüzey fenolik madde miktarı**

Yüzey fenolik madde miktarı enkapsülasyon verimliliğinin hesaplanmasında kullanılır. Kapsül yüzeyinde daha az fenolik maddenin bulunması enkapsülasyonun yüksek verimle gerçekleştiğini ve dolayısıyla etkin bir kaplama sağlandığını göstermektedir (Çilek 2012). Çizelge 4.15'te farklı kaplama materyallerinin, çekirdek:kaplama materyali oranlarının ve ultrasonikasyon sürelerinin yüzey fenolik madde miktarları üzerine etkisi gösterilmiştir.

İstatiksel analiz sonuçlarına göre yüzey fenolik madde miktarlarının çekirdek: kaplama materyali oranı ve kaplama materyali çeşidi bağımsız değişkenleri ile anlamlı derecede değiştiği ancak ultrasonikasyon süresinden etkilenmediği sonucuna varılmıştır (Ek 4.26). Formülasyonda daha fazla kaplama materyali bulunması yüzey fenolik madde miktarlarını azaltmıştır (Çizelge 4.15, Ek 4.26) Bu durum daha fazla kaplama materyali içeren formülasyonda çekirdek materyali daha iyi sarma yeteneği oluşması ve böylece yüzey fenolik madde miktarının düşmesi ile açıklanabilir. Pek çok başka çalışmada da benzer sonuçlar tespit edilmiştir (Çilek 2012, Dağ vd. 2018).

Diğer bir anlamlı etkiye sahip olan bağımsız değişken kaplama materyali çeşidi ele alındığında ise kaplama materyali olarak maltodekstrin kullanılan mikroenkapsüllerin yüzey fenolik madde miktarlarının gam arabik kullanılanlara kıyasla daha fazla olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.15, Ek 4.26). Kaplama materyalinin birleşimi ve yapısı çekirdek materyalin korunması açısından çok önemli bir etkiye sahiptir (Young vd. 1993). Gam arabik yapısındaki oldukça yüksek dallı heteropolimer içeren şeker,

glukonik asit ve az miktardaki protein ile enkapsülasyonu hedeflenen maddeyi tutarak etkili enkapsülasyon sağlayabilmektedir (Dickinson 2003; Kuck ve Norena 2016).

#### 4.2.4 Mikroenkapsülasyon işlemi enkapsülasyon verimliliği

Mikroenkapsüllerin enkapsülasyon verimliliği sonuçları incelendiğinde çekirdek: kaplama materyali oranı ve kaplama materyali çeşidi bağımsız değişkenlerinin istatistiksel olarak önemli derecede enkapsülasyon verimliliği sonuçlarını etkilediği ancak ultrasonikasyon süresinin bu sonuçlara etkisiz olduğu sonucuna varılmıştır (Ek 4.27).

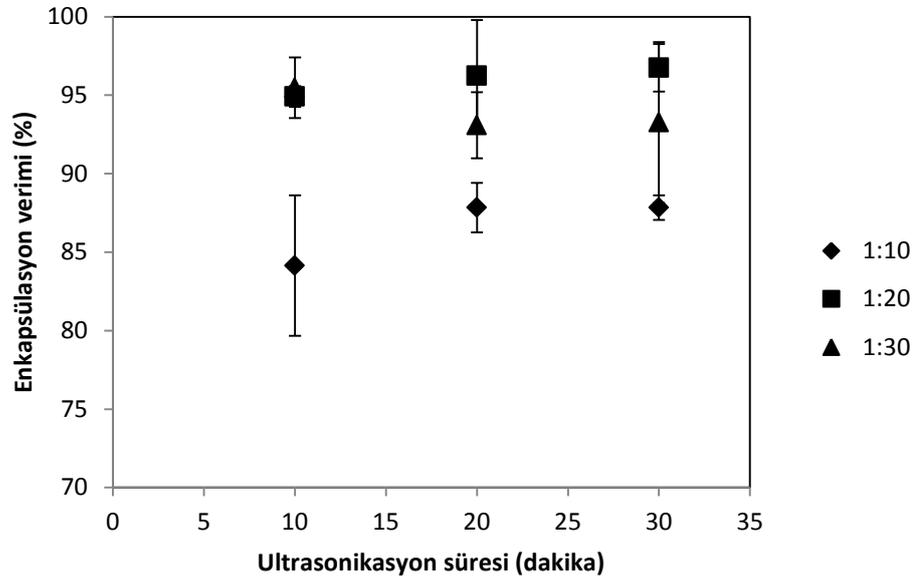
Çizelge 4.15 Farklı koşullarda hazırlanan mikroenkapsüllerin yüzey fenolik madde miktarları

Çekirdek:kaplama materyali oranı	Kaplama materyali	Ultrasonikasyon zamanı	Yüzey fenolik madde miktarı
1:10	MD	10	3,13±0,73 <sup>aA</sup>
1:10	MD	20	2,37±0,45 <sup>aA</sup>
1:10	MD	30	3,70±1,79 <sup>aA</sup>
1:20	MD	10	0,61±0,10 <sup>bA</sup>
1:20	MD	20	0,44±0,39 <sup>bA</sup>
1:20	MD	30	0,41±0,19 <sup>bA</sup>
1:30	MD	10	0,39±0,15 <sup>bA</sup>
1:30	MD	20	0,58±0,11 <sup>bA</sup>
1:30	MD	30	0,47±0,28 <sup>bA</sup>
1:10	GA	10	1,77±0,50 <sup>aB</sup>
1:10	GA	20	1,36 ±0,05 <sup>aB</sup>
1:10	GA	30	1,61±0,19 <sup>aB</sup>
1:20	GA	10	0,17±0,07 <sup>bB</sup>
1:20	GA	20	0,30±0,10 <sup>bB</sup>
1:20	GA	30	0,21±0,07 <sup>bB</sup>
1:30	GA	10	0,10±0,10 <sup>bB</sup>
1:30	GA	20	0,03±0,03 <sup>bB</sup>
1:30	GA	30	0,08±0,09 <sup>bB</sup>

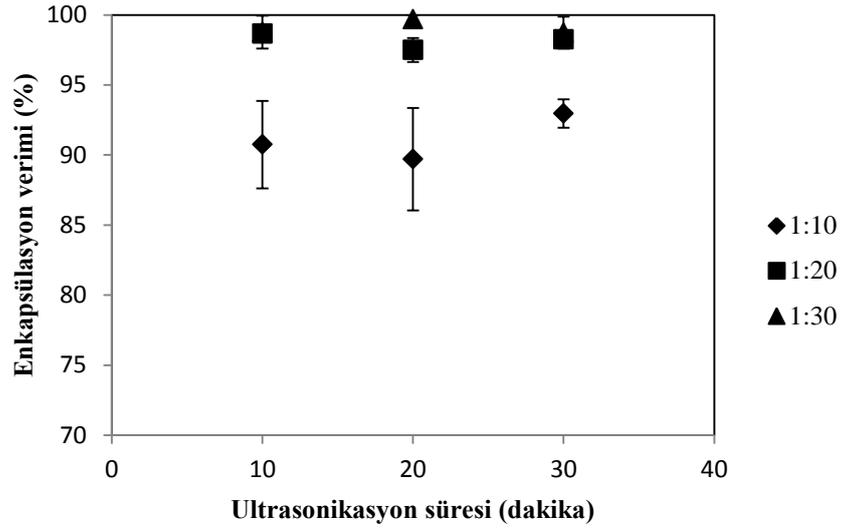
a, b çekirdek: kaplama materyali oranına; A, B kaplama materyali çeşidine göre p≤0,05'te fark önemlidir.

Maltodekstrin içeren mikroenkapsüllerdeki enkapsülasyon verimliliği % 84,14-96,74 arasında değişmekteyken, gam arabik kaplama materyali ile elde edilen formülasyonlardaki verimlik %89,69-99,68 arasında değişmektedir (Şekil 4.24, 4.25). Gam arabik formülasyonunun enkapsülasyon verimliliğinin yüksek olması gam arabik kaplama materyalinin yapısından kaynaklanan emülsifiye edici ve stabilize edici özellikleri sayesinde (Alftren vd. 2012). Dağ vd. 2018 altın çilek suyunu mikroenkapsüle ettikleri çalışmalarında maltodekstrine gam arabik ekledikleri zaman enkapsülasyon verimliliği en yüksek değerinde iken (%84,44) yalnızca maltodekstrin içeren formülasyonda en düşük değerde (%77,03) gözlemlenmiştir.

Gam arabik hedef materyalin etrafında kurutulmuş bir matriks oluşturarak hedef materyali hava temasından korur (Thevenet 1988). Gam arabik materyalinin yüzey aktif karakteri kimyasal olarak reaktif ve uçucu bileşenlerin korunabilmesi için uygun bir enkapsülasyon materyali olmasını sağlamaktadır (Kaushik ve Roos 2007).



Şekil 4.24 Maltodekstrin kaplama materyali çeşidi ile hazırlanan örneklerde enkapsülasyon veriminin ultrasonikasyon süresi ile değişimi



Şekil 4.25 Gam arabik kaplama materyali çeşidi ile hazırlanan örneklerde enkapsülasyon veriminin ultrasonikasyon süresi ile değişimi

Çekirdek: kaplama materyali oranları incelendiğinde çekirdek:kaplama materyali oranı 1:10, 1:20 ve 1:30 olan mikroenkapsüllerdeki enkapsülasyon verimlilikleri sırasıyla % 84,14-98,76; %87,84-99,68 ve %87,83-98,73 değerleri arasında değişmektedir (Şekil 4.24, 4.25). Formülasyonda daha fazla kaplama materyali bulunması enkapsülasyon verimliliğini istatistiksel olarak arttırmaktadır (Ek 4.27) Bu durum daha fazla kaplama materyali içeren formülasyonda çekirdek materyali daha iyi enkapsüle edilebilmesi ve korunması nedeniyle gözlemlenmektedir. Ancak istatistik sonuçları incelendiğinde 1:20 ve 1:30 çekirdek:kaplama materyali oranına sahip formülasyonların arasında önemli derecede fark tespit edilememiştir. Bu nedenle yalnız enkapsülasyon verimliliği sonuçları göz önüne alınırsa 1:20 çekirdek:kaplama materyali oranından fazla kaplama materyali kullanımı ekonomik açıdan gereksizdir.

#### 4.2.5 Mikroenkapsüllerin antioksidan aktivitesi

Gilaburu tozunun ve mikroenkapsüllerin antioksidan aktivitelerinin tespitinde DPPH metodu kullanılmıştır. Gilaburu tozunun antioksidan aktivitesi  $2,80 \pm 0,01$  mg DPPH /g kuru madde olarak tespit edilmiştir. Çizelge 4.16 ve Ek 4.28 incelendiğinde antioksidan

Çizelge 4.16 Farklı mikroenkapsüllerin antioksidan aktiviteleri

Çekirdek:kaplama materyali oranı	Kaplama materyali çeşidi (MD, GA)	Ultrasonikasyon zamanı (dakika)	Antioksidan Aktivite (mg DPPH/ g kuru madde)
Gilaburu tozu			2,80±0,01
1:10	MD	10	1,75±0,03 <sup>a</sup>
1:10	MD	20	1,45±0,30 <sup>a</sup>
1:10	MD	30	1,52±0,24 <sup>a</sup>
1:20	MD	10	1,36±0,16 <sup>b</sup>
1:20	MD	20	1,37±0,06 <sup>b</sup>
1:20	MD	30	1,28±0,26 <sup>b</sup>
1:30	MD	10	1,46±0,18 <sup>b</sup>
1:30	MD	20	1,30±0,17 <sup>b</sup>
1:30	MD	30	1,49±0,11 <sup>b</sup>
1:10	GA	10	1,73±0,16 <sup>a</sup>
1:10	GA	20	1,69±0,13 <sup>a</sup>
1:10	GA	30	1,60±0,13 <sup>a</sup>
1:20	GA	10	1,55±0,16 <sup>b</sup>
1:20	GA	20	1,31±0,11 <sup>b</sup>
1:20	GA	30	1,48±0,15 <sup>b</sup>
1:30	GA	10	1,18±0,13 <sup>b</sup>
1:30	GA	20	1,40±0,05 <sup>b</sup>
1:30	GA	30	1,32±0,03 <sup>b</sup>

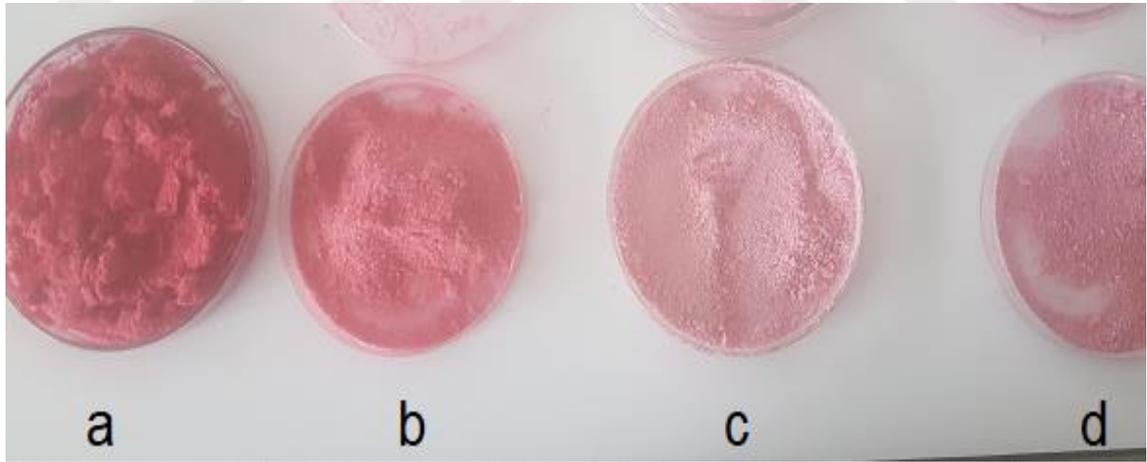
a, b çekirdek: kaplama materyali oranına göre  $p \leq 0,05$ 'te fark önemlidir.

aktivite üzerine kaplama materyali çeşidi ve ultrasonikasyon süresinin etkilerinin istatistiki olarak önemsiz olduğu ancak çekirdek:kaplama materyali oranının önemli derecede etkilediği bulunmuştur. 1:20 ve 1:30 çekirdek:kaplama materyali oranları arasında önemli bir fark bulunmazken 1:10 oranının diğerlerine göre antioksidan aktivite değerinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu durum mikroenkapsül

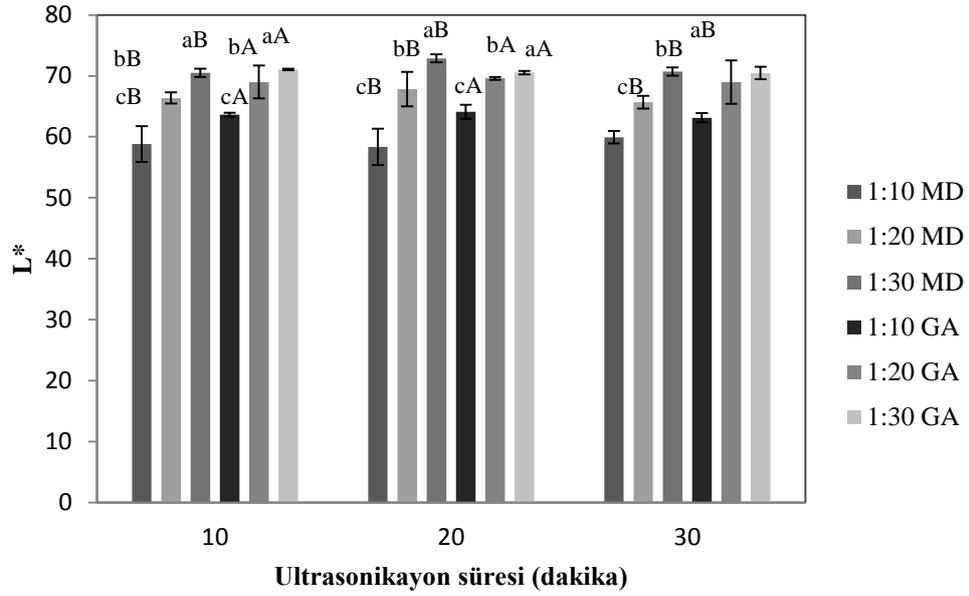
hazırlanırken formülasyona katılan fenolik toz miktarının farklı olması ile açıklanabilir. Benzer şekilde Çilek (2012) vişne posasından fenolik birleşiklerin enkapsülasyonu üzerine yaptıkları çalışmalarında 1:10 oranında çekirdek:kaplama materyali içeren formülasyonun 1:20 oranına göre daha yüksek antioksidan aktivite değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Çalışmada formülasyona 1:10 çekirdek:kaplama materyali oranı için 2 gram ve 1:20 oranı için ise 1 gram fenolik toz konulduğu belirtilmiştir.

#### 4.2.6 Mikroenkapsüllerin renk değerleri

Mikroenkapsüllerde L\*, a\*, b\* ve renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerleri incelenmiştir. CIE L\*, a\* ve b\* renk skala sisteminde L\* aydınlık (parlaklık) değeridir. L\* maksimum 100 (beyaz), minimum 0 (siyah) olacak şekilde değişebilmektedir. Pozitif a\*, b\* sırası ile kırmızı ve sarı, negatif a\*, b\* ise sırası ile yeşil ve mavi rengi göstermektedir (Hunterlab, 2008). Şekil 4.26'de farklı formülasyonlardaki mikroenkapsüllerin renkleri görülmektedir.



Şekil 4.26 Maltodekstrinle kaplanan ultrasonikasyon süresi 20 dakika olan örnekler, a) gilaburu tozu, b) çekirdek: kaplama oranı 1:10, c) çekirdek: kaplama oranı 1:30, d) çekirdek: kaplama oranı 1:20



Şekil 4.27 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde L\* değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi

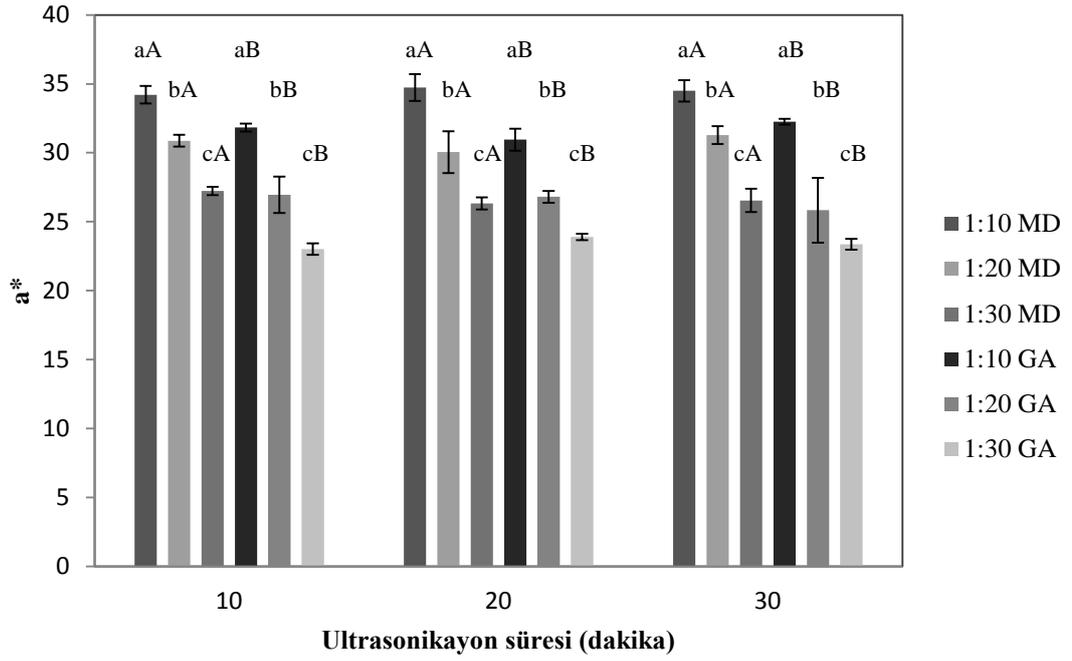
Gilaburu tozunun renk değerleri L\* değeri için 44,78, a\* değeri için 33,80, b\* değeri için 18,64 ve  $\Delta E^*$  değeri için 62,67 olarak tespit edilmiştir. Gilaburu tozu ve mikroenkapsüllerin renk değerleri karşılaştırıldığında L\* değerlerinin yükseldiği ve a\* değerlerinin azaldığı görülmektedir. Kullanılan kaplama materyallerinin kendi renkleri bu durumu açıklayabilmektedir (Şekil 4.26).

L\* renk değeri üzerine istatistiki olarak etkisi önemli bulunan bağımsız değişkenler çekirdek:kaplama materyali oranı ve kaplama materyali çeşidi iken ultrasonikasyon süresinin etkisi anlamlı bulunmamıştır (Şekil 4.26, Şekil 4.27 ve Ek 4.29). Çekirdek:kaplama materyali oranı azaldıkça enkapsüllerin L\* (aydınlık) değerleri artmaktadır. Kaplama materyallerinin renkleri beyaza daha yakındır. Bu nedenle formülasyonda kaplama materyali miktarının artması L\* değerlerini arttırmaktadır. Paralel sonuçlar literatürde acai çileği, gac meyvesi, yaban mersini gibi meyvelerle yapılan çalışmalarda da rapor edilmiştir (Tonon vd. 2009, Kha vd. 2010, Ferrari vd. 2012). Moser vd. (2016) üzüm suyunu mikroenkapsüle etmişler ve beyazlık artışının benzer şekilde meyve suyuna ilave edilen kaplama maddesi miktarıyla arttığını ve bu durumun arzu edilen ürün renginde kayba neden olduğunu tespit etmişlerdir.

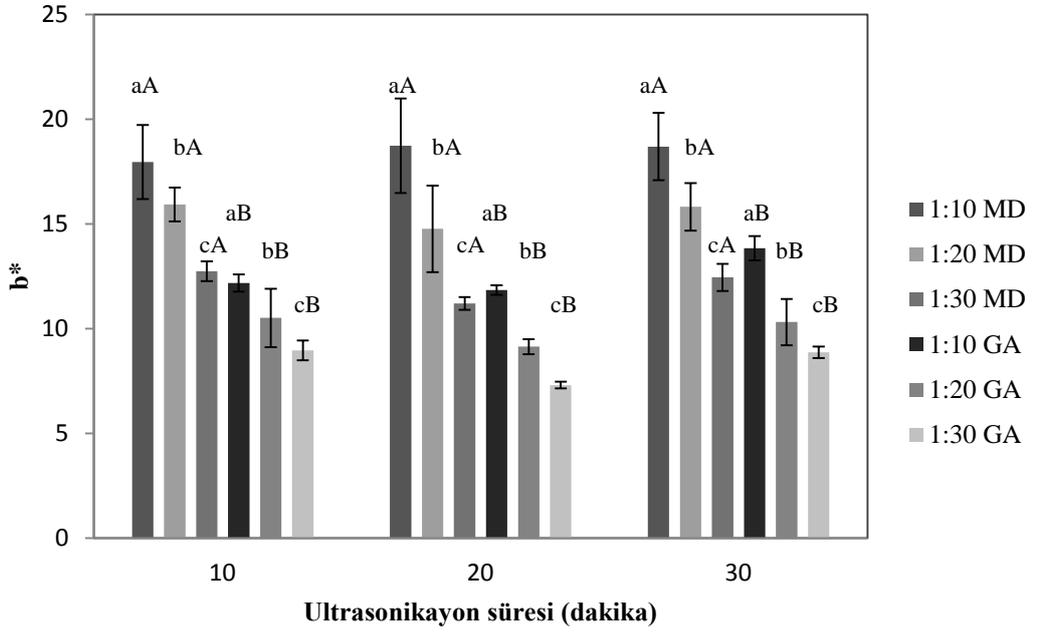
a\* renk deęeri üzerine istatistiki olarak etkisi önemli bulunan baęımsız deęiřkenler çekirdek:kaplama materyali oranı ve kaplama materyali çeřidi iken ultrasonikasyon süresinin etkisi anlamlı bulunmamıřtır. Bu etkiler Őekil 4.26, Őekil 4.28 ve Ek 4.30'de sunulmaktadır. Çekirdek:kaplama materyali oranının a\* (kırmızılık) renk deęeri üzerine istatistiki olarak negatif etkisi olduęu tespit edilmiřtir. Kaplama materyallerinin kendi renkleri beyaza daha yakın olduęu için formülasyonda kaplama materyali miktarının artması a\* deęerlerini azaltmaktadır. Benzer bir iliřki bařka çalıřmalarda da ifade edilmiřtir (Çilek 2012, Tonon vd. 2009 Grabowski vd. 2006). Tonon vd. (2009) acai meyvesinin mikroenkapsüllerindeki maltodekstrin konsantrasyonundaki artıřın a\* parametresinin azalmasına neden olduęunu yani bu kaplama materyali eklenmesinden kaynaklanan rengin seyreltilmesine baęlı olarak kırmızı renk tonunda bir azalma görüldüęünü rapor etmiřlerdir.

b\* (sarılık) renk deęeri üzerine her üç baęımsız deęiřkenin etkisi istatistiki olarak önemli bulunmuřtur (Őekil 4.26, Őekil 4.29 ve Ek 4.31). Çekirdek:kaplama materyali oranının b\* (sarılık) renk deęeri üzerine istatistiki olarak negatif etkisi olduęu tespit edilmiřtir. Kaplama materyallerinin kendi renkleri beyaza daha yakın olduęu için formülasyonda kaplama materyali miktarının artması b\* deęerlerini azaltmaktadır. Grabowski vd. (2006) tatlı patateste yaptıkları çalıřmada maltodekstrin konsantrasyonunun artmasının b\* deęerinde düřüře neden olduęunu bulmuřlardır. Bu durum sarılık deęerinde kayba neden olmuřtur.

Maltodekstrin kaplama materyali içeren formülasyonun a\* ve b\* deęerleri istatistiki olarak gam arabik içeren formülasyona göre daha yüksektir (Őekil 4.28 ve Ek 4.30, Ek 4.31). Daha önce de belirtildięi üzere gilaburu tozunun a\* deęeri 33,80 ve b\* deęeri 18,64'tür. Bununla beraber maltodekstrin içeren örneklerin yüzey fenolik madde miktarlarının gam arabik kullanılanlara kıyasla daha fazla olduęu tespit edilmiřtir (Çizelge 4.15, Ek 4.26). Bu nedenle tam olarak kaplama materyali ile sarılamayan örneklerin a\* ve b\* deęerleri gilaburu tozunun a\* ve b\* deęerlerine gam arabikle hazırlanan formülasyona göre daha yakın bulunmuř olabilir.



Şekil 4.28 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde  $a^*$  değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi



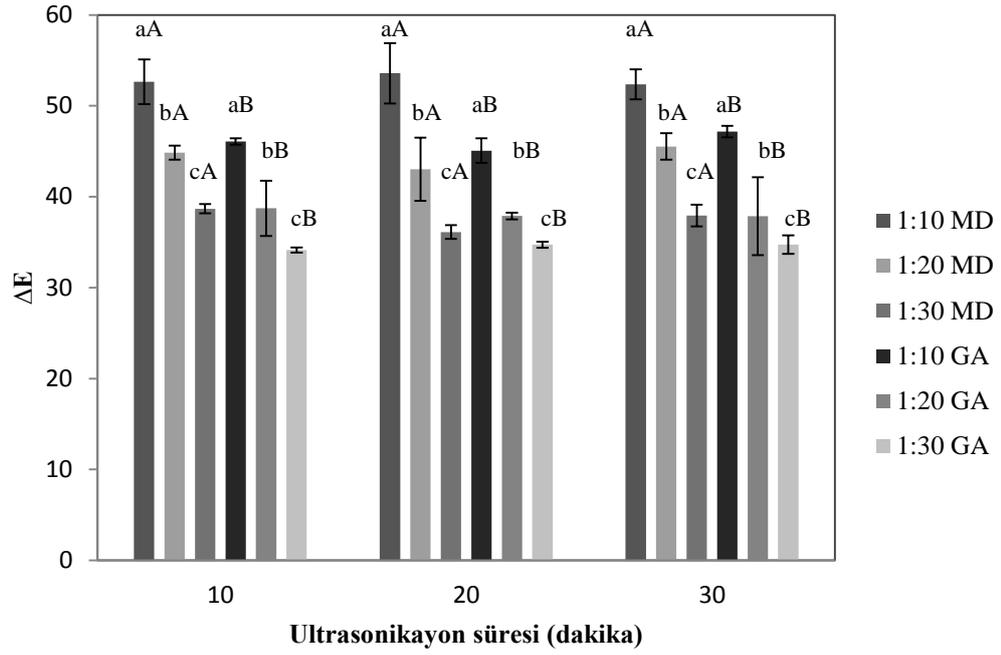
Şekil 4.29 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde  $b^*$  değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi

Ultrasonikasyon süresi bağımsız değişkeni incelendiğinde 20. dakikada  $b^*$  değerinde azalış olduğu istatistiki olarak tespit edilmiştir (Ek 4.31). Ultrasonik homojenizasyon sırasında homojenizasyon ortamında gilaburu tozundaki bazı sarı renkli fenolik birleşiklerin dgrade olabilmesi mümkündür. Bu birleşiklerinden başkaları 30. dakikada ultrasonikasyon süresinin uzaması nedeniyle ekstrakte olmuş olabilirler. Valero vd. (2007) portakal suyunda ultrason işleminin etkisinin incelendiği çalışmada ultrason işleminin sarılık ( $b^*$ ) değerlerinde bir artışa neden olduğunu tespit etmişlerdir.

Şekil 4.26, 4.30 ve Ek 4.32 incelendiğinde renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerlerinin üzerine çekirdek: kaplama materyali oranı ve kaplama materyali çeşidinin etkilerinin istatistiki açıdan anlamlı olduğu ancak ultrasonikasyon süresinin etkisinin bulunmadığı anlaşılmaktadır.

Mikroenkapsüllerin kaplama materyallerine göre renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerleri gam arabik içeren formülasyon için  $34,14 \pm 0,29$  ile  $47,17 \pm 0,62$  değerleri arasında değişmekteyken maltodekstrin içeren formülasyonda  $36,12 \pm 0,75$  ile  $53,58 \pm 0,31$  değerleri arasında değişmektedir (Şekil 4.30). Çalışmamıza paralel şekilde Silva vd. (2013)'nın jaboticaba (ağaç üzümü) meyvesinin püskürtmeli kurutucu ile mikroenkapsülasyonu çalışmasına ait sonuçlarda kaplama materyali çeşidinin mikroenkapsüllerin renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerlerini üzerine etkisinin istatistiki olarak önemli olduğu rapor edilmiştir. Yapılan araştırma bulgularına göre sadece maltodekstrin içeren örneklerin ( $\Delta E^*$ ) değerleri kurutma sıcaklığına göre  $3,80 \pm 0,34$  ve  $4,60 \pm 0,81$  arasında değişmekteyken kaplama materyali olarak maltodektrine gam arabik eklendiğinde renk farkı değerleri  $12,15 \pm 0,00$  ile  $14,28 \pm 0,43$  değerleri arasında değişmektedir. Renk farkı ( $\Delta E^*$ ) değerinin daha düşük olması orijinal ürünün renginin mikroenkapsülasyon işlemi süresince bozulmadan korunması bakımından önem arz etmektedir.

Maltodekstrin kaplama materyali içeren formülasyonun ( $\Delta E^*$ ) değerleri istatistiki olarak gam arabik içeren formülasyona göre daha yüksektir (Şekil 4.30 ve Ek 4.32). Daha önce de belirtildiği üzere gilaburu tozunun  $\Delta E^*$  değeri 62,67 'dir. Bununla beraber maltodekstrin içeren örneklerin yüzey fenolik madde miktarlarının gam arabik kullanılanlara kıyasla daha fazla olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.15, Ek 4.26). Bu nedenle tam olarak kaplama materyali ile sarılamayan örneklerin  $\Delta E^*$  değerleri gilaburu



Şekil 4.30 Farklı koşullarda hazırlanan örneklerde  $\Delta E^*$  değerlerinin ultrasonikasyon süresi ile değişimi

tozunun  $\Delta E^*$  değerlerine gam arabikle hazırlanan formülasyona göre daha yakın bulunmuş olabilir.

#### 4.2.7 Mikroenkapsüllerin nem, yığın yoğunluğu ve çözünürlük değerleri

Nem değeri kurutma etkinliği ile ilgili olan ürünün toz akabilirliğini, yapışkanlığını ve depolama kapasitesini toz ürünün camsı geçiş sıcaklığını ve kristalizasyon yeteneğini etkileyerek belirleyen önemli bir parametredir (Nayak ve Rastogi 2010). Çizelge 4.17’de gösterildiği gibi mikroenkapsüllerin nem değerleri  $\%4,06 \pm 0,11$  ile  $\%7,26 \pm 0,36$  arasında değişmektedir. Dondurarak kurutmanın düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi ürünün daha yüksek nem değerlerinde olması ile sonuçlanmaktadır (Ezhilarasi vd. 2014). Çalışmada elde edilen nem değerleri Nunes vd. (2016)’nın dondurarak kurutucuda gam arabik, polidektroz ve kısmi hidrolize guar gam kullanarak kapladığı ve kuruttuğu üzüm ekstraktı çalışmasındaki sonuçlara yakınlık göstermektedir ( $\%7,65-8,06$ ). Nem değerlerine ait istatistiksel analiz incelendiğinde kaplama materyali

çeşidinin, çekirdek: kaplama materyali oranının ve ultrasonikasyon süresinin önemli etkileri tespit edilmiştir (Ek 4.33). Maltodekstrin içeren mikroenkapsüllerin nem değerleri diğer enkapsüllere göre istatistiki açıdan daha düşük bulunmuştur ( $p \leq 0,05$ ). Bu durum gam arabik ve maltodekstrinin kimyasal yapıları arasındaki farktan kaynaklanmaktadır. Gam arabik yüksek dallar gösteren hidrofilik yapıdaki gruplara sahip olup bu gruplar kısa zincirler içermektedir ve böylece kurutma sonrası ortamdaki suyu daha çok bağlayabilmektedir (Mahdavi vd. 2016). Ultrasonikasyon süreleri incelendiğinde en yüksek nem içeriğinin 20. dakikada gerçekleştiği görülmektedir.

Çekirdek: kaplama materyali oranları incelendiğinde formülasyonda kaplama maddesi miktarının artmasının nem miktarı değerleri üzerindeki pozitif etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur (Ek 4.33). Yapıda gam arabik miktarının artması kaplama maddesinin yapısı nedeniyle mikroenkapsülün daha çok nem tutmasına neden olmuştur.

Yığın yoğunluğu sonuçları incelendiğinde kaplama materyali çeşidinin ve çekirdek: kaplama materyali oranının önemli etkileri tespit edilirken ultrasonikasyon süresinin bir etkisi olmadığı bulunmuştur (Çizelge 4.17, Ek 4.34).

Çizelge 4.17 incelendiğinde gam arabik içeren mikroenkapsüllerin diğerlerine nazaran daha yüksek yığın yoğunluğuna sahip olduğu görülmektedir (Çizelge 4.17, Ek 4.34). Tonon vd. (2010)'ne göre yığın yoğunluğu kaplama materyalinin moleküler ağırlığı ile ilgili bir parametredir. En yüksek moleküler ağırlığa sahip olan, partiküller arasındaki boşlukların içlerine daha kolay sızar ve bu durum daha az boşluk oluşturmasını sağlayarak daha yüksek yığın yoğunluğu ile sonuçlanır. Chegini ve Ghobadian (2005) püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozların daha yüksek nem değerine sahip olanlarının daha yüksek yığın ağırlığına sahip olduğunu tespit etmiş ve bunun nedenini daha fazla su molekülünün bulunması ve suyun kuru havaya göre daha ağır olmasına bağlamışlardır.

Çekirdek: kaplama materyali oranları incelendiğinde 1:10 oranında hazırlanan mikroenkapsüllerin en düşük yığın yoğunluğu değerlerine sahip oldukları tespit edilmiştir (Ek 3.34). Kaplama miktarının fazlalaşması nem miktarında artışa neden olmaktadır bu durum da yığın yoğunluğunu arttırmaktadır.

Çizelge 4.17 Mikroenkapsüllerin nem, çözünürlük ve yığın yoğunluğu değerleri

Çekirdek:					
kaplama materyali oranı	Kaplama materyali çeşidi	Ultrasonikasyon Süresi (dakika)	Nem (%)	Çözünürlük (%)	Yığın yoğunluğu (g/ml)
Gilaburu tozu			7,69±0,07	37,77±1,47	0,35±0,004
1:10	MD	10	4,59±0,07 <sup>bb</sup>	45,32±0,72 <sup>bb</sup>	0,14±0,013 <sup>cb</sup>
1:10	MD	20	5,00±0,34 <sup>bb</sup>	47,07±0,72 <sup>bb</sup>	0,16±0,005 <sup>cb</sup>
1:10	MD	30	4,67±0,65 <sup>bb</sup>	47,75±0,75 <sup>bb</sup>	0,12±0,008 <sup>cb</sup>
1:20	MD	10	4,95±0,24 <sup>abB</sup>	54,20±1,35 <sup>ab</sup>	0,23±0,012 <sup>ab</sup>
1:20	MD	20	5,45±0,21 <sup>abB</sup>	54,60±3,05 <sup>ab</sup>	0,22±0,017 <sup>ab</sup>
1:20	MD	30	4,06±0,11 <sup>abB</sup>	52,12±0,72 <sup>ab</sup>	0,21±0,026 <sup>ab</sup>
1:30	MD	10	4,37±0,14 <sup>ab</sup>	54,92±1,82 <sup>ab</sup>	0,20±0,009 <sup>bb</sup>
1:30	MD	20	4,65±1,06 <sup>ab</sup>	58,15±2,20 <sup>ab</sup>	0,22±0,017 <sup>bb</sup>
1:30	MD	30	5,80±0,06 <sup>ab</sup>	53,55±0,75 <sup>ab</sup>	0,23±0,003 <sup>bb</sup>
1:10	GA	10	4,65±0,23 <sup>ba</sup>	73,32±2,57 <sup>ba</sup>	0,17±0,004 <sup>ca</sup>
1:10	GA	20	5,92±0,10 <sup>ba</sup>	72,57±1,62 <sup>ba</sup>	0,15±0,009 <sup>ca</sup>
1:10	GA	30	4,93±0,07 <sup>ba</sup>	71,27±0,02 <sup>ba</sup>	0,18±0,019 <sup>ca</sup>
1:20	GA	10	5,64±0,18 <sup>abA</sup>	79,22±4,77 <sup>aA</sup>	0,46±0,019 <sup>aA</sup>
1:20	GA	20	5,44±0,32 <sup>abA</sup>	80,97±1,37 <sup>aA</sup>	0,42±0,002 <sup>aA</sup>
1:20	GA	30	5,81±0,12 <sup>abA</sup>	81,42±0,97 <sup>aA</sup>	0,35±0,015 <sup>aA</sup>
1:30	GA	10	5,15±0,37 <sup>aA</sup>	82,62±4,12 <sup>aA</sup>	0,27±0,037 <sup>ba</sup>
1:30	GA	20	7,26±0,36 <sup>aA</sup>	81,97±0,67 <sup>aA</sup>	0,36±0,025 <sup>ba</sup>
1:30	GA	30	6,09±0,06 <sup>aA</sup>	82,25±1,10 <sup>aA</sup>	0,21±0,014 <sup>ba</sup>

a, b çekirdek: kaplama materyali oranına;; A, B kaplama materyali çeşidine göre p≤0,05'te fark önemlidir.

Araştırmada incelenen diğer bir bağımlı değişken olan çözünürlük değerleri istatistiki olarak incelendiğinde kaplama materyali çeşidinin ve çekirdek: kaplama materyali oranının çözünürlük üzerine etkileri anlamlı bulunmuşken ultrasonikasyon süresinin etkisiz olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.17, Ek 4.35). Gam arabik içeren mikroenkapsüllerin çözünürlükleri istatistiki olarak diğerlerine göre daha yüksek bulunmuştur (% 82,62±4,12). Bu durum sulu sistemlerde mikroenkapsüllerin verimli bir şekilde çözülebileceklerini göstermektedir. Sousa vd. (2008) kurutulmuş domates enkapsüllerinin suda çözünürlüğünü %17,65 ile % 26,73 arasında bulmuşken, çarkıfelek meyve suyu enkapsülünde bu oran %44,6 ile %57,59 arasında değişmektedir. Gilaburu tozunun enkapsüle edildiği bu çalışmada ise çözünürlük değeri verilerden daha yüksek bulunmuştur. Maltodekstrin içeren formülasyonlar ile gam arabik içeren formülasyonlar nem değerlerine göre karşılaştırıldığında, maltodekstrin içerenlerin nemlerinin daha düşük olduğu görülmektedir (Çizelge 4.17). Bu durum çözünürlük değerlerini de etkileyerek daha düşük bulunmasına neden olmuştur. Goula ve Adamopoulos (2008) son üründe kalan nem miktarının; ürünün yığın yoğunluğu, akabilirlik ve çözünürlük davranışlarını etkilediğini belirtmişlerdir. Dirim vd. (2015) en yüksek nem içeriğine sahip olan balkabağı tozunun diğer meyvelere kıyasla daha kısa sürede ıslanabilme ve çözünebilme özelliğine sahip olduğunu rapor etmişlerdir.

Çekirdek: kaplama materyali oranlarının etkisi incelendiğinde ise formülasyonda kaplama maddesi miktarının artmasının nem miktarları ile ilintili olarak çözünürlük değerlerinde de bir artışa neden olduğu bulunmuştur (Ek 4.35). Kaplama materyalinin gam arabik olması ise mikroenkapsülün daha çok nem tutmasına neden olarak daha çok suda çözünmesini sağlamıştır.

#### **4.2.8 Gilaburu tozu ve optimum mikroenkapsülün klorojenik asit ve kafeik asit miktarları bakımından kıyaslanması**

Mikroenkapsülasyon işleminde kaplama materyalinin kullanılması birim katı ağırlık başına düşen gilaburu tozu miktarını azalttığı için fenolik bileşik miktarları etkilemiş klorojenik asit miktarı %73,86 ve kafeik asit miktarı %61,81 oranında azalmıştır ancak

yine de halen kayda deęer miktarda klorogenik asit ve kafeik asit mikroenkapsül ierisinde tutulmaktadır.

izelge 4.18 Gilaburu tozu ve optimum mikroenkapsülün klorogenik asit ve kafeik asit miktarları

eřit	Optimum kořullar	Klorogenik asit mg/g kuru madde)	Kafeik asit (mg/g kuru madde)
Gilaburu tozu	-	13,71±0,62 <sup>a</sup>	0,011±0,00017 <sup>a</sup>
Optimum mikroenkapsül	Gam arabik, 1:30, 20 dakika	3,59±0,09 <sup>b</sup>	0,004±0,00005 <sup>b</sup>

a, b eřitde gre  $p \leq 0,05$ 'te fark nemlidir.

Gilaburu tozu ve optimum kořullarda gerekleřtirilen mikroenkapsülasyon iřlemi sonrası rneklerin klorogenik asit ve kafeik asit kromatogramları ve bunlara gre hesaplanmış miktarları Ek 3.7, 3.8, 3.9 ve 3.10 ile izelge 4.18'da gsterilmektedir.

Aronya suyunun maltodektrin ve maltodektrin gam arabik karıřımı ile kaplandıęı bir alıřmada aronya suyu mikroenkapsüllerinde klorogenik asit miktarı 0,99 mg/ g km bulunmuřken kafeik asit bulunmamıřtır. Kaplanmamıř aronya suyunda ise klorogenik asit miktarı 0,99 mg/L olarak rapor edilmiřtir (Wilkowska vd. 2017).

#### 4.2.9 Isıl stabilitenin belirlenmesi

Enkapsülasyonun keklerde korunan TFM miktarına etkisi istatistiki olarak nemli bulunmuřtur ( $p \leq 0,05$ ) (Ek 4.38). Bu sonu alıřmamızda gilaburu tozu fenolik birleřiklerinin mikroenkapsüle edilerek yksek sıcaklıklarda degrade olmaktan korunabilmesiyle aıklanabilir. Literatrde mikroenkapsllerin ilave edildięi rnlerin piřirilmesi ile ilgili sınırlı sayıda alıřma bulunmaktadır. Luca vd. (2014) viřne posası

fenoliklerinden elde edilen enkapsüllerle pişirdikleri keklerde benzer şekilde korunan TFM miktarını %22,2 değerinden % 30,7 değerine ve korunan antioksidan aktivite miktarını ise %8,9 değerinden %20,7 değerine çıkarabilmişlerdir.

Korunan antioksidan aktivite miktarı ise korunan TFM miktarına kıyasla daha düşük hesaplanmıştır (Çizelge 4.19). Enkapsülasyon işlemi korunan antioksidan aktivite miktarı bakımından da önemlidir ( $p \leq 0,05$ ) (Ek 4.39). Bu sonuçlardan enkapsüle edilen gilaburu tozunun az miktarda da olsa ısıya dayanıklı olduğu ve pişirilen formülasyonlar için olmasa da dondurma, soda, yoğurt vb. ürünlerde fonksiyonel toz katkı maddesi olarak kullanılmasının mümkün olduğu sonucuna varılabilir.

Çizelge 4.19 Gilaburu tozu ve optimum mikroenkapsül içeren keklerde korunan TFM ve antioksidan aktivite miktarı

Çeşit	Optimum koşullar	Korunan TFM Miktarı (%)	Korunan Antioksidan Aktivite Miktarı (%)
Gilaburu tozu içeren kek	-	7,92±1,47 <sup>b</sup>	2,59±0,21 <sup>b</sup>
Optimum mikroenkapsül içeren kek	Gam arabik, 1:30, 20 dakika	13,84±1,90 <sup>a</sup>	5,12±0,25 <sup>a</sup>

a, b çeşide göre  $p \leq 0,05$ 'te fark önemlidir.

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Çalışmanın ilk kısmında mikrodalga destekli ekstraksiyon ve ultrason destekli ekstraksiyon ile gilaburu (*Vibirnum opulus* L.) meyvesinden elde edilen ekstraktlar konvansiyonel yöntemle elde edilenlerle karşılaştırılmışlardır. Mikrodalga destekli ekstraksiyonda mikrodalga gücü (90 W, 180 W, 270 W, 360 W ve 450 W), katı:solvent oranı (5:100, 10:100, 15:100 g:ml) ve ekstraksiyon süresi (90 W ve 180 W için 1, 10, 30, 60, 120 dak.; 270 W, 360 W ve 450 W için 1, 5, 10, 15, 20, 40 dak.) bağımsız değişkenlerinin TFM, antioksidan aktivite, renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E^*$  değerleri) üzerine etkileri araştırılmıştır. Ultrason destekli ekstraksiyonda ise ultrason gücü (14 W, 35 W, 56 W), katı:solvent oranı (5:100, 10:100, 15:100 g:ml) ve ekstraksiyon süresi (1, 10, 20, 30, 60 dak.) bağımsız değişkenlerinin TFM, antioksidan aktivitesi, renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E^*$  değerleri) üzerine etkileri incelenmiştir.

Mikrodalga destekli ekstraksiyonda optimum ekstrakt ( $71,52 \pm 4,16$  mg gallik asit/ g kuru madde ve  $14,45 \pm 1,09$  mg DPPH/g kuru madde) 360 W mikrodalga gücünde 15 dakikalık işlem neticesinde 5:100 katı:solvent oranında elde edilmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyon işleminde ise en yüksek TFM miktarı ve antioksidan aktivitesi ( $54,55 \pm 4,11$  mg gallik asit/ g kuru madde ve  $4,91 \pm 0,51$  mg DPPH/ g kuru madde) ekstraksiyon süresi 30 dakika, katı:solvent oranı 5:100 g:ml ve 35 W ultrason gücünde tespit edilmiştir.

Mikrodalga destekli ekstraksiyonla elde edilen ekstraktın antioksidan aktivitesi ve klorogenik asit miktarı, ultrason destekli ekstraksiyon ve konvansiyonel metota kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Bu durumun nedeni ekstraksiyon işleminin daha kısa sürmesidir. Çalışma bulguları mikrodalga destekli ekstraksiyonun gilaburu meyvesinden fenolik bileşiklerin eldesinde alternatif bir yöntem olarak kullanılabileceğini ortaya koymaktadır. Mikrodalga destekli ekstraksiyonla sıcaklığa duyarlı bileşikler söz konusu olduğunda çok kısa sürede yüksek kalitede ekstrakt elde edilebildiği tespit edilmiştir.

Bu çalışmada gilaburu tozu başarılı bir şekilde enkapsüle edilebilmiştir. Kaplama oranı 1:10 değerinden 1:30 değerine çıkartıldığında kırmızılık değerinde bir düşüş ve aydınlık değerinde bir artış tespit edilmiştir. Aynı zamanda enkapsülasyon verimliliği artmıştır.

En iyi kaplama maddesi gam arabik olarak belirlenmiştir. Gam arabik kullanılarak elde edilen enkapsüllerin verimliliği maltodektrin kullanılan formülasyona kıyasla daha yüksek bulunmuştur. Maltodektrin içeren mikroenkapsüllerdeki enkapsülasyon verimliliği % 84,14-96,74 arasında değişmekteyken, gam arabik kaplama materyali ile elde edilen formülasyonlardaki verimlik %89,69-99,68 arasında değişmektedir. Gam arabik kullanılan formülasyonun çözünürlüğünün yüksek olması gıdalarda kolaylıkla kullanılabilen bir katkı maddesi olarak seçilebileceğini göstermektedir.

Ultrasonikasyon süresi enkapsülasyon verimliliği ve antioksidan aktivite üzerine etkisiz bulunmuştur.

Sonuç olarak enkapsülasyon için optimum koşullar sonikasyon zamanı 20 dakika, kaplama maddesi çeşidi gam arabik ve çekirdek:kaplama oranı 1:30 olarak tespit edilmiştir. Bu koşulla elde edilen mikroenkapsülde yeterli seviyede fenolik bileşiğin tutulabildiği ve ısı stabilitesinin az miktarda da olsa sağlandığı tespit edilmiştir. Bu nedenle enkapsüle edilen gilaburu tozunun pişirilen formülasyonlar için olmasa da dondurma, soda, yoğurt vb. ürünlerde fonksiyonel toz katkı maddesi olarak kullanılmasının mümkün olduğu sonucuna varılabilir. Çalışmanın devamı olarak ilerleyen süreçte optimum koşulda elde edilen mikroenkapsülün depolama stabilitesi ve biyoyararlılık denemeleri çalışılabilir. Bu sayede mikroenkapsülün renklendirici olarak ve fonksiyonel faydaları nedeniyle gıdalara katılmasının etkisi araştırılabilir.

## 6. KAYNAKLAR

- Aadil, R.M., Zeng, X. A., Han, Z., Sun, D.W. 2013. Effects of ultrasound treatments on quality of grapefruit juice. *Food Chemistry*, 141(3), 3201-3206.
- Abu-Samra, A., Morris, J.S. ve Koirtyohann, S.R. 1975. Wet ashing of some biological samples in a microwave oven. *Analytical Chemistry*, 47: 1475–1477.
- Adheeb Usaid, A.S., Premkumar, J. ve Ranganathan, T.V. 2014. Emulsion and it's Applications in Food Processing–A Review. *International Journal of Engineering Research and Applications*, 4(4): 241-248.
- Agudelo, C., Barros, L., Santos-Buelga, C., Martínez-Navarrete, N. ve Ferreira, I. C. 2017. Phytochemical content and antioxidant activity of grapefruit (Star Ruby): A comparison between fresh freeze-dried fruits and different powder formulations. *LWT Food Science and Technology*, 80, 106–112
- Aguilera, J.M. 2003. Solid–liquid extraction. In: Tzia C, Liadakis G (eds) *Extraction optimization in food engineering*. Dekker, New York, pp 35–55.
- Akdeniz, B., Sumnu, G. ve Sahin, S. 2018. Microencapsulation of phenolic compounds extracted from onion (*Allium cepa*) skin. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(7), 13648.
- Akbas, E., Kilercioglu, M., Onder, O. N., Koker, A., Soyler, B. ve Oztop, M. H. 2017. Wheatgrass juice to wheat grass powder: Encapsulation, physical and chemical characterization. *Journal of Functional Foods*, 28, 19-27.
- Aksoy, A., Guvensan, A, Akcicek, E. ve Ozturk, M., 2005. “Ethnoecology of *Viburnum opulus* L.” to presented at International Symposium on Medicinal Plants: Linkages Beyond National Boundaries, Islamabad-Pakistan, 65-70, September 7-9, 2004.
- Akter, M.S., Oh, S., Eun, J.B. ve Ahmed, M. 2011. Nutritional compositions and health promoting phytochemicals of camu-camu (*Myrciaria dubia*) fruit: a review. *Food Research International*, 44, 1728–1732.
- Alekovski, S., Sovova, H., Curapova, B. ve Poposka, F. 1998. Supercritical CO<sub>2</sub> extraction and Soxhlet extraction of grape seeds oil. *Bulletin of Chemists and Technologists Macedonia*, 17: 129–134.
- Alfrén, J., Peñarrieta, J. M., Bergenståhl, B. ve Nilsson, L. 2012. Comparison of molecular and emulsifying properties of gum arabic and mesquite gum using asymmetrical flow field-flow fractionation. *Food Hydrocolloids*, 26(1), 54-62.
- Alton, W. J. 1998. Microwave pasteurization of liquids. *Society of Manufacturing Engineers*. 98-211.

- Ameer, K., Shahbaz, H. M. ve Kwon, J. H. 2017. Green extraction methods for polyphenols from plant matrices and their byproducts: a review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 16, 295-315.
- Andersen, O. ve Markham, K. 2006. *Flavonoids: chemistry, biochemistry and applications*. CRC Press, Boca Raton.
- Apintanapong, M. ve Noomhorm, A. 2003. The use of spray-drying to microencapsulate 2-acetyl-1-pyrroline, a major flavour component of aromatic rice. *International Journal of Food Science and Technology*, 38, 95–102.
- Appelqvist, I. A., Golding, M., Vreeker, R., ve Zuidam, N. J. 2007. Emulsions as delivery systems in foods. *Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems*, 41-81.
- Ara, V. 2002 The black chokeberry: a healthy fruit that will soon be “on all tongues”? *Fruit Processing*, 12:500–506.
- Araujo-Díaz, S., Leyva-Porras, C., Aguirre-Bañuelos, P., Álvarez-Salas, C. ve Saavedra- Leos, Z. 2017. Evaluation of the physical properties and conservation of the antioxidants content, employing inulin and maltodextrin in the spray drying of blueberry juice. *Carbohydrate Polymers*, 167, 317–325.
- Aruoma, O. I. 2002. Methodological considerations for characterizing potential antioxidant actions of bioactive components in plant foods. *Mutation Research*, 523-524: 9-20.
- Augustin, M. A. ve Hemar, Y. 2009. Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. *Chemical Society Reviews*, 38, 902-912.
- Aydogdu, A., Sumnu, G. ve Sahin, S. 2018. Effects of addition of different fibers on rheological characteristics of cake batter and quality of cakes. *Journal of Food Science and Technology*, 55(2):667-677.
- Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M. H. A., Ghafoor, K., Norulaini, N.A.N. ve Omar, A. K. M. 2013. Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: a review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426-436.
- Bai, X. L., Yue, T. L., Yuan, Y. H., ve Zhang, H. W. 2010. Optimization of microwave-assisted extraction of polyphenols from apple pomace using response surface methodology and HPLC analysis. *Journal of Separation Science*, 33(23-24), 3751-3758.
- Bakowska-Barczak, A.M. ve Kolodziejczyk, P.P. 2011. Black currant polyphenols: their storage stability and microencapsulation. *Industrial Crops and Products*, 34, 1301–1309.

- Ballard, T.S., Mallikarjunan, P., Zhou, K. ve O'keefe, S. 2010. Microwave-assisted extraction of phenolic antioxidant compounds from peanut skins. *Food Chemistry*, 120, 1185–1192.
- Bansode, S. S., Banarjee, S. K., Gaikwad, D. D., Jadhav, S. L., ve Thorat, R. M. 2010. Microencapsulation: a review. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 1(2), 38-43.
- Bayramoglu, B., Sahin, S. ve Sumnu, G. 2008. Solvent-free microwave extraction of essential oil from oregano. *Journal of Food Engineering*, 88(4), 535-540.
- Baytop, T., 1963. Türkiye'nin Tıbbi ve Zehirli Bitkileri. İ.Ü. Yayınları, 1039, İstanbul.
- Bazaria, B. ve Kumar, P. 2018. Optimization of spray drying parameters for beetroot juice powder using response surface methodology (RSM). *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(4), 408-415
- Becher, P. 1957. *Emulsions: Theory and Practice*. ACS Monograph No. 135. Rheinhold, New York.
- Bermúdez-Aguirre, D., Mobbs, T. ve Barbosa-Cánovas, G. V. 2011. Ultrasound applications in food processing. In *Ultrasound technologies for food and bioprocessing* (pp. 65-105). Springer, New York, NY.
- Bertelli, A., Bertelli, A.A.E., Gozzini, A. ve Giovannini, L. 1998. Plasma and tissue resveratrol concentrations and pharmacological activity. *Drugs Under Experimental and Clinical Research*, 24:133-138.
- Bi, W., Zhou, J. ve Row, K.H. 2011. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 28:221–224.
- Buci Koji, A., Planini, M., Tomas, S., Jakobek, L. ve Šeruga, M. 2009. Influence of solvent and temperature on extraction of phenolic compounds from grape seed, antioxidant activity and colour of extract. *International Journal of Food Science and Technology*, 44(12), 2394–2401.
- Cacace, J. E. ve Mazza, G. 2002. Extraction of anthocyanins and other phenolics from black currants with sulfured water. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50:5939–5946.
- Cacace, J. E. ve Mazza, G. 2003a. Mass transfer process during extraction of phenolic compounds from milled berries. *Journal of Food. Engineering*, 59:379–389.
- Cacace, J. E. ve Mazza, G. 2003b. Optimization of extraction of anthocyanins from black currants with aqueous ethanol. *Journal of Food Science*, 68:240–248.
- Canuto, G.A.B., Oliveira, D.R., Da Conceição, L.S.M., Farah, J.P.S. ve Tavares, M.F.M. 2016. Development and validation of a liquid chromatography method for anthocyanins in strawberry (*Fragaria* spp.) and complementary studies on stability, kinetics and antioxidant power. *Food Chemistry*, 192, 566–574.

- Castaneda-Ovando, A., Galan-Vidal, C. A., Contreras-Lopez, E. ve Paez-Hernandez, M. E. 2014. Purification of anthocyanins with o-dihydroxy arrangement by sorption in cationic resins charged with Fe(III). *Journal of Chemistry*, (2014):9.
- Celli, G. B., Ghanem, A. ve Brooks, M. S. L. 2015. Optimization of ultrasound-assisted extraction of anthocyanins from haskap berries (*Lonicera caerulea* L.) using Response Surface Methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*, 27, 449-455.
- Cesoniene, L., Daubaras, R., Viškelis, P. ve Šarkinas, A. 2012. Determination of the total phenolic and anthocyanin contents and antimicrobial activity of *Viburnum opulus* fruit juice. *Plant Foods for Human Nutrition*, 67:256–61.
- Chan, C. H., Yusoff, R., Ngoh, G. C. ve Kung, F. W. 2011. Microwave-assisted extractions of active ingredients from plants. *Journal of Chromatography A*, 1218(37), 6213-6225
- Chegini, G. R. ve Ghobadian, B. 2005. Effect of spray-drying conditions on physical properties of orange juice powder. *Drying Technology*, 23(3), 657-668.
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A. G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A. S. ve Abert-Vian, M. 2017. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics sonochemistry*, 34, 540-560.
- Chemat, F., Abert-Vian, M. ve Zill-e-Huma, Y-J. 2009. Microwave assisted separations: green chemistry in action. In: Pearlman JT (ed) *Green chemistry research trends*. Nova Science Publishers, New York, pp 33–62.
- Chemat, S., Lagha, A., AitAmar, H., Bartels, P.V. ve Chemat, F. 2004. Comparison of conventional and ultrasound-assisted extraction of carvone and limonene from caraway seeds. *Flavor and Fragrance Journal*, 19:188–195.
- Cheng, L.H., Soh, C.Y., Liew, S.C., Teh, F.F. 2007. Effects of sonication and carbonation on guava juice quality. *Food Chemistry*, 104, 1396–1401.
- Cheyrier, V. 2012. Phenolic compounds: from plants to foods. *Phytochemistry reviews*, 11(2-3), 153-177.
- Chong, M. F. F., Macdonald, R. ve Lovegrove, J. A. 2010. Fruit polyphenols and CDV risk: a review of human intervention studies. *British Journal of Nutrition*, 104, 28–39.
- Christaki, E. 2012. *Hippophae rhamnoides* L. (Sea Buckthorn): a potential source of nutraceuticals. *Food Public Health*, 2, 69–72.
- Chronakis, I. S. 1998. On the molecular characteristics, compositional properties, and structural-functional mechanisms of maltodextrins: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 38(7), 599-637.

- Chrubasik, C., Li, G. ve Chrubasik, S. 2010. The clinical effectiveness of chokeberry: a systematic review. *Phytotherapy Research*, 24, 1107–1114.
- Clifford, M. N. 2000 Chlorogenic acids and other cinnamates – nature, occurrence, and dietary burden. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80:1033–1043.
- Correia, R., Grace, M. H., Esposito, D. ve Lila, M. A. 2017. Wild blueberry polyphenol protein food ingredients produced by three drying methods: Comparative physicochemical properties, phytochemical content, and stability during storage. *Food Chemistry*, 235, 76–85.
- Craig, D.Q.M., Royall, P.G., Kett, V.L. ve Hopton, M.L., 1999. Relevance of the amorphous state to pharmaceutical dosage forms: glassy drugs and freeze dried systems. *International Journal of Pharmaceutics*, 179 (2), 179–207.
- Çam, M. 2005. Kayseri bölgesinde tüketilen gilaburu (*Viburnum opulus* L.) meyve suyunun organik asit ve fenolik bileşiklerinin yüksek basınç sıvı kromatografisiyle belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2, İzmir.
- Çam, M. ve Hisil, Y. 2007. Comparison of chemical characteristics of fresh and pasteurised juice of gilaburu (*Viburnum opulus* L.). *Acta Alimentaria*, 36:381–85.
- Çam, M., İçyer, N. C. ve & Erdoğan, F. 2014. Pomegranate peel phenolics: microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development. *LWT-Food Science and Technology*, 55(1), 117-123.
- Çilek, B. 2012. Microencapsulation of phenolic compounds extracted from sour cherry (*Prunus cerasus* L.) pomace. MSc Thesis, METU, Ankara.
- d’Alessandro, L. G., Kriaa, K., Nikov, I. ve Dimitrov, K. 2012. Ultrasound assisted extraction of polyphenols from black chokeberry. *Separation and Purification Technology*, 93, 42-47.
- Dahmoune, F., Nayak, B., Moussi, K., Remini, H. ve Madani, K. 2015. Optimization of microwave-assisted extraction of polyphenols from *Myrtus communis* L. leaves. *Food Chemistry*, 166, 585-595.
- Dahmoune, F., Boulekbache, L., Moussi, K., Aoun, O., Spigno, G. ve Madani, K. 2013. Valorization of Citrus limon residues for the recovery of antioxidants: evaluation and optimization of microwave and ultrasound application to solvent extraction. *Industrial Crops and Products*, 50, 77-87.
- Dag, D., Kilercioglu, M. ve Oztop, M. H. 2017. Physical and chemical characteristics of encapsulated goldenberry (*Physalis peruviana* L.) juice powder. *LWT-Food Science and Technology*, 83, 86-94.

- Da Porto, C., Porretto, E. ve Decorti, D. 2013. Comparison of ultrasound-assisted extraction with conventional extraction methods of oil and polyphenols from grape (*Vitis vinifera* L.) seeds. *Ultrasonics sonochemistry*, 20(4), 1076-1080.
- da Rosa, C. G., Borges, C. D., Zambiasi, R. C., Nunes, M. R., Benvenuti, E. V., da Luz, S. R., D'avilla, R.F. ve Rutz, J. K. 2013. Microencapsulation of gallic acid in chitosan,  $\beta$ -cyclodextrin and xanthan. *Industrial Crops and Products*, 46, 138–146.
- De Ancos, B., Cano, M. P., Hernandez, A. ve Monreal, M. 1999. Effects of microwave heating on pigment composition and colour of fruit purees. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 79(5), 663-670.
- de Castro, L.M.D. ve Priego-Capote, F. (2010). Soxhlet extraction: Past and present panacea. *Journal of Chromatography A*, 1217(16): 2383–2389.
- Del Bo, C., Riso, P., Brambill, A., Gardana, C., Rizzolo, A., Simonetti, P., Bertolo, G., Klimis-Zacas, D. ve Porrini, M. 2012. Blanching improves anthocyanin absorption from highbush blueberry (*Vaccinium corymbosum* L.) puree in healthy human volunteers: a pilot study. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60, 9298–9304.
- Desai, K. G. H. ve Park, H. J. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23, 1361-1394.
- Djenouhat, M., Hamdaoui, O., Chiha, M. ve Samar, M. H. 2008. Ultrasonication-assisted preparation of water-in-oil emulsions and application to the removal of cationic dyes from water by emulsion liquid membrane. *Separation and Technology*, 62, 636–641.
- Dickinson, E. 2003. Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. *Food Hydrocolloids*, 17(1), 25-39.
- Dirim, S. N., Çalışkan, G. ve Ergün, K. 2015. Dondurularak kurutulmuş bazı meyve tozlarının toz ürün özelliklerinin belirlenmesi. *GIDA*, 40 (2): 85-92.
- Dror, Y., Cohen, Y. ve Yerushalmi- Rozen, R. 2006. Structure of gum arabic in aqueous solution. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 44(22), 3265-3271.
- Durmaz 2012. Microwave extraction of phenolic compounds from caper and oleaster. MSc Thesis, METU, 14, Ankara.
- Durmaz, E., Sumnu, G. ve Sahin, S. 2015. Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from caper. *Separation Science and Technology*, 50(13), 1986-1992.
- Dutta, B. K. 2007. Principles of Mass Transfer and Separation Processes. Prentice-Hall of India, New Delhi, India.

- Dziezak, J. D. 1998. Microencapsulation and encapsulated food ingredients. *Food Technology*, 42, 136-151.
- Elik, A. 2016. Optimization of Microwave-Assisted Extraction of Phenolics from Organic Berries. MSc Thesis, University of Gaziantep, 74, Gaziantep.
- Ekezie, F. G. C., Sun, D. W. ve Cheng, J. H. 2017. Acceleration of microwave-assisted extraction processes of food components by integrating technologies and applying emerging solvents: A review of latest developments. *Trends in Food Science and Technology*, 67, 160-172.
- Erlund, I., Koli, R., Alfthan, G., Marniemi, J., Puukka, P., Mustonen, P., Mattila, P. ve Jula, A. 2008. Favorable effects of berry consumption of platelet function, blood pressure, and HDL cholesterol. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 87, 323–331.
- Ersus, S. ve Yurdagel, U. (2007). Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. *Journal of Food Engineering*, 80, 805-812.
- Eskilsson, C. S. ve Björklund, E. 2000. Analytical-scale microwave-assisted extraction. *Journal of Chromatography A*, 902(1), 227-250.
- Eskilsson, C. S., Björklund, E., Mathiasson, L., Karlsson, L. ve Torstensson, A. 1999. Microwave-assisted extraction of felodipine tablets. *Journal of Chromatography A*, 840(1), 59-70.
- Espada-Bellido, E., Ferreiro-González, M., Carrera, C., Palma, M., Barroso, C. G. ve Barbero, G. F. 2017. Optimization of the ultrasound-assisted extraction of anthocyanins and total phenolic compounds in mulberry (*Morus nigra*) pulp. *Food Chemistry*, 219, 23-32.
- Ezhilarasi, P. N., Indrani, D., Jena, B. S. ve Anandharamakrishnan, C. 2014. Microencapsulation of Garcinia fruit extract by spray drying and its effect on bread quality. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 94(6), 1116-1123.
- Ezhilarasi, P., Indrani, D., Jena, B. ve Anandharamakrishnan, C. 2013. Freeze drying technique for microencapsulation of *Garcinia* fruit extract and its effect on bread quality. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 513–520.
- Fanali, C., Dugo, L., D’Orazio, G., Lirangi, M., Dacha, M., Dugo, P. ve Mondello, L. 2011. Analysis of anthocyanins in commercial fruit juices by using nano-liquid chromatography-electrospray-mass spectrometry and high-performance liquid chromatography with UV-vis detector. *Journal of Separation Science*, 34, 150–159.
- Fang, Z. VE Bhandari, B. 2012. Comparing the efficiency of protein and maltodextrin on spray drying of bayberry juice. *Food Research International* 48, 478–483.

- Fang, Z. ve Bhandari, B. 2011. Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyphenols. *Food Chemistry*, 129, 1139–1147
- Fang, Z. ve Bhandari B. 2010. Encapsulation of polyphenols: a review. *Trends in Food Science and Technology*, 21, 510-523.
- Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Ashtari, A.K. ve Omid, M. 2012. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Foods and Bioproducts Processing*, 90, 667–675.
- Fernandes, M., Dias, A., Carvalho, R., Souza, C ve Oliveira, W. 2014. Antioxidant and antimicrobial activities of *Psidium guajava* L. spray dried extracts. *Industrial Crops and Products*, 60, 39–44.
- Ferrari, C.C., Pimentel, S., Germer, M. ve de Aguirre, J.M. 2012. An international journal effects of spray-drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder effects of spray-drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder. *Drying Technology*, 30, 154–163.
- Filgueiras, A.V., Capelo, J.L., Lavilla, I., Bendicho, C., 2000. Comparison of ultrasound-assisted extraction and microwave-assisted digestion for determination of magnesium, manganese and zinc in plant samples by flame atomic absorption spectrometry. *Talanta*, 53, 433–441.
- Fissore, D., Pisano, R. ve Barresi, A.A., 2010. Monitoring of the secondary drying in freeze-drying of pharmaceuticals. *Journal of Pharmaceutical Science*, 100 (2), 732–742.
- Flores, F.P., Singh, R.K., Kerr, W.L., Pegg, R.B. ve Kong, F. 2014. Total phenolics content and antioxidant capacities of microencapsulated blueberry anthocyanins during in vitro digestion. *Food Chemistry*, 153, 272–278.
- Flórez, N., Conde, E. ve Domínguez, H. 2015. Microwave assisted water extraction of plant compounds. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 90(4), 590-607.
- Franceschinis, L., Salvatori, D. M., Sosa, N. ve Schebor, C. 2014. Physical and functional properties of blackberry freeze- and spray-dried powders. *Drying Technology*, 32(2), 197–207.
- Friberg, S., Larsson, K. ve Sjoblom, J. 2004. *Food emulsions*, (4th ed.). New York: Marcel Dekker.
- Fu, L., Xu, B. T., Xu, X. R., Gan, R. Y., Zhang, Y., Xia, E. Q. ve Li, H. B. 2011. Antioxidant capacities and total phenolic contents of 62 fruits. *Food Chemistry*, 129(2), 345-350.
- Fuzfai, Z. ve Molnar-Perl, I. 2007. Gas chromatographic-mass spectrometric fragmentation study of flavonoids as their trimethylsilyl derivatives: analysis of

- flavonoids, sugars, carboxylic and amino acids in model systems and in citrus fruits. *Journal of Chromatography A*, 1149, 88–101.
- Ganzler, K., Salgoi, A. ve Valkoi, K. 1986. Microwave extraction: A novel sample preparation method for chromatography. *Journal of Chromatography A*, 371: 299–306.
- Garofulic, I. E., Dragovic-Uzelac, V., Relizek Jambrak, A. ve Jukic, M. 2013. The effect of microwave assisted extraction on the isolation of anthocyanins and phenolic acids from sour cherry Marasca (*Prunus cerasus var. Marasca*). *Journal of Food Engineering*, 117:437–442.
- Gavrilin, M.V., Markova, M., Likhota, T. ve Izmailova, A. 2007. Optimization of the procedure of vitamin determination in *Viburnum* oil. *Pharmaceutical Chemistry Journal*, 41:101–04.
- Gavrilova, V., Kajdzanoska, M., Gjamovski, V. ve Stefova, M. 2011. Separation, characterization and quantification of phenolic compounds in blueberries and red and black currants by HPLC-DAD-ESIMS(n). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59, 4009–4018.
- Giampieri, F., Forbes-Hernandez, T. Y., Gasparri, M., Alvarez-Suarez, J. M., Afrin, S., Bompadre, S., Quiles, J. L., Mezzetti, B. ve Battino, M. 2015. Strawberry as a health: an evidence based review. *Food Function*, 6, 1386–1398.
- Giampieri, F., Tulipani, S., Alvarez-Suarez, J. M., Quiles, J. L., Mezzetti, B. ve Battino, M. 2012. The strawberry: composition, nutritional quality, and impact on human health. *Nutrition*, 28, 9–19.
- Gibbs, B. F., Kermasha, S., Alli, I. ve Mulligan, C. N. 1999. Encapsulation in the food industry: A review. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 50, 213-224.
- Gogate, R., Mujumdar, S., Thampi, J., Wilhelm, M. ve Pandit, B. 2004. Destruction of phenol using sonochemical reactors: Scale up aspects and comparison with conventional reactors. *Separation and Purification Technology*, 34, 25–34.
- Golmohamadi, A., Möller, G., Powers, J. ve Nindo, C. 2013. Effect of ultrasound frequency on antioxidant activity, total phenolic and anthocyanin content of red raspberry puree. *Ultrasonic Sonochemistry*, 20, 1316–1323.
- Golukcu, M. ve Ozdemir, F. (2010). Changes in phenolic composition of avocado cultivars during harvesting time. *Chemistry of Natural Compounds*, 46, 112–115.
- Gomes-Rochette, N. F., Da Silveira Vasconcelos, M., Nabavi, S. M., Mota, E. F., Nunes-Pinheiro, D. C., Daglia, M. ve Dirce, F.M. 2016. Fruit as potent natural antioxidants and their biological effects. *Current pharmaceutical biotechnology*, 17, 986–993.

- Goncalves, A., Lajolo, F.M. ve Genovese, M.I. 2010. Chemical composition and antioxidant / antidiabetic potential of Brazilian native fruits and commercial frozen pulps. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 4666–4674.
- Gordon, M. H. 1990. The mechanism of antioxidant action in vitro. In: *Food antioxidants*. Hudson, B.J.F. (ed). Elsevier Applied Science, London. 1–18.
- Gouin, S. 2004. Microencapsulation: Industrial appraisal of existing Technologies and trends. *Trends in Food Science and Technology*, 15, 330-347.
- Goula, A. M. ve Adamopoulos, K. G. 2010. A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science and Emerging Technology*, 11(2), 342–351.
- Goulas, V. ve Manganaris, G.A. 2012. Exploring the phytochemical content and the antioxidant potential of Citrus fruits grown in Cyprus. *Food Chemistry*, 131, 39–47.
- Grabowski, J. A., Truong, V. D. ve Daubert, C. R. 2006. Spray- drying of amylase hydrolyzed sweetpotato puree and physicochemical properties of powder. *Journal of food science*, 71(5), 209-217.
- Granato, D., Katayama, F.C.U. ve de Castro, I.A. 2011. Phenolic composition of South American red wines classified according to their antioxidant activity, retail price and sensory quality. *Food Chemistry*, 129, 366–373.
- Gurak, P.D., Correa Cabral, L.M., Rocha-Leão, M.H. 2013. Production of grape juice powder obtained by freeze- drying after concentration by reverse osmosis. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 56, 1011–1017.
- Hakkinen, S. 2000. Flavonols and fenolic acids in berries and berry products. Doctoral Thesis. Kuopio University Publications D. Medical Sciences. 90 p.
- Harborne, J. B. ve Simmonds, N. W. 1964. *Biochemistry of Phenolic Compounds*, Academic Press, London, pp 101.
- Haminiuk, C. W., Maciel, G. M., Plata- Oviedo, M. S. ve Peralta, R. M. 2012. Phenolic compounds in fruits—an overview. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(10), 2023-2044.
- Hayat, K., Hussain, S., Abbas, S., Farooq, U., Ding, B., Xia, S., Jia, C., Zhang, X. ve Xia, W., 2009. Optimized microwave-assisted extraction of phenolic acids from cit-rus mandarin peels and evaluation of antioxidant activity in vitro. *Seperation and Purification Technology*, 70, 63–70.
- He, B., Zhang, L. L., Yue, X. Y., Liang, J., Jiang, J., Gao, X. L. ve Yue, P. X. 2016. Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds and anthocyanins from blueberry (*Vaccinium ashei*) wine pomace. *Food Chemistry*, 204, 70-76.

- Heinonen, I. M., Lehtonen, P.J. ve Hopia, A. I. 1998. Antioxidant activity of berry and fruit wines and liquors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46: 25-31.
- Heredia, F.J., Francia-Aricha, E.M., Rivas-Gonzalo, J.C., Vicario, I. M. ve Santos-Buelga, C. 1998. Chromatic characterization of anthocyanins from red grapes—I. pH effect. *Food Chemistry*, 63(4):491-498.
- Hızlısoy, H. 2009. The investigation of antimicrobial effects of gilaburu against various microorganisms. *Yüksek Lisans Tezi, Sağlık Bilimleri Dergisi (Journal of Health Sciences)*, 18, 3:I- LXVI.
- Hidelgo, G. ve Almajano, M.P. 2017. Red fruits: Extraction of antioxidants, phenolic content and radical scavenging determination: a review. *Antioxidants*, 6, 7.
- Hong, N., Yaylayan, V. A., Raghavan, G. S. V., Pare, J. R. J. ve Belanger, J. M. R. 2001. Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from grape seed. *Natural Product Letters*, 15(3), 197-204.
- Hossain, M. B., Brunton, N. P., Patras, A., Tiwari, B., O'Donnell, C. P., Martin-Diana, A. B. ve Barry-Ryan, C. 2012. Optimization of ultrasound assisted extraction of antioxidant compounds from marjoram (*Origanum majorana* L.) using response surface methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19(3), 582-590.
- Huang, X. ve Mazza, G. 2011. Simultaneous analysis of serotonin, melatonin, piceid and resveratrol in fruits using liquid chromatography tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1218, 3890–3899.
- Iacopini, P., Baldi, M., Storchi, P. ve Sebastiani, L. 2008. Catechin, epicatechin, quercetin, rutin and resveratrol in red grape: Content, in vitro antioxidant activity and interactions. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21, 589–598.
- Ibrahim, R. ve Barron, D. 1989. Phenylpropanoids. In: Harborne JB (ed) *Methods in plant biochemistry*, vol 1, Plant phenolics. Academic, London, pp 75–111.
- İnce, A. E., Sahin, S. ve Sumnu, G. 2014. Comparison of microwave and ultrasound-assisted extraction techniques for leaching of phenolic compounds from nettle. *Journal of Food Science and Technology*, 51(10), 2776-2782.
- İnce, A. E., Şahin, S. ve Sumnu, S. G. 2013. Extraction of phenolic compounds from melissa using microwave and ultrasound. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 37(1), 69-75.
- İnce, A. 2011. Usage of Microwave and Ultrasound in the Extraction of Essential Oils and Phenolic Compounds. M.Sc. Thesis, Department of Food Engineering, METU, Ankara.
- Kuck, L. S. ve Noreña, C. P. Z. 2016. Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. *Bordo*) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. *Food Chemistry*, 194, 569-576.

- Liiazid, A., Palma, M., Brigui, J. ve Barroso, C.G. 2007. Investigation on phenolic compounds stability during microwave-assisted extraction. *Journal of Chromatography A*, 1140:29-34.
- Islam, S., Shahid, M. ve Mohammad, F. 2013. Perspectives for natural product based agents derived from industrial plants in textile applications—A review. *Journal of Cleaner Production*, 57: 2–18.
- Ivanovic, J., Tadic, V., Dimitrijevic, S., Stamenic, M., Petrovic, S. ve Zizovic, I. 2014. Antioxidant properties of the anthocyanin-containing ultrasonic extract from blackberry cultivar “C̃ac̃anska Bestrna”. *Industrial Crops Production*, 53, 274–281.
- Jafari, S. M., Ghalenoei, M. G. ve Dehnad, D. 2017. Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technology*, 311, 59–65.
- Jafari, S.M., He, Y. ve Bhandari, B. 2007. Production of sub-micron emulsions by ultrasound and microfluidization techniques. *Journal of Food Engineering* 82:478-488.
- Jaganath, I.B. ve Crozier A. 2010. “Dietary Flavonoids and Phenolic Compounds” In “Plant Phenolics and Human Health : Biochemistry, Nutrition and Pharmacology” Ed. Fraga, C.G., Hoboken, NJ : Wiley. USA pp 1-50.
- Jassie, L., Revesz, R., Kierstead, T., Hasty, E. ve Metz, S. 1997. In: Kingston HM, Haswell SJ (eds) *Microwave-enhanced chemistry*. American Chemical Society, Washington, DC, p 569.
- Jerman, T., Treb̃se, P. ve Mozetĩc Vodopivec, B., 2010. Ultrasound-assisted solid liquid extraction (USLE) of olive fruit (*Olea europaea*) phenolic compounds. *Food Chemistry*, 123, 175–182.
- Jiménez-Aguilar, D.M., Ortega-Regules, A.E., Lozada-Ramírez, J.D., Pérez-Pérez, M.C.I., Vernon-Carter, E.J. ve Welti-Chanes, J. 2011. Color and chemical stability of spray-dried blueberry extract using mesquite gum as wall material. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24, 889–894.
- Jensen, W.B. 2007. The origin of the soxhlet extractor. *Journal of Chemical Education*, 84: 1913.
- Kahle, K., Kraus, M., Scheppach, W., Ackermann, M., Ridder, F. ve Richling, E. 2006. Studies on apple and blueberry fruit constituents: do the polyphenols reach the colon after ingestion? *Molecular Nutrition and Food Research*, 50, 418–423.
- Kaltsa, O., Michon, C., Yanniotis, S. ve Mandala, I. 2013. Ultrasonic energy input influence on the production of sub-micron o/w emulsions containing whey protein and common stabilizers. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20, 881–891.

- Karabegovic, I. T., Stojicevic, S. S., Velickovic, D. T., Nikolic, N. C. ve Lazic, M. L. 2013. Optimization of microwave-assisted extraction and characterization of phenolic compounds in cherry laurel (*Prunus laurocerasus*) leaves. *Separation and Purification Technology*, 120, 429-436.
- Karabegovic, I.T., Stojicevic, S.S., Velickovic, D.T., Todorovic, Z.B., Nikolic, N.C. ve Lazic, M.L. 2014. The effect of different extraction techniques on the composition and antioxidant activity of cherry laurel (*Prunus laurocerasus*) leaf and fruit extracts. *Industrial Crops and Products*, 54, 142–148.
- Kaufmann, B. ve Christen, P. 2002. Recent extraction techniques for natural products: Microwave-assisted extraction and pressurized solvent extraction. *Phytochemical Analysis*, 13: 105–113.
- Kaushik, V. ve Roos, Y.H. 2007. Limonene encapsulation in freeze-drying of gum Arabic–sucrose–gelatin systems. *LWT - Food Science Technology* 40:1381-1391.
- Kelebek, H. ve Selli, S. 2011a. Determination of volatile, phenolic, organic acid and sugar components in a Turkish cv. Dortyol (*Citrus sinensis* L. *Osbeck*) orange juice. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91, 1855–1862.
- Kelebek, H. ve Selli, S. 2011b. Evaluation of chemical constituents and antioxidant activity of sweet cherry (*Prunus avium* L.) cultivars. *International Journal of Food Science and Technology*, 46, 2530–2537.
- Kenyon, M.M. 1995. Modified starch, maltodextrin, and corn syrup solids as wall materials for food encapsulation. In: *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients* (edited by S.J. Risch ve G.A. Reineccius). Pp. 43–50. ASC Symposium Series 590. Washington, DC: American Chemical Society.
- Kha, T. C., Nguyen, M. H. ve Roach, P. D. 2010. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *Journal of Food Engineering*, 98(3), 385–392.
- Khan, M. K., Abert-Vian, M., Fabiano-Tixier, A. S., Dangles, O. ve Chemat, F. 2010. Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis* L.) peel. *Food Chemistry*, 119(2), 851-858.
- Khan, F., Ray, S., Craigie, A. M., Kennedy, G., Hill, A., Barton, K. L., Broughton, J. ve Belch, J.J.F. 2014. Lowering of oxidative stress improves endothelial function in healthy subjects with habitually low intake of fruit and vegetables: a randomized controlled trial of antioxidant- and polyphenol-rich blackcurrant juice. *Free Radical Biology and Medicine*, 72, 232–237.
- Krishnan, S., Kshirsagar, A.C. ve Singhal, R.S. 2005. The use of gum Arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. *Carbohydrate Polymers*, 62:309-315.

- Krishnaswamy, K., Orsat, V., Gariépy, Y. ve Thangavel, K. 2013. Optimization of microwave-assisted extraction of phenolic antioxidants from grape seeds (*Vitis vinifera*). Food and Bioprocess Technology, 6(2), 441-455.
- Kristo, A. S., Klimis-Zacas, D. ve Sikalidis, A. K. 2016. Protective role of dietary berries in cancer. Antioxidants 5, 1–23.
- Kroon, P.A. ve Williams, G., 1999. Hydroxycinnamates in plants and food: current and future perspectives. Journal of the Science of Food and Agriculture, 79: 355-361.
- Kubrakova, I.V. ve Toropchenova, E.S. 2008. Microwave heating for enhancing efficiency of analytical operations (review). Inorganic Materials, 44: 1509–1519.
- Kulling, S. E. ve Rawel, H. M. 2008. Chokeberry (*Aronia melanocarpa*) – A review on the characteristic components and potential health effects. Planta Medica, 74, 1625–1634.
- Lako, J., Trenerry, V.C., Wahlqvist, M., Wattanapenpaiboon, N., Sotheeswaran, S. ve Premier, R. 2007. Phytochemical flavonols, carotenoids and the antioxidant properties of a wide selection of Fijian fruit, vegetables and other readily available foods. Food Chemistry, 101, 1727–1741.
- Lambert, S.G., Asenstorfer, R.E., Williamson, N.M., Iland, P.G. ve Jones, G.P. 2011. Copigmentation between malvidin-3-glucoside and some wine constituents and its importance to colour expression in red wine. Food Chemistry, 125, 106–115.
- Laokuldilok, T. ve Kanha, N. 2015. Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (*Oryza sativa* L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying. LWT-Food Science and Technology, 64(1), 405–411.
- Lattanzio V. 2013. “Phenolic Compounds: Introduction” In “Natural products”, Eds. Ramawat, K.G., Merillon J.M., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, pp.1543-1580.
- Lee, J. E., Park, E., Auh, J. H., Choi, H. K., Lee, J., Cho, S. ve Kim, J. H. 2011. Effects of a *Rubus coreanus Miquel* supplement on plasma antioxidant capacity in healthy Korean men. Nutrition Research and Practice, 5(5), 429-434.
- Li, M. K. ve Fogler, H. S. 1978. Acoustic emulsification. Part 1. The instability of the oil-water interface to form the initial droplets. Journal of Fluid Mechanics, 88(3), 499-511.
- Li, Y., Han, L., Ma, R., Xu, X., Zhao, C., Wang, Z., Chen, F. ve Hu, X. 2012. Effect of energy density and citric acid concentration on anthocyanins yield and solution temperature of grape peel in microwaveassisted extraction process. Journal of Food Engineering, 109:274–280.

- Liu, R. H. 2004. Potential synergy of phytochemicals in cancer prevention: mechanism of action. *The Journal of Nutrition*, 134(12), 3479-3485.
- Luca, A., Cilek, B., Hasirci, V., Sahin, S. ve Sumnu, G. 2014. Storage and baking stability of encapsulated sour cherry phenolic compounds prepared from micro- and nano-suspensions. *Food and Bioprocess Technology*, 7(1), 204-211.
- Luca, A., Cilek, B., Hasirci, V., Sahin, S. ve Sumnu, G. 2013. Effect of degripping of phenolic extract from sour cherry pomace on encapsulation efficiency—production of nano-suspension. *Food and Bioprocess Technology*, 6(9), 2494-2502.
- Luque-García, J.L., Luque de Castro, M.D., 2003. Ultrasound: a powerful tool for leaching, *Trends in Analytical Chemistry*, 22, 41–47.
- Ma, Y. Q., Chen, J. C., Liu, D. H. ve Ye, X. Q. 2009. Simultaneous extraction of phenolic compounds of citrus peel extracts: effect of ultrasound. *Ultrasonic Sonochemistry*, 16: 57–62.
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J. ve Desobry, S. 2006. Flavour encapsulation and controlled release—a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 41(1), 1-21.
- Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E. ve Dehnad, D. 2016. Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85, 379-385.
- Majid, I., Nayik, G. A. ve Nanda, V. 2015. Ultrasonication and food technology: A review. *Cogent Food and Agriculture*, 1 (1), 1071022.
- Mamede, M.E.O., Miranda, M.P.S., Ritzinger, R., Godoy, R.C.B. ve Velozo, E.S. 2009. Physico-chemical and sensorial evaluation of new varieties of acerola. *British Food Journal*, 111, 387–395.
- Mann, J. 1987. *Secondary metabolism*. Oxford University Press. Toronto, ON.
- Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Remesy, C. ve Jimenez, L. 2004. Polyphenols: food sources and bioavailability. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 79:727-747.
- Maran, J.P., Priya, B., Nivetha, C.V. 2015. Optimization of ultrasound-assisted extraction of natural pigments from *Bougainvillea glabra* flowers. *Industrial Crops and Products*, 63, 182-189.
- Mascarenhas, W.J., Akay, H.U. ve Pikal, M.J. 1997. A computational model for finite element analysis of the freeze drying process. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 148 (1–2), 105–124.

- Maskan, M. 2006. Production of pomegranate (*Punica granatum* L.) juice concentrate by various heating methods: colour degradation and kinetics. *Journal of Food Engineering*, 72(3), 218-224.
- Mazza, G. ve Maniati, E. 1993. Anthocyanins in fruits, vegetables, and grains. Boca Raton, FL: CRC Press.
- McClements, D. J. 2005. Food emulsions: Principles, practice, and techniques, (2nd ed.). Boca Raton: CRC Press.
- McEwen, B. J. 2014. The influence of diet and nutrients on platelet function. *Seminars in Thrombosis and Hemostasis*, 40, 214–226.
- Medina, A.L., Haas, L.I.R., Chaves, F.C., Salvador, M., Zambiazzi, R. C., Silva, W. P., Nora, L. ve Rombaldi, C. V. 2011. Araca (*Psidium cattleianum* Sabine) fruit extracts with antioxidant and antimicrobial activities and antiproliferative effect on human cancer cells. *Food Chemistry*, 128, 916–922.
- Medina-Meza, I.G., Boioli, P. ve Barbosa-Cánovas, G.V. 2016. Assessment of the effects of ultrasonics and pulsed electric fields on nutritional and rheological properties of raspberry and blueberry purees. *Food Bioprocess Technology*, 9, 520–531.
- Medoua, G.N. ve Oldewage-Theron, W.H. 2011. Bioactive compounds and antioxidant properties of selected fruits and vegetables available in the vaal region, South Africa. *Journal of Food Biochemistry*, 35, 1424–1433.
- Mendes, M., Carvalho, A. P., Magalhães, J. M., Moreira, M., Guido, L., Gomes, A. M., ve Delerue-Matos, C. 2016. Response surface evaluation of microwave-assisted extraction conditions for *Lycium barbarum* bioactive compounds. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 33, 319-326.
- Messaoud, C. ve Boussaid, M. 2011. Myrtus communis berry color morphs: a comparative analysis of essential oils, fatty acids, phenolic compounds, and antioxidant activities. *Chemistry and Biodiversity*, 8, 300–310.
- Michel, T., Destandau, E. ve Elfakir, C. 2011. Evaluation of a simple and promising method for extraction of antioxidants from sea buckthorn (*Hippophaë rhamnoides* L.) berries: Pressurised solvent-free microwave assisted extraction. *Food Chemistry*, 126, 1380–1386.
- Miean, K.H. ve Mohamed, S. 2001. Flavonoid (myricetin, quercetin, kaempferol, luteolin, and apigenin) content of edible tropical plants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49, 3106–3112.
- Mishra, P., Mishra, S. ve Mahanta, C. L. 2014. Effect of maltodextrin concentration and inlet temperature during spray drying on physicochemical and antioxidant properties of amla (*Embllica officinalis*) juice powder. *Food and Bioprocess Processing*, 92(3), 252–258.

- Moldovan, B., David, L., Chişbora, C. ve Cimpoiu, C. 2012. Degradation kinetics of anthocyanins from European cranberrybush (*Viburnum opulus* L.) fruit extracts. Effects of temperature, pH and storage solvent. *Molecules*, 17(10):11655-11666
- Mollica, A., Locatelli, M., Macedonio, G., Carradori, S., Sobolev, A. P., De Salvador, R. F., Monti, S. M., Buonanno, M., Zengin, G., Angeli, A., Supuran, C. T. 2016. Microwave-assisted extraction, HPLC analysis, and inhibitory effects on carbonic anhydrase I, II, VA, and VII isoforms of 14 blueberry Italian cultivars. *Journal of enzyme inhibition and medicinal chemistry*, 31, 1-6.
- Moser, P., Telis, V. R. N., de Andrade Neves, N., García-Romero, E., Gómez-Alonso, S. ve Hermosín-Gutiérrez, I. 2017. Storage stability of phenolic compounds in powdered BRS *Violeta* grape juice microencapsulated with protein and maltodextrin blends. *Food Chemistry*, 214, 308-318.
- Mozafari, M. R. 2006. Bioactive entrapment and targeting using nanocarrier technologies: an introduction. In M. R. Mozafari (Ed.), *Nanocarrier technologies: Frontiers of nanotherapy* (pp. 1-16). The Netherlands: Springer.
- Mozafari, M. R., Khosravi-Darani, K., Borazan, G. G., Cui, J., Pardakhty, A. ve Yurdugul, S. 2008. Encapsulation of food ingredients using nanoliposome technology. *International Journal of Food Properties*, 11, 833-844.
- Munin, A. ve Edwards-Lévy, F. 2011. Encapsulation of natural polyphenolic compounds: A review. *Pharmaceutics*, 3, 793–829.
- Muñiz-Márquez, D. B., Martínez-Ávila, G. C., Wong-Paz, J. E., Belmares-Cerda, R., Rodríguez-Herrera, R. ve Aguilar, C. N. 2013. Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from *Laurus nobilis* L. and their antioxidant activity. *Ultrasonics sonochemistry*, 20(5), 1149-1154.
- Nayak, C.A. ve Rastogi, N.K. 2010. Effect of selected additives on microencapsulation of anthocyanin by spray drying. *Drying Technology*, 28, 1396–1404.
- Ngyen, M.T., Kryachko, E.S. ve Vanquickenborne, L.G. 2003. General and theoretical aspects of phenols In “The chemistry of phenols.” Ed. Rappoport, Z., John Wiley Sons, England. pp 1-199.
- Nile, S. H. ve Park, S. W. 2014. Edible berries: bioactive components and their effect of human health. *Nutrition* 30, 134–144.
- Nikmaram, N., Roohinejad, S., Hashemi, S., Koubaa, M., Barba, F. J., Abbaspourrad, A. ve Greiner, R. 2017. Emulsion-based systems for fabrication of electrospun nanofibers: Food, Pharmaceutical and Biomedical Applications. *RSC Advances*, 7, 28951-28964.
- Nipornram, S., Tochampa, W., Rattanatraiwong, P. ve Singanusong, R. 2018. Optimization of low power ultrasound-assisted extraction of phenolic

- compounds from mandarin (*Citrus reticulata* Blanco cv. *Sainampueng*) peel. *Food Chemistry*, 241, 338-345.
- Nunes, M. A., Pimentel, F., Costa, A. S., Alves, R. C. ve Oliveira, M. B. P. 2016. Cardioprotective properties of grape seed proanthocyanidins: An update. *Trends in Food Science and Technology*, 57, 31-39.
- Obon, J.M., Dí'az-García, M.C. ve Castellar, M.R. 2011. Red fruit juice quality and authenticity control by HPLC. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24, 760–771.
- Olas B. 2018. Berry phenolic antioxidants – implications for human health? *Frontier In Pharmacology*, 9:78.
- Olas, B. 2016. Sea buckthorn as a source of important bioactive compounds in cardiovascular diseases. *Food and Chemical Toxicology*, 97, 199–204.
- Olas, B. 2017. The multifunctionality of berries toward blood platelets and the role of berry phenolics in cardiovascular disorders. *Platelets*, 28, 540–549.
- Orakçı, E.E. 2010. Gilaburunun antioksidan aktivitesi. Erciyes Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Bitirme Tezi, Kayseri.
- Ortiz-Basurto, R., Rubio-Ibarra, M., Ragazzo-Sanchez, J., Beristain, C. ve Jiménez-Fernández, M. 2017. Microencapsulation of *Eugenia uniflora* L. juice by spray drying using fructans with different degrees of polymerisation. *Carbohydrate Polymers*, 175, 603–609.
- Osorio, C., Acevedo, B., Hillebrand, S., Carriazo, J., Winterhalter, P., Morales, A.L. 2010. Microencapsulation by spray-drying of anthocyanin pigments from corozo (*Bactris guineensis*) fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 6977–6985.
- Ozkan, G., Franco, P., De Marco, I., Xiao, J. ve Capanoglu, E. 2019. A review of microencapsulation methods for food antioxidants: principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*. 272, 494–506.
- Pap, N., Beszedes, S., Pongracz, E., Myllykoski, L., Gabor, M., Gyimes, E., Hodur, C. ve Keiski, R. 2013. Microwave-assisted extraction of anthocyanins from black currant marc. *Food and Bioprocess Technology*, 6:2666–2674.
- Pasrija, D., Ezhilarasi, P., Indrani, D. ve Anandharamkrishnan, C. 2015. Microencapsulation of green tea polyphenols and its effect on incorporated bread quality. *LWT-Food Science and Technology*, 64(1), 289–296.
- Périno-Issartier, S., Abert-Vian, M. ve Chemat, F. 2011. Solvent Free Microwave-Assisted Extraction of Antioxidants from Sea Buckthorn (*Hippophae rhamnoides*) Food By-Products. *Food Bioprocess Technology*, 4, 1020–1028.

- Pietta, P.G. 2000. Flavonoids as antioxidants. *Journal of Natural Products*, 63:1035-1042.
- Pimentel-Moral, S., Borrás-Linares, I., Lozano-Sánchez, J., Arráez-Román, D., Martínez-Férez, A. ve Segura-Carretero, A. 2018. Microwave-assisted extraction for *Hibiscus sabdariffa* bioactive compounds. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 156, 313-322.
- Plaza, L., Crespo, I., de Pascual-Teresa, S., de Ancos, B., Sánchez-Moreno, C., Muñoz, M. ve Cano, M. P. 2011. Impact of minimal processing on orange bioactive compounds during refrigerated storage. *Food Chemistry*, 124(2), 646-651.
- Pokorny, J. 2007. Are natural antioxidants better - and safer - than synthetic antioxidants? *European Journal of Lipid Science and Technology*, 109: 629-642.
- Poovarodom, S., Haruenkit, R., Vearasilp, S., Namiesnik, J., Cvikrova, M., Martincova, O., Ezra, A., Suhaj, M., Ruamsuke, P. ve Gorinstein, S. 2010. Comparative characterisation of durian, mango and avocado. *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 921-929.
- Oetjen, G.-W.ve Haseley, P. 2004. Freeze-drying. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Quan, C., Sun, Y., Qu, J., 2009. Ultrasonic extraction of ferulic acid from *Angelica sinensis*. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*. 87, 562-567.
- Rahman, M. S. 2007. *Handbook of Food Preservation*, Second Edition. NW, CRC Press.
- Reineccius, G.A. 1991. Carbohydrates for flavor encapsulation. *Food Technology*, 45, 144-147.
- Rezende, Y. R. R. S., Nogueira, J. P. ve Narain, N. 2018. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. *Food Chemistry*, 254, 281-291.
- Ribeiro, I.A. ve Ribeiro, M.H.L. 2008. Naringin and naringenin determination and control in grapefruit juice by a validated HPLC method. *Food Control*, 19, 432-438.
- Ribéreau-Gayon, P., 1972. *Plant Phenolics*, Oliver and Boyd, Edinburgh, pp. 254.
- Rinaldo, D., Mbeguie-A-Mbeguie, D. ve Fils-Lycaon, B. 2010. Advances on polyphenols and their metabolism in sub-tropical and tropical fruits. *Trends in Food Science and Technology*, 21, 599-606.
- Robards, K., Prenzler, P. D., Tucker, G., Swatsitang, P. ve Glover, W. 1999. Phenolic compounds and their role in oxidative processes in fruits. *Food Chemistry*, 66: 401-436.

- Robert, P., Gorena, T., Romero, N., Sepulveda, E., Chavez, J. ve Saenz, C. 2010. Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by spray drying. *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 1386–1394.
- Rodrigues, S., Fernandes, F.A.N., de Brito, E.S., Sousa, A.D. ve Narain, N. 2015. Ultrasound extraction of phenolics and anthocyanins from jaboticaba peel. *Industrial Crops Production*, 69, 400–407.
- Romero, M., Roman, D., Carretero, A. ve Gutierrez, A., 2007. Analytical determination of antioxidants in tomato: Typical components of the Mediterranean diet. *Journal of Separation Science*, 30: 452-461.
- Rop, O., Reznicek, V., Valsikova, M., Jurikova, T., Mlcek, J. ve Kramarova, D. 2010. Antioxidant properties of european cranberrybush fruit (*Viburnum opulus var. edule*). *Molecules* 15:4467–77.
- Rostagno, M. A. ve Prado, J. M. 2013. *Natural Product Extraction: Principles and Applications*. Royal Society Chemists. Cambridge, UK. pgs. 58–86 and 261–263.
- Russell, W.R., Scobbie, L., Labat, A. ve Duthie, G.G. 2009. Selective bio-availability of phenolic acids from Scottish strawberries. *Molecular Nutrition and Food Research*, 53, S85–S91.
- Sagdic, O., Aksoy, A. ve Ozkan, G. 2006. Evaluation of the antibacterial and antioxidant potentials of cranberry (gilaburu *Viburnum opulus* L.) fruit extract. *Acta Alimentaria*, 35:487–92.
- Sanchez, V., Baeza, R. ve Chirife, J. 2015. Comparison of monomeric anthocyanins and colour stability of fresh, concentrate and freeze-dried encapsulated cherry juice stored at 38 °C. *Journal of Berry Research*, 5(4), 243–251.
- Sayyar, S., Abidin, Z.Z., Yunus, R. ve Muhammed, A. 2009. Extraction of oil from jatropha seeds - optimization and kinetics. *American Journal of Applied Science*, 6: 1390–1395.
- Scalbert, A. ve Williamson, G. 2000. Dietary intake and bioavailability of polyphenols. *Journal of Nutrition*, 130, 2073–2085.
- Seeram, N.P. 2008. Berry fruits: Compositional elements, biochemical activities, and the impact of their intake on human health, performance, and disease. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56, 627–629.
- Shahid, M., Islam, S. ve Mohammad, F. 2013. Recent advancements in natural dye applications: A review. *Journal of Cleaner Production*, 53: 310–331.
- Shahidi, F. ve Naczki, M. 2004. Phenolic compounds in fruits and vegetables. In: *Phenolics in food and nutraceutical*, CRC LLC, pp 131–156.

- Shalmashi, A. 2009. Ultrasound- assisted extraction of oil from tea seeds. *Journal of Food Lipids*, 16(4), 465-474.
- Sharma, M. K. ve Shah, D. O. 1985. Introduction to macro- and microemulsions. In: *Macro- and Microemulsions: Theory and Practice*, Shah, D. O. (Ed.). ACS Symposium Series. American Chemical Society, Washington, D.C.
- Sharma, U.K., Sharma, K., Sharma, N., Sharma, A., Singh, H.P. ve Sinha, A.K. 2008. Microwave-assisted efficient extraction of different parts of *Hippophae rhamnoides* for the comparative evaluation of antioxidant activity and quantification of its phenolic constituents by reverse-phase high-performance liquid chromatography (RP-HPLC). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56, 374–379.
- Shahid, M., Yusuf, M. ve Mohammad, F. 2016. Plant Phenolics: A Review on Modern Extraction Techniques. In: Govil, J.N. and Pathak, M. (eds.) *Analytical and Processing Techniques*. Series: Recent progress in medicinal plants (41). Studium Press.
- Shahidi, F. ve Han, X. Q. 1993. Encapsulation of food ingredients. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 33, 501-547.
- Shiga, H., Yoshii, H., Nishiyama, T., Furuta, T., Forssele, P., Poutanen, K. ve Linko, P. 2001. Flavor encapsulation and release characteristics of spray-dried powder by the blended encapsulant of cyclodextrin and gum arabic. *Drying Technology*, 19(7), 1385-1395.
- Shinha, K., Saha, P. D. ve Datta, S. 2012. Response surface optimization and artificial neural network modeling of microwave assisted natural dye extraction from pomegranate rind. *Industrial Crops and Production*, 37:408–414.
- Shofian, N. M., Hamid, A. A., Osman, A., Saari, N., Anwar, F., Dek, M. S. P. ve Hairuddin, M. R. 2011. Effect of freeze-drying on the antioxidant compounds and antioxidant activity of selected tropical fruits. *International Journal of Molecular Sciences*, 12(7), 4678–4692.
- Shortle, E., O’Grady, M.N., Gilroy, D., Furey, A., Quinn, N. ve Kerry, J.P. 2014. Influence of extraction technique on the anti-oxidative potential of hawthorn (*Crataegus monogyna*) extracts in bovine muscle homogenates. *Meat Science*, 98, 828–834.
- Silva, P.I., Stringheta, P.C., Teófilo, R.F. ve de Oliveira, I.R.N. 2013. Parameter optimization for spray-drying microencapsulation of jaboticaba (*Myrciaria. jaboticaba*) peel extracts using simultaneous analysis of responses. *Journal of Food Engineering*, 117, 538–544.
- Simsek, M., Sumnu, G. ve Sahin, S. 2012. Microwave assisted extraction of phenolic compounds from sour cherry pomace. *Separation Science and Technology*, 47(8), 1248-1254.

- Simsek 2010. Microwave Assisted Extraction Of Phenolic Compounds From Tomato And Sour Cherry Pomaces. M.Sc. Thesis, Department of Food Engineering, METU, Ankara.
- Skrovankova, S., Sumczynski, D., Mlcek, J., Jurikova, T. ve Sochor, J. 2015. Bioactive compounds and antioxidant activity in different types of berries. *International Journal of Molecular Sciences*, 16, 24673–24706.
- Sormoli, M. E. ve Langrish, T. A. 2016. Spray drying bioactive orange-peel extracts produced by Soxhlet extraction: use of WPI, antioxidant activity and moisture sorption isotherms. *LWT-Food Science and Technology*, 72, 1-8.
- Song, J. F., Li, D. J., Liu, C. Q. ve Zhang, Y. 2011. Optimized microwave-assisted extraction of total phenolics (TP) from *Ipomoea batatas* leaves and its antioxidant activity. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 12(3), 282-287.
- Sousa, A. S. D., Borges, S. V., Magalhães, N. F., Ricardo, H. V. ve Azevedo, A. D. 2008. Spray-dried tomato powder: reconstitution properties and colour. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 51(4), 607-614.
- Soylak, M., Elci, L., Saracoglu, S. ve Divrikli, U. 2002. Chemical analysis of fruit juice of European cranberry bush (*Viburnum opulus*) from Kayseri, Turkey. *Asian Journal of Chemistry*, 14:135–38.
- Stefanut, M.N., C̃ata, A., Pop, R., Mo,soarc̃a, C. ve Zamfir, A.D. 2011. Anthocyanins HPLC-DAD and MS characterization, total phenolics, and antioxidant activity of some berries extracts. *Analytical Letters*, 44, 2843–2855.
- Stoica, R., Senin, R.M. ve Ion, R. 2013. Ethanol concentration effect on the extraction of phenolic compounds from *Ribes nigrum* assessed by spectrophotometric and HPLC-DAD methods. *Revista de Chimie*, 64, 620–624.
- Sun, Y., Liao, X., Wang, Z., Hu, X. ve Chen, F. 2007. Optimization of microwave-assisted extraction of anthocyanins in red raspberries and identification of anthocyanin of extracts using high-performance liquid chromatography-mass spectrometry. *European Food Research and Technology*, 225:511–523.
- Szajdek, A. ve Borowska, E. J. 2008. Bioactive compounds and health promoting properties of berry fruits: a review. *Plant Foods for Human Nutrition*, 63, 147–156.
- Tatar, B. C., Sumnu, G., Oztop, M. ve Ayaz, E. 2017. Effects of centrifugation, encapsulation method and different coating materials on the total antioxidant activity of the microcapsules of powdered cherry laurels. *World Academy of Science, Engineering and Technology, International Journal of Biological, Biomolecular, Agricultural, Food and Biotechnological Engineering*, 10(12), 901-904.

- Tatar, B. C., Sumnu, G. ve Oztop, M. 2019. Microcapsule characterization of phenolic powder obtained from strawberry pomace. *Journal of Food Processing and Preservation*, 13892.
- Tatke, P. ve Jaiswal, Y. 2011. An overview of microwave assisted extraction and its applications in herbal drug research. *Research Journal of Medicinal Plants*, 5:21–31.
- Teng, H., Lee, W. Y. ve Choi, Y. H. 2013. Optimization of microwave assisted extraction for anthocyanins, polyphenols, and antioxidants from raspberry (*Rubus Coreanus Miq.*) using response surface methodology. *Journal of Separation Science*, 36:3107–3114.
- Teng, H., Chen, L., Huang, Q., Wang, J., Lin, Q., Liu, M., Lee, W.Y. ve Song, H. 2016. Ultrasonic-assisted extraction of raspberry seed oil and evaluation of its physicochemical properties, fatty acid compositions and antioxidant activities. *PLoS ONE*, 11, 0153457.
- Thevenet, F. 1988. Acacia gums: Stabilisers for flavour encapsulation. In: Risch, S.J., Reineccius, G.A. (Eds.) *Flavour encapsulation*. ACS symposium series 370. American Chemical Society, Washington, DC, pp 37-44.
- Tiwari, B.K., Patras, A., Brunton, N., Cullen, P. J., O'donnell, C.P. 2010. Effect of ultrasound processing on anthocyanins and color of red grape juice. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17(3), 598-604.
- Tiwari, B. K., O'Donnell, C. P. ve Cullen, P. J. 2009. Effect of sonication on retention of anthocyanins in blackberry juice. *Journal of Food Engineering*, 93(2), 166-171.
- Tolun, A., Altintas, Z. ve Artik, N. 2016. Microencapsulation of grape polyphenols using maltodextrin and gum arabic as two alternative coating materials: Development and characterization. *Journal of Biotechnology*, 239, 23-33.
- Tomas-Barberan, F.A. ve Clifford, M.N. 2000. Dietary hydroxybenzoic acid derivatives - nature, occurrence and dietary burden. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80:1024–1032.
- Tanon, R. V., Brabet, C. ve Rubinger, M. D. 2010. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried acai (*Euterpe oleracea Mart.*) juice produced with different carrier agents. *Food Research International*, 43, 907–914.
- Tsao R. 2010. Chemistry and biochemistry of dietary polyphenols. *Nutrients*, 2, 1231-1246.
- Tsopmo, A., Awah, F. M. ve Kuete, V. 2013. Lignans and stilbenes from African medicinal plants. In *Medicinal plant research in Africa* (pp. 435-478).

- Ulger, H., Ertekin, T., Karaca, O., Canoz, O., Nisari, M., Unur, E. ve Elmalı, F. 2013. Influence of gilaburu (*Viburnum opulus*) juice on 1, 2-dimethylhydrazine (DMH)-induced colon cancer. *Toxicology and Industrial Health*, 29(9):824–29.
- Valcheva-Kuzmanova, S. V., Popova, P. B., Galunska, B. T., ve Belcheva, A. 2006. Protective effect of Aronia melanocarpa fruit juice pretreatment in a model of carbon tetrachloride-induced hepatotoxicity in rats. *Folia Medica (Plovdiv)*, 48, 57–62.
- Valero, M., Recrosio, N., Saura, D., Muñoz, N., Martí, N. ve Lizama, V. 2007. Effects of ultrasonic treatments in orange juice processing. *Journal of Food Engineering*, 80(2), 509-516.
- Vallejo, F., Mari'n, J.G. ve Toma's-Barbera'n, F.A. 2012. Phenolic compound content of fresh and dried figs (*Ficus carica* L.). *Food Chemistry*, 130, 485–492.
- Van Sumere, C.F. 1989. Phenols and phenolic acids. In: Harborne JB (ed) *Methods in plant biochemistry*, vol 1, Plant phenolics. Academic, London, pp 29–73.
- Veggi, P.C., Martinez, J. ve Meireles, M.A.A., 2013. Fundamentals of microwave extraction, in *Microwave-Assisted Extraction for Bioactive Compounds: Theory and Practice*, Chemat F and Cravotto G (eds). *Food Engineering Series 4*, Springer, New York.
- Velioglu, Y.S., Ekici, L., Poyrazoglu, E.S. 2006. Phenolic composition of European cranberrybush (*Viburnum opulus* L.) berries and astringency removal of its commercial juice. *Intl. J. Food Sci. Tech.* 41:1011–15.
- Veitch, N.C. 2010. Flavonoid chemistry of the Leguminosae. In: Santos-Buelga C, Escribano- Bailon MT, Lattanzio V (eds) *Recent advances in polyphenol research*, vol II. Wiley- Blackwell, Oxford, UK, pp 23–58.
- Veitch, N.C. 2007. Isoflavonoids of the leguminosae. *Natural Product Reports*, 24:417–464.
- Vermerris W. ve Nicheolson, R. 2009. “Families of phenolic compounds and means of classification” In “Phenolic compound biochemistry”. Springer, USA, pp. 1-32.
- Vidal, J.R.M.B., Sierakowski, M.-R., Haminiuk, C.W.I. ve Masson, M.L. 2006. Propriedades reológicas da polpa de manga (*Mangifera indica* L. cv. Keitt) centrifugada. *Ciência e Agrotecnologia*, 30, 955–960.
- Vilkhu, K., Manasseh, R., Mawson, R. ve Kumar, M.A. 2011. Ultrasonic recovery and modification of food ingredients. In: *Ultrasound technologies for food and bioprocessing*; Feng, H. Barbosa-Canovas, G. and Weiss, J. (Eds.); Springer: New York, pp. 345-368.
- Villacrez, J.L., Carriazo, J.G. ve Osorio, C. 2014. Microencapsulation of Andes Berry (*Rubus glaucus* Benth.) aqueous extract by spray drying. *Food Bioprocess Technology*, 7, 1445–1456.

- Vinatoru, M., 2001. An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs. *Ultrasonics Sonochemistry*, 8, 303–313.
- Vinceković, M., Viskić, M., Jurić, S., Giacometti, J., Kovačević, D. B., Putnik, P., Donsi, F., Barba, F.J. ve Jambrak, A. R. 2017. Innovative technologies for encapsulation of Mediterranean plants extracts. *Trends in Food Science and Technology*, 69, 1-12.
- Virost, M., Tomao, V., Le Bourvellec, C., Renard, C. M. ve Chemat, F. 2010. Towards the industrial production of antioxidants from food processing by-products with ultrasound-assisted extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17(6), 1066-1074.
- Vrhovsek, U., Masuero, D., Palmieri, L. ve Mattivi, F. 2012. Identification and quantification of flavonol glycosides in cultivated blueberry cultivars. *Journal of Food Composition and Analysis*, 25:9–16.
- Waksmundzka-Hajnos, M., 1998. Chromatographic separations of aromatic carboxylic acids. *Journal of Chromatography B*, 717: 93-118.
- Wang, X., Wu, Y., Chen, G., Yue, W., Liang, Q. ve Wu, Q. 2013. Optimisation of ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from *Sparganii rhizoma* with response surface methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(3), 846-854.
- Wang, S.Y., Chen, C.T., Sciarappa, W., Wang, C.Y. ve Camp, M.J. 2008. Fruit quality, antioxidant capacity, and flavonoid content of organically and conventionally grown blueberries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56, 5788–5794.
- Wang, L. ve Weller, C.L., 2006. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends Food Science and Technology*, 17, 300–312.
- Wang, Y., Zhao, L., Wang, D., Huo, Y. ve Ji, B. 2016. Anthocyanin-rich extracts from blackberry, wild blueberry, strawberry, and chokeberry: Antioxidant activity and inhibitory effect on oleic acid-induced hepatic steatosis in vitro. *Journal of Science and Food Agriculture*, 96, 2494–2503.
- Weisel, T., Baum, M., Eisenbrand, G., Dietrich, H., Will, F., Stockis, J. P., Kulling, S., Rüfer, C., Johannes, C. ve Janzowski, C. 2006. An anthocyanin/polyphenolic-rich fruit juice reduces oxidative DNA damage and increases glutathione level in healthy probands. *Biotechnology Journal*, 1, 388–397.
- Wightman, J. L. D. ve Henberger, R. A. 2015. Effect of grape and other berries on cardiovascular health. *Journal of Science and Food Agriculture*, 95, 1584–1597.
- Wilkowska, A., Ambroziak, W., Adamiec, J., Czyżowska, A. 2017. Preservation of antioxidant activity and polyphenols in chokeberry juice and wine with the use of microencapsulation. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(3), e12924.
- Wilkowska, A., Ambroziak, W., Czyżowska, A. ve Adamiec, J. 2016. Effect of microencapsulation by spray-drying and freeze-drying technique on the

- antioxidant properties of blueberry (*Vaccinium myrtillus*) juice polyphenolic compounds. Polish Journal of Food and Nutrition Sciences, 66(1), 11–16.
- Wrolstad, R.E., Durst, R.W. ve Lee, J. 2005. Tracking color and pigment changes in anthocyanin products. Trends Food Science and Technology, 16:423–428.
- Wrolstad, R. E., Lee, D. D. ve POEI, M. S. 1980. Effect of microwave blanching on the color and composition of strawberry concentrate. Journal of Food Science, 45(6), 1573-1577.
- Wu, J., Chen, K., ve Zhang, X.Y. 2010. Extraction of peanut skin total polyphenols by microwave combined-assisted ethanol method. China Food Additives, 5, 103-106.
- Yamashita, C., Chung, M. M. S., dos Santos, C., Mayer, C. R. M., Moraes, I. C. F. ve Branco, I. G. 2017. Microencapsulation of an anthocyanin-rich blackberry (*Rubus* spp.) byproduct extract by freeze-drying. LWT-Food Science and Technology.
- Yang, Y. C., Li, J., Zu, Y. G., Fu, Y. J., Luo, M., Wu, N. ve Liu, X. L. 2010. Optimisation of microwave-assisted enzymatic extraction of corilagin and geraniin from *Geranium sibiricum* Linne and evaluation of antioxidant activity. Food Chemistry, 122(1), 373-380.
- Yapar, N. 2008. Geleneksel Olarak Fermente Edilmiş Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) Meyvesinin Suyundan İzole Edilen Laktik Asit Bakterilerinin Endüstriyel Gilaburu Suyu Üretiminde Kullanım Olanakları, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 3, Kayseri.
- Yilmaztekin, M. ve Sislioglu, K. 2015. Changes in volatile compounds and some physicochemical properties of european cranberrybush (*Viburnum opulus* L.) during ripening through traditional fermentation. Food Chemistry, 80(4):687-694.
- Young, S., Sarda, X. ve Rosenberg, M. 1993. Microencapsulating properties of whey proteins. 1. Microencapsulation of anhydrous milk fat. Journal of Dairy Science, 76(10), 2868–2877.
- Zarifikhosroshahi, M. 2015. Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) Meyvelerinde Biyoaktif, Biyokimyasal ve Besin Element İçeriklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2, Adana.
- Zarena, A.S. ve Udaya Sankar, K. 2012. Isolation and identification of pelargonidin 3-glucoside in mangosteen pericarp. Food Chemistry, 130, 665–670.
- Zayachkivska, O.S., Gzhegotsky, M.R., Terletska, O.I., Lutsyk, D.A., Yaschenko, A.M. ve Dzhura, O.R. 2006. Influence of *Viburnum opulus* proanthocyanidins on stress-induced gastrointestinal mucosal damage. Journal of Physiology and Pharmacology, 57:155–67.

- Zhang, M.X., Duan, C.Q., Zang, Y.Y., Huang, Z.W. ve Liu, G.J. 2011. The flavonoid composition of flavedo and juice from the pummelo cultivar (*Citrus grandis* (L.) *Osbeck*) and the grapefruit cultivar (*Citrus paradisi*) from China. *Food Chemistry*, 129, 1530–1536.
- Zhang, L., Mou, D. ve Du, Y. 2007. Procyanidins: extraction and micro-encapsulation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 87, 2192-2197.
- Zheng, X., Xu, X., Liu, C., Sun, Y., Lin, Z. ve Liu, H. 2013. Extraction characteristics and optimal parameters of anthocyanin from blueberry powder under microwave-assisted extraction conditions. *Separation and Purification Technology*, 104:17–25.
- Zheng, X. L., Liu, B. G., Li, L. M. ve Zhu, X. 2011. Microwave-assisted extraction and antioxidant activity of total phenolic compounds from pomegranate peel. *Journal of Medicinal Plants Research*, 5(6), 1004-1011.
- Zlotorzynski, A. 1995 The application of microwave radiation to analytical and environmental chemistry. *Critical Reviews of Analytical Chemistry*, 25:43–75.
- Zou, T., Wang, D., Guo, H., Zhu, Y., Luo, X., Liu, F. ve Ling, W. 2012. Optimization of microwave-assisted extraction of anthocyanins from mulberry and identification of anthocyanins in extract using HPLCESI- MS. *Journal of Food Science*, 77:46–50.
- Zuidam, N.J. ve Shimoni, E. 2010. “Overview of Microencapsulates for Use in Food Products or Processes and Methods to Make Them” In “Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing” Eds. Zuidam, N.J., Nedovic, V. Springer New York Dordrecht Heidelberg London, 3-31 p.

## **7. EKLER**

**Ek 1 Kalibrasyon Eğrileri**

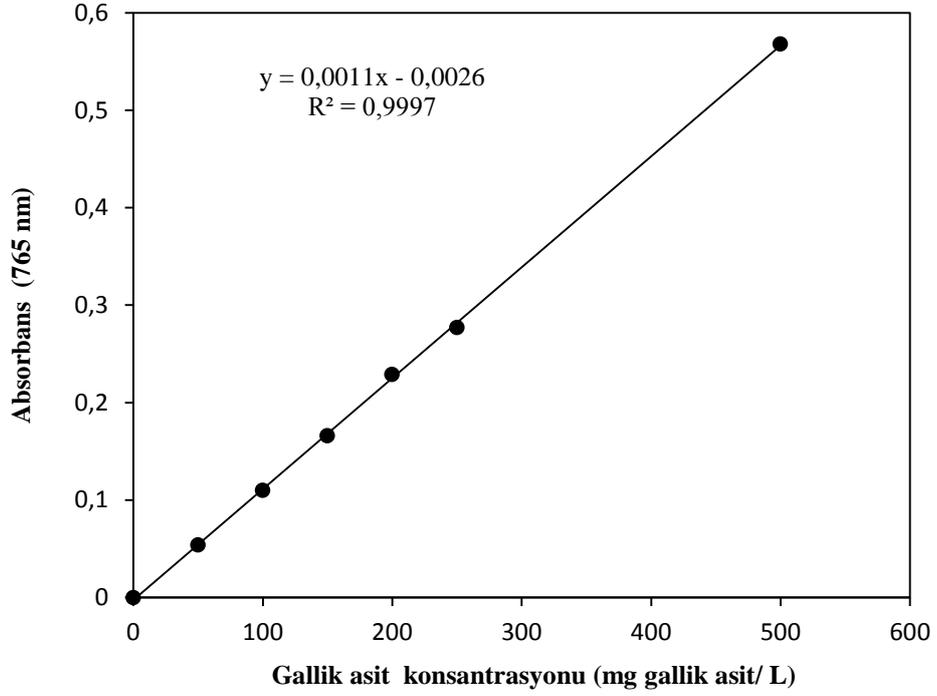
**Ek 2 Sonuç Çizelgeleri**

**Ek 3 LC-MS Kromatogramları**

**Ek 4 İstatistiksel Analiz Çizelgeleri**



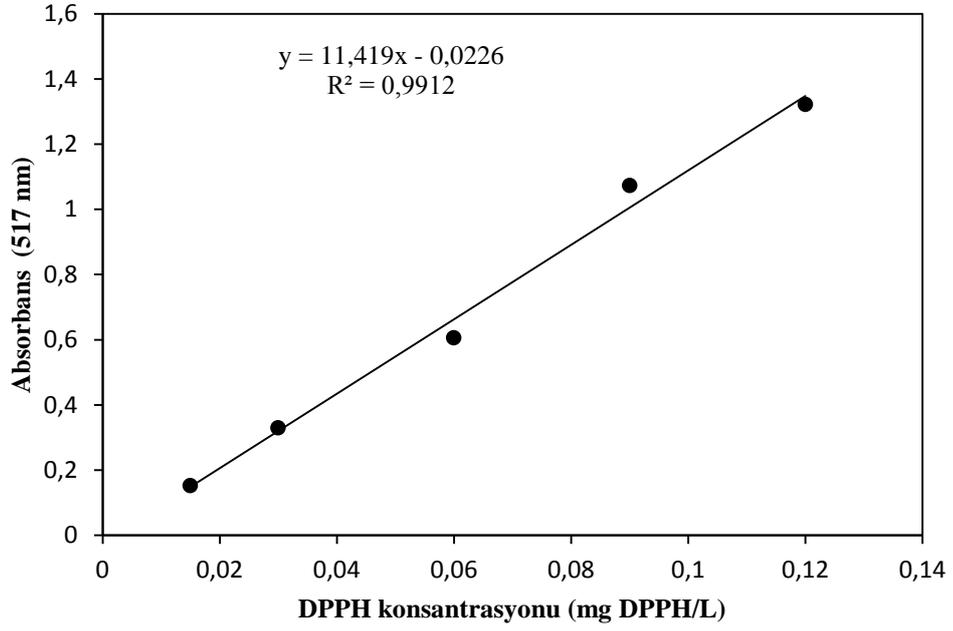
## Ek 1 Kalibrasyon Eğrileri



Ek 1.1 Ekstraksiyon analizleri için TFM analizlerinde kullanılan kalibrasyon eğrisi

$$\text{Absorbans (765 nm)} = 0,0011 \left( \frac{\text{mg gallik asit}}{\text{L}} \right) - 0,0026$$

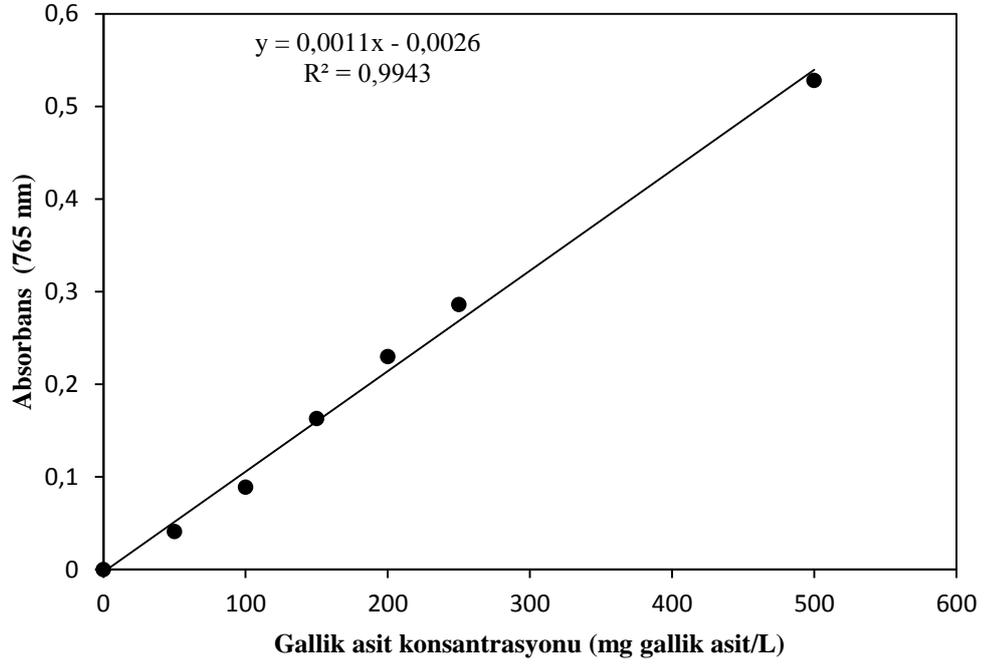
$$R^2 = 0,9997$$



Ek 1.2 Ekstraksiyon analizleri için antioksidan aktivite analizlerinde kullanılan kalibrasyon eğrisi

$$\text{Absorbans (517 nm)} = 11,419 \left( \frac{\text{mg DPPH}}{\text{L}} \right) - 0,0226$$

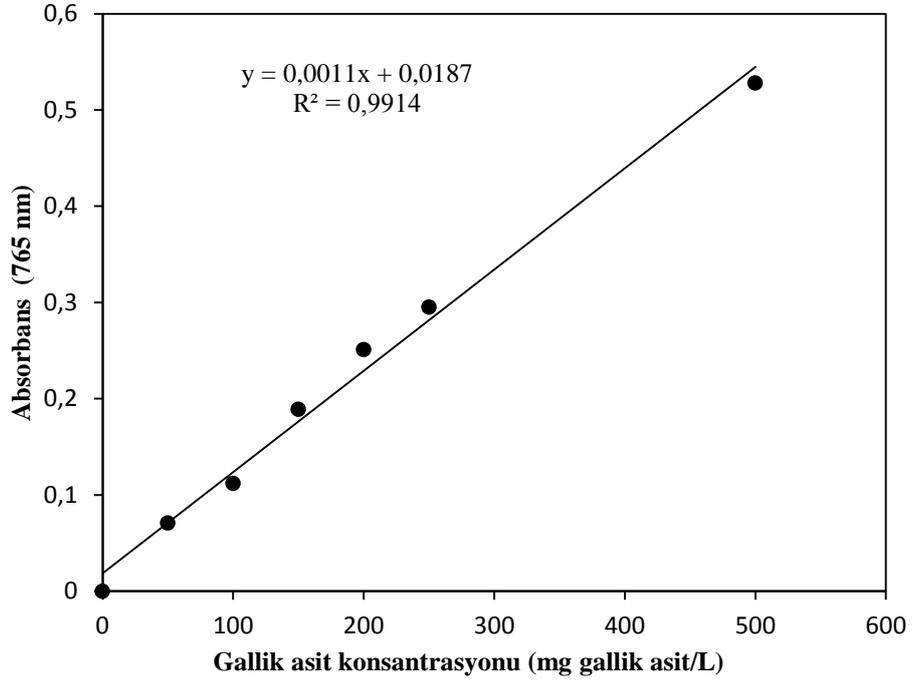
$$R^2 = 0,9912$$



Ek 1.3 Mikroenkapsülasyon için etanol:asetik asit:su (42:8:50) karışımına göre TFM analizlerinde kullanılan kalibrasyon eğrisi

$$\text{Absorbans (765 nm)} = 0,0011 \left( \frac{\text{mg gallik asit}}{\text{L}} \right) - 0,0026$$

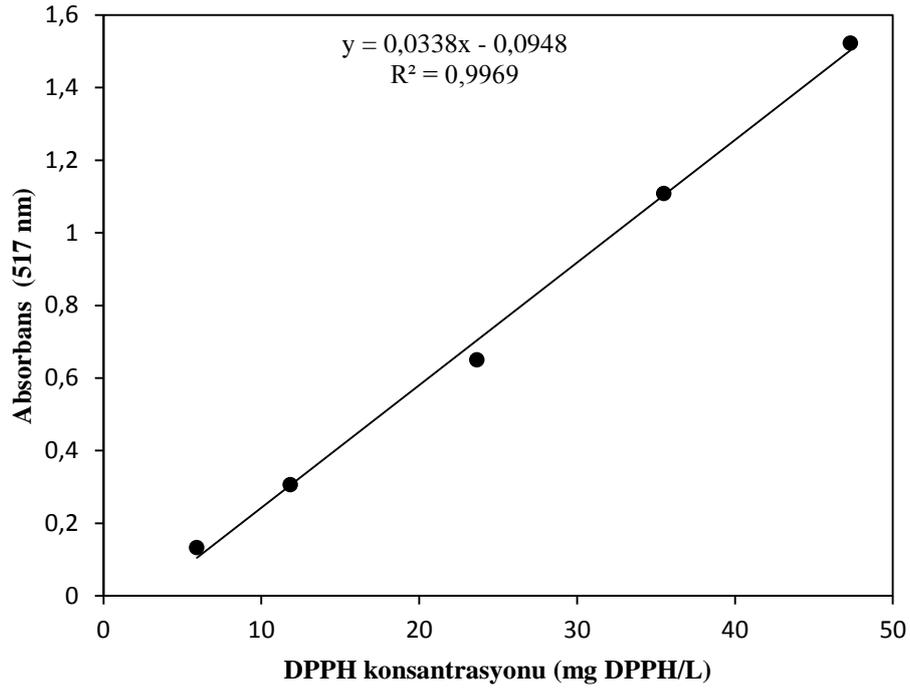
$$R^2 = 0,9943$$



Ek 1.4 Mikroenkapsül analizleri için etanol:metanol (50:50) karışımına göre yüzey fenolik madde analizlerinde kullanılan kalibrasyon eğrisi

$$\text{Absorbans (765 nm)} = 0,0011 \left( \frac{\text{mg gallik asit}}{L} \right) - 0,0187$$

$$R^2 = 0,9914$$



Ek 1.5 Mikroenkapsülasyon için antioksidan aktivite analizlerinde kullanılan kalibrasyon eğrisi

$$\text{Absorbans (517 nm)} = 0,0338 \left( \frac{\text{mg DPPH}}{\text{L}} \right) - 0,0948$$

$$R^2 = 0,9969$$

## Ek 2 Sonuç Çizelgeleri

### Ek 2.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için TFM miktarları

Mikrodalga gücü (W)	Katı:solvent oranı (g:ml)	Ekstraksiyon süresi (dakika)	TFM Miktarı (mg gallik asit/ g kuru madde)
90	15:100	1	20,91±1,78
90	10:100	1	30,19±2,62
90	5:100	1	28,84±4,28
90	15:100	10	31,08±1,52
90	10:100	10	38,05±8,86
90	5:100	10	40,50±4,09
90	15:100	30	50,88±1,83
90	10:100	30	49,17±1,90
90	5:100	30	56,76±3,15
90	15:100	60	58,08±2,56
90	10:100	60	47,28±4,36
90	5:100	60	61,23±12,74
90	15:100	120	49,67±0,77
90	10:100	120	56,90±4,05
90	5:100	120	55,02±1,02
180	15:100	1	25,35±1,16
180	10:100	1	35,13±2,97
180	5:100	1	32,06±3,31
180	15:100	10	35,83±1,34
180	10:100	10	51,12±2,71
180	5:100	10	66,69±3,30
180	15:100	30	49,46±1,23
180	10:100	30	60,48±4,77
180	5:100	30	54,65±6,36
180	15:100	60	60,75±2,18
180	10:100	60	55,60±4,80
180	5:100	60	60,73±5,00
180	15:100	120	52,86±0,46
180	10:100	120	70,10±3,73
180	5:100	120	61,97±3,39
270	15:100	1	32,25±3,52
270	10:100	1	32,85±5,67
270	5:100	1	37,52±4,05
270	15:100	5	36,60±2,41
270	10:100	5	44,29±5,04

270	5:100	5	54,28±2,17
270	15:100	10	45,40±1,95
270	10:100	10	45,92±4,20
270	5:100	10	50,80±3,43
270	15:100	15	40,66±1,42
270	10:100	15	51,05±8,93
270	5:100	15	54,15±4,12
270	15:100	20	36,13±0,41
270	10:100	20	48,84±1,08
270	5:100	20	68,92±5,63
270	15:100	40	36,62±2,58
270	10:100	40	46,24±1,32
270	5:100	40	63,32±1,09
360	15:100	1	30,99±3,97
360	10:100	1	32,14±4,42
360	5:100	1	43,48±1,26
360	15:100	5	39,11±4,16
360	10:100	5	40,26±6,17
360	5:100	5	48,94±5,00
360	15:100	10	42,25±2,68
360	10:100	10	46,24±0,94
360	5:100	10	59,61±6,56
360	15:100	15	39,15±6,48
360	10:100	15	46,18±3,41
360	5:100	15	71,53±4,16
360	15:100	20	37,73±7,26
360	10:100	20	43,25±4,99
360	5:100	20	67,68±1,13
360	15:100	40	36,80±3,40
360	10:100	40	42,37±3,90
360	5:100	40	67,43±2,73
450	15:100	1	31,77±3,43
450	10:100	1	28,50±4,69
450	5:100	1	43,11±1,97
450	15:100	5	34,28±2,35
450	10:100	5	39,42±4,62
450	5:100	5	43,36±1,38
450	15:100	10	35,35±0,95
450	10:100	10	42,86±1,54
450	5:100	10	49,44±2,85
450	15:100	15	32,46±1,29

---

450	10:100	15	37,99±3,39
450	5:100	15	50,43±3,27
450	15:100	20	31,34±1,47
450	10:100	20	40,52±0,56
450	5:100	20	56,76±2,66
450	15:100	40	30,28±2,23
450	10:100	40	36,43±1,67
450	5:100	40	55,97±1,90

---



Ek 2.2 Ultrason destekli ekstraksiyon için TFM miktarları

Ultrason gücü (%)	Katı:solvent oranı (g:ml)	Ekstraksiyon süresi (dakika)	TFM Miktarı (mg gallik asit/g kuru madde)
20	15:100	1	21,39±0,15
20	10:100	1	21,92±1,21
20	5:100	1	24,92±0,20
20	15:100	10	24,76±0,77
20	10:100	10	25,81±1,00
20	5:100	10	25,81±0,95
20	15:100	20	29,35±0,31
20	10:100	20	29,38±0,37
20	5:100	20	29,53±0,60
20	15:100	30	29,18±1,06
20	10:100	30	27,83±2,55
20	5:100	30	32,33±1,40
20	15:100	60	27,85±0,38
20	10:100	60	29,51±2,34
20	5:100	60	28,93±0,90
50	15:100	1	23,80±0,63
50	10:100	1	30,22±3,48
50	5:100	1	38,22±2,84
50	15:100	10	32,18±3,50
50	10:100	10	36,11±3,95
50	5:100	10	47,80±3,42
50	15:100	20	34,93±1,11
50	10:100	20	39,59±0,05
50	5:100	20	50,45±2,54
50	15:100	30	31,46±0,14
50	10:100	30	39,80±3,02
50	5:100	30	54,56±4,11
50	15:100	60	28,57±1,61
50	10:100	60	35,29±0,26
50	5:100	60	43,21±5,28
80	15:100	1	17,95±1,51
80	10:100	1	23,15±1,41
80	5:100	1	24,14±1,66
80	15:100	10	17,92±0,82
80	10:100	10	24,31±1,84
80	5:100	10	26,41±1,90
80	15:100	20	20,50±0,03
80	10:100	20	26,20±0,43
80	5:100	20	29,51±1,44

80	15:100	30	21,05±0,49
80	10:100	30	27,75±2,38
80	5:100	30	32,13±3,10
80	15:100	60	21,57±0,66
80	10:100	60	23,76±2,46
80	5:100	60	26,16±1,08



Ek 2.3 Antioksidan aktiviteler için tespit edilen en iyi TFM miktarlarını veren koşulları

a. Mikrodalga destekli ekstraksiyon sonuçları

Mikrodalga gücü (W)	Katı:solvent oranı (g:ml)	Ekstraksiyon süresi (dakika)	TFM Miktarı (mg gallik asit/ g kuru madde)
90	15:100	60	58,08±2,56
90	5:100	60	61,23±12,74
90	10:100	120	56,90±4,05
180	5:100	10	66,69±3,30
180	15:100	60	60,75±2,18
180	10:100	120	70,10±3,73
270	15:100	10	45,40±1,95
270	10:100	15	51,05±8,93
270	5:100	20	68,92±5,63
360	15:100	10	42,25±2,68
360	10:100	10	46,24±0,94
360	5:100	15	71,53±4,16
450	15:100	10	35,35±0,95
450	10:100	10	42,86±1,54
450	5:100	20	56,76±2,66

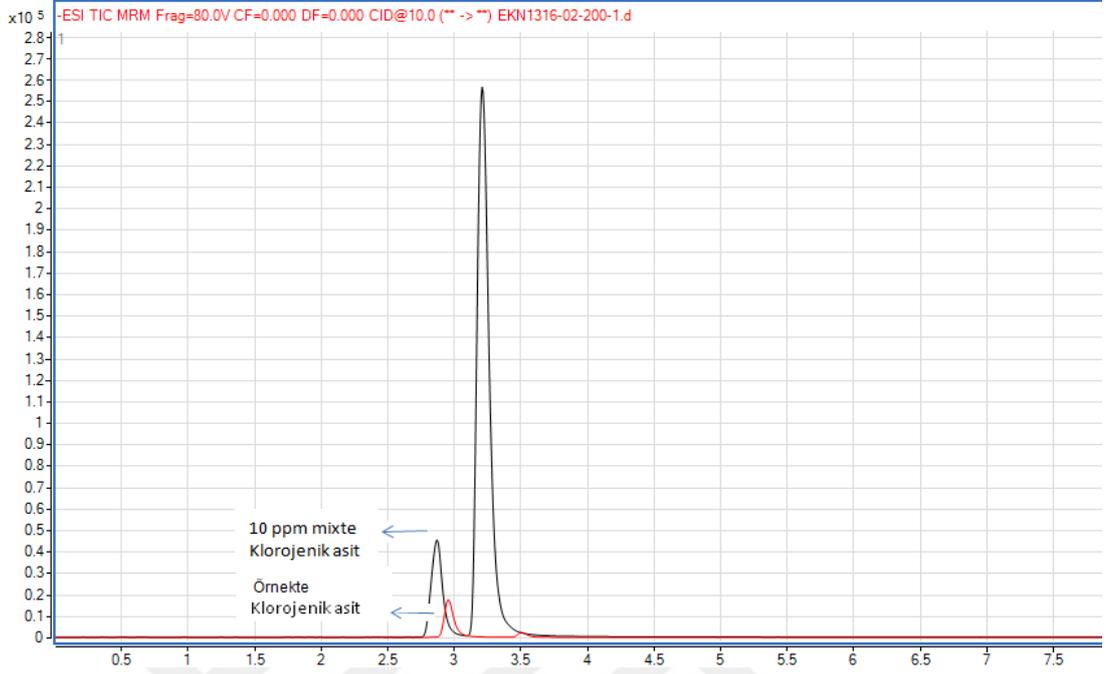
b. Ultrason destekli ekstraksiyon sonuçları

Ultrason gücü (%)	Katı:solvent oranı (g:ml)	Ekstraksiyon süresi (dakika)	TFM Miktarı (mg gallik asit/ g kuru madde)
20	5:100	30	32,33±1,40
20	15:100	60	27,85±0,38
20	10:100	60	29,51±2,34
50	15:100	20	34,93±1,11
50	10:100	30	39,80±3,02
50	5:100	30	54,56±4,11
80	10:100	30	27,75±2,38
80	5:100	30	32,13±3,10
80	15:100	60	21,57±0,66

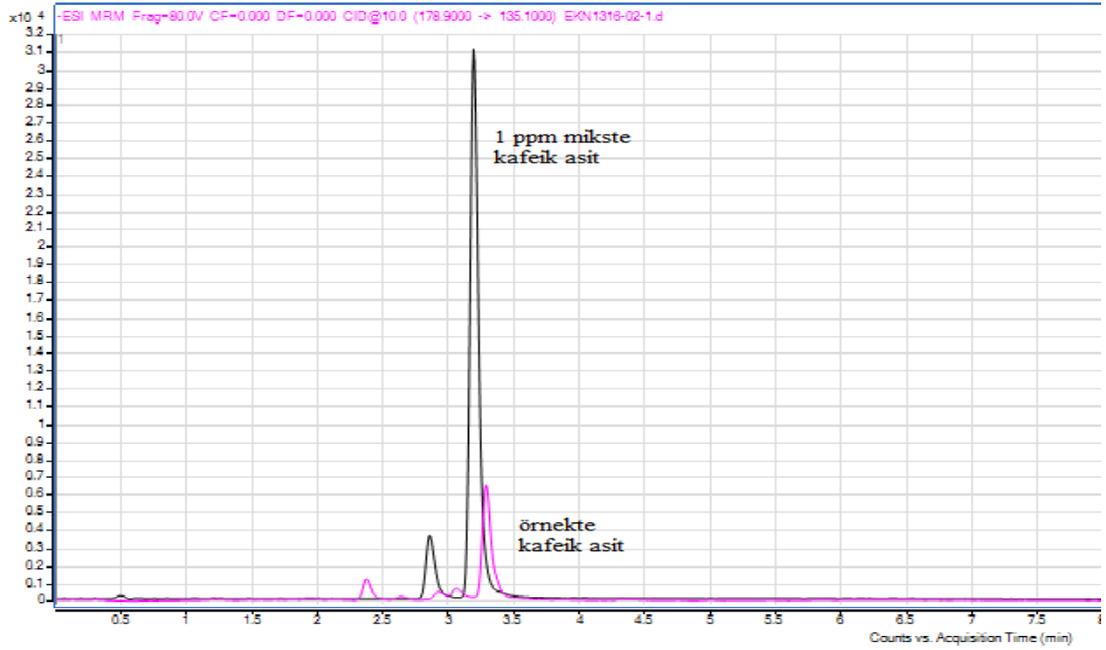
c. Konvansiyonel ekstraksiyon sonuçları (Maserasyon 25 °C)

Katı:solvent oranı (g:ml)	Ekstraksiyon süresi (saat)	TFM Miktarı (mg gallik asit/ g kuru madde)
15:100	10	48,36±0,07
10:100	10	54,72±0,23
15:100	12	72,40±2,50

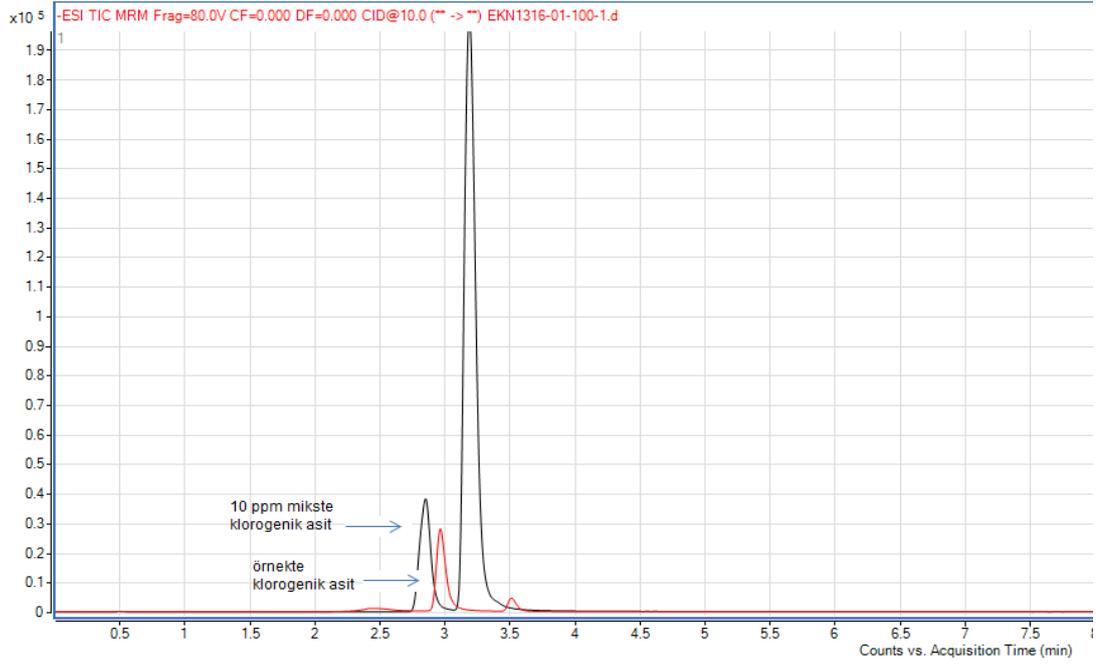
### Ek 3 LC-MS Kromatogramları



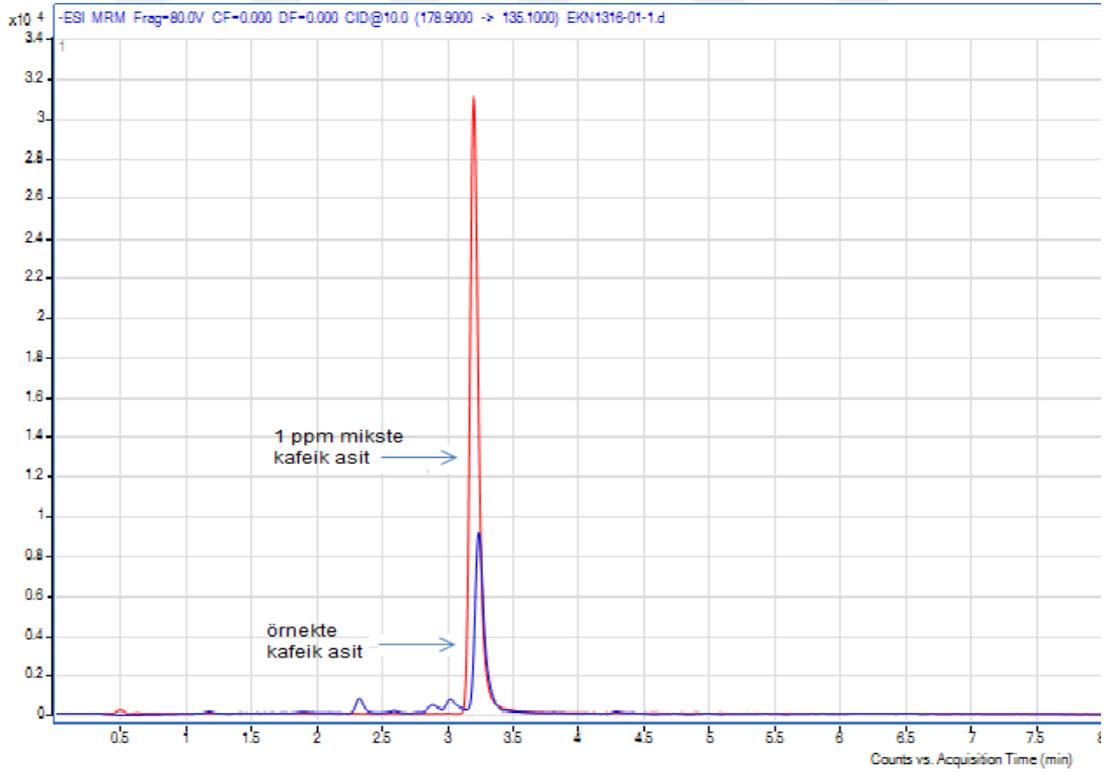
Ek 3.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyonla elde edilen ekstrakt için klorojenik asit kromatogramı



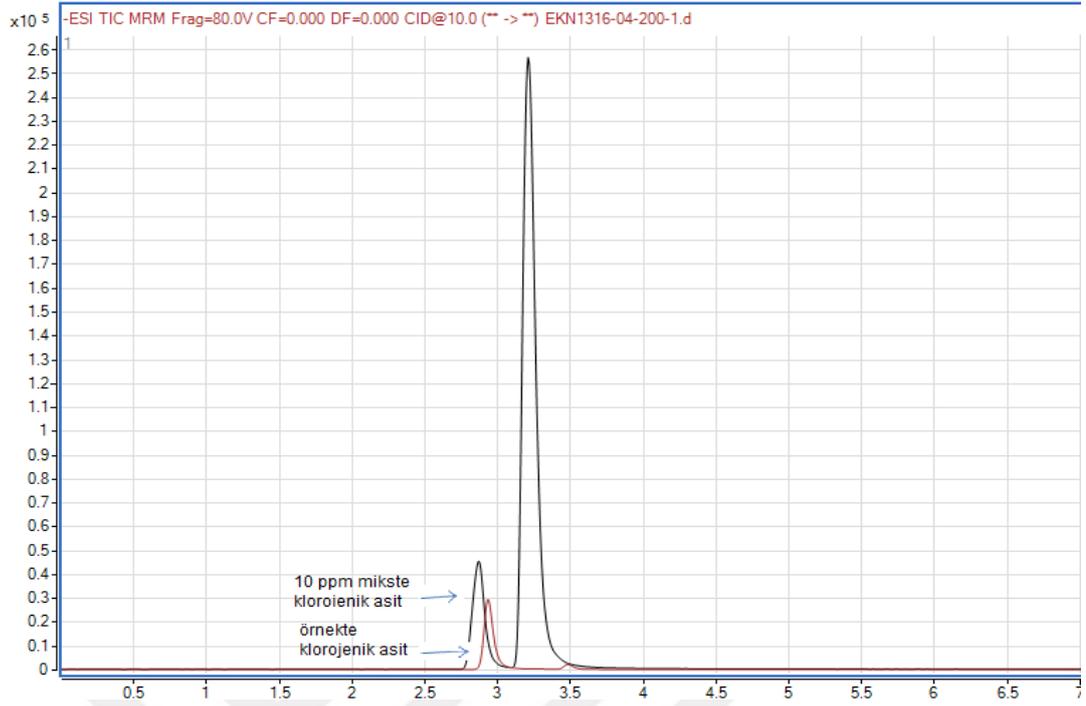
Ek 3.2 Mikrodalga destekli ekstraksiyonla elde edilen ekstrakt için kafeik asit kromatogramı



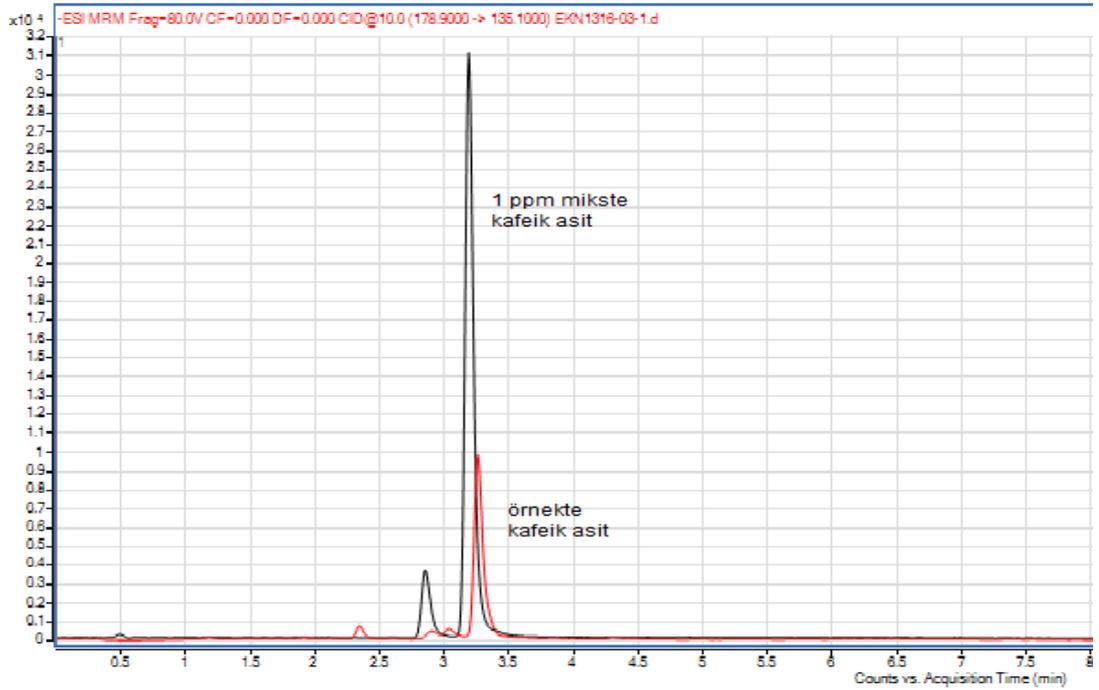
Ek 3.3 Ultrason destekli ekstraksiyonla elde edilen ekstrakt için klorogenik asit kromatogramı



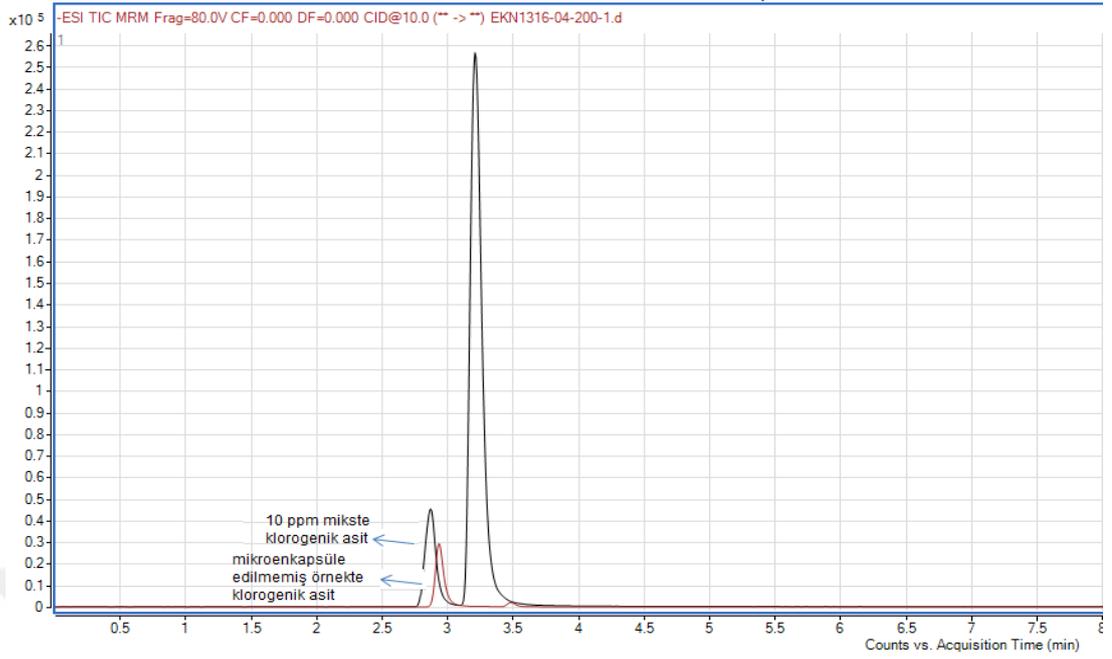
Ek 3.4 Ultrason destekli ekstraksiyonla elde edilen ekstrakt için kafeik asit kromatogramı



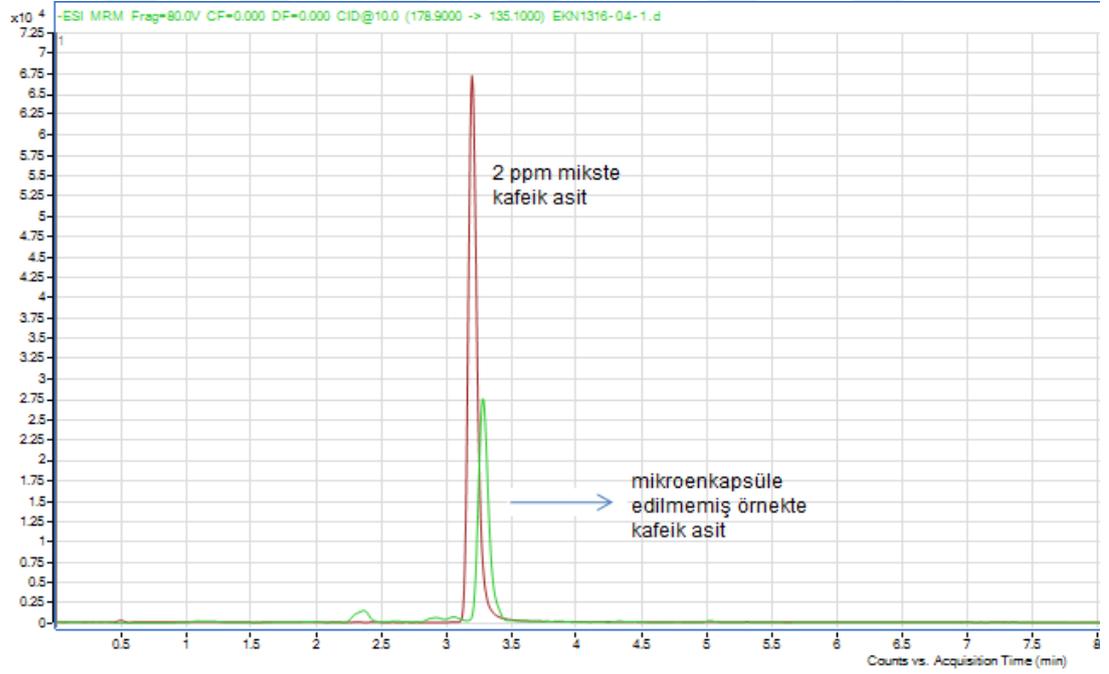
Ek 3.5 Maserasyonla elde edilen ekstrakt için klorojenik asit kromatogramı



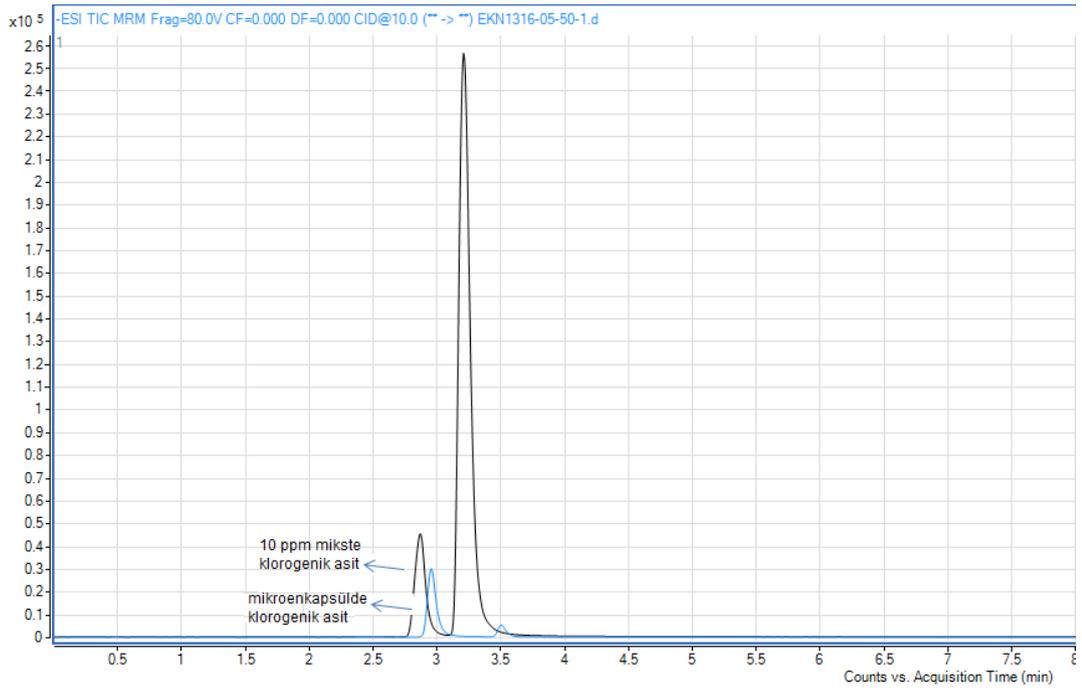
Ek 3.6 Maserasyonla elde edilen ekstrakt için kafeik asit kromatogramı



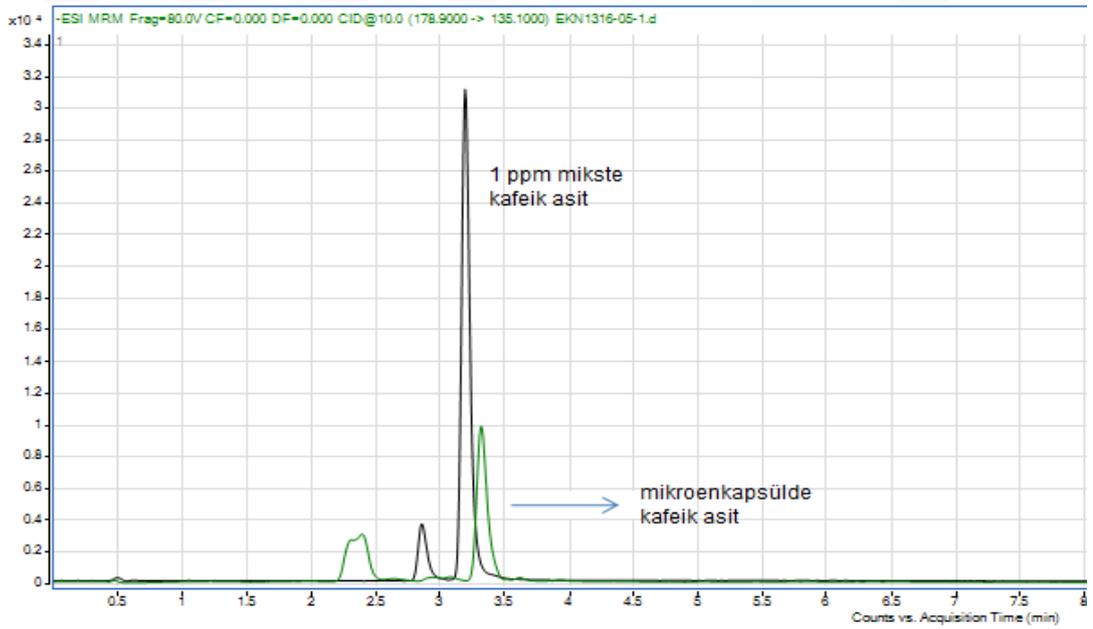
Ek 3.7 Mikroenkapsüle edilmemiş gilaburu tozunda klorogenik asit kromatogramı



Ek 3.8 Mikroenkapsüle edilmemiş gilaburu tozunda kafeik asit kromatogramı



Ek 3.9 Mikroenkapsülde klorogenik asit kromatogramı



Ek 3.10 Mikroenkapsülde kafeik asit kromatogramı

## Ek 4 İstatistiksel Analiz Çizelgeleri

Ek 4.1. Mikrodalga destekli ekstraksiyon için TFM miktarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Ek 4.1.1 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için çok yönlü TFM miktarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	9	1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 120

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	12958,1	12958,1	6479,0	142,96	0,000
Süre	8	19570,7	18769,7	2346,2	51,77	0,000
Güç	4	3621,6	3621,6	905,4	19,98	0,000
Hata	321	14548,3	14548,3	45,3		
Toplam	335	50698,7				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
360	72	51,9	A
270	72	51,3	A
180	60	48,6	A B
450	72	45,5	B C
90	60	42,0	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	112	56,0	A
10:100	112	46,5	B
15:100	112	41,0	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
120	24	60,3	A
60	24	59,8	A
30	24	56,1	A
20	36	46,2	B
10	60	45,4	B
15	36	45,4	B C
40	36	44,5	B C
5	36	40,6	C
1	60	32,3	D

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.1.2 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için optimum süreler için TFM miktarına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

4.1.2.a 5:100 katı:solvent oranında mikrodalga gücüne göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Güç	4	573,4	143,4	3,24	0,042
Hata	15	663,5	44,2		
Toplam	19	1236,9			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
360	4	71,52	A
270	4	68,92	A B
180	4	66,68	A B
90	4	61,23	A B
450	4	56,76	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

4.1.2.b 10:100 katı:solvent oranında mikrodalga gücüne göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Güç	4	1835,4	458,8	15,18	0,000
Hata	15	453,4	30,2		
Toplam	19	2288,8			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
180	4	70,09	A
90	4	56,90	B
270	4	51,05	B C
360	4	46,24	B C
450	4	42,86	C

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

4.1.2.c 15:100 katı:solvent oranında mikrodalga gücüne göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Güç	4	1853,24	463,31	74,77	0,000
Hata	15	92,94	6,20		
Toplam	19	1946,18			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
180	4	60,75	A
90	4	58,08	A
270	4	45,40	B
360	4	42,25	B
450	4	35,35	C

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

4.1.2.d 90 W mikrodalga gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	106,5	53,2	0,96	0,420
Hata	9	501,4	55,7		
Toplam	11	607,9			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	61,23	A
15:100	4	58,08	A
10:100	4	56,90	A

---

4.1.2.e 180 W mikrodalga gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	178,8	89,4	6,81	0,016
Hata	9	118,2	13,1		
Toplam	11	297,0			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10:100	4	70,10	A
5:100	4	66,69	A B
15:100	4	60,75	B

---

4.1.2.f 270 W mikrodalga gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	1205,8	602,9	11,77	0,003
Hata	9	461,1	51,2		
Toplam	11	1666,8			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	68,92	A
10:100	4	51,05	B
15:100	4	45,40	B

---

4.1.2.g 360 W mikrodalga gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	2016,1	1008,1	89,33	0,000
Hata	9	101,6	11,3		
Toplam	11	2117,7			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	71,53	A
10:100	4	46,24	B
15:100	4	42,25	B

---

4.1.2.h 450 W mikrodalga gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	870,69	435,35	142,10	0,000
Hata	9	27,57	3,06		
Toplam	11	898,27			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	55,97	A
10:100	4	42,86	B
15:100	4	35,35	C

---

Ek 4.2 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için ekstraksiyon verimlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	9	1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 120

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
katı:solvent	2	24657,5	24657,5	12328,7	138,49	0,000
süre	8	37952,5	36290,5	4536,3	50,96	0,000
güç	4	7074,3	7074,3	1768,6	19,87	0,000
Hata	321	28576,6	28576,6	89,0		
Toplam	335	98260,9				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
360	72	71,7	A
270	72	71,0	A
180	60	67,3	A B
450	72	62,9	B C
90	60	58,0	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	112	77,4	A
10:100	112	64,5	B
15:100	112	56,6	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
120	24	84,1	A
60	24	82,7	A
30	24	77,5	A
20	36	63,8	B
10	60	62,7	B
15	36	62,6	B C
40	36	61,4	B C
5	36	56,0	C
1	60	44,7	D

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.3 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için L\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	9	1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 120

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	4	136,789	54,065	13,516	20,18	0,000
Katı:solvent	2	35,307	35,307	17,654	26,36	0,000
Süre	8	480,251	480,251	60,031	89,64	0,000
Hata	489	327,467	327,467	0,670		
Toplam	503	979,814				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
180	90	26,6	A
450	108	26,1	B
270	108	25,8	C
360	108	25,7	C
90	90	25,7	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	168	26,3	A
15:100	168	26,0	B
10:100	168	25,6	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
------	---	-------------	--------------

120	36	28,6	A				
60	36	26,6	B				
40	54	26,6	B				
20	54	26,0	B	C			
15	54	25,7		C	D		
30	36	25,4		C	D	E	
10	90	25,3			D	E	
5	54	24,9				E	F
1	90	24,7					F

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.4 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için a\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırmaları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	9	1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 120

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	4	134,586	19,071	4,768	6,96	0,000
Katı:solvent	2	16,951	16,951	8,475	12,38	0,000
Süre	8	203,559	203,559	25,445	37,15	0,000
Hata	489	334,898	334,898	0,685		
Toplam	503	689,994				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
450	108	10,0	A
360	108	9,8	A B
270	108	9,7	B
90	90	9,4	B C
180	90	9,2	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10:100	168	9,8	A
15:100	168	9,6	B
5:100	168	9,4	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
20	54	10,3	A
30	36	10,2	A
15	54	10,1	A
10	90	10,1	A
5	54	9,9	A B
1	90	9,6	B C
60	36	9,4	B C
40	54	9,3	C
120	36	7,5	D

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.5 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için b\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırmaları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	9	1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 120

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	4	9,799	25,544	6,386	14,47	0,000
Katı:solvent	2	14,565	14,565	7,283	16,50	0,000
Süre	8	125,876	125,876	15,734	35,65	0,000
Hata	489	215,845	215,845	0,441		
Toplam	503	366,085				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
180	90	5,9	A
90	90	5,7	A B
450	108	5,4	B C
360	108	5,2	C D
270	108	5,0	D

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10:100	168	5,7	A
5:100	168	5,4	B
15:100	168	5,3	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1	90	6,3	A
5	54	6,0	A B
10	90	5,8	B C
15	54	5,6	B C
20	54	5,6	C
40	54	5,4	C
30	36	4,8	D
120	36	4,7	D
60	36	4,4	D

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.6 Mikrodalga destekli ekstraksiyon için  $\Delta E^*$  değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırmaları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	9	1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 120

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	4	79,906	53,552	13,388	20,57	0,000
Katı:solvent	2	12,775	12,775	6,387	9,82	0,000
Süre	8	248,103	248,103	31,013	47,66	0,000
Hata	489	318,190	318,190	0,651		
Toplam	503	658,975				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
180	90	28,9	A
450	108	28,5	A
360	108	28,0	B
270	108	28,0	B
90	90	28,0	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	168	28,5	A
15:100	168	28,3	A B
10:100	168	28,1	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
120	36	30,0	A
40	54	28,8	B
60	36	28,6	B C
20	54	28,5	B C
15	54	28,2	C D
10	90	27,9	D E
30	36	27,8	D E F
5	54	27,5	E F
1	90	27,3	F

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

TFM ile renk deęerleri arası korelasyonlar

TFM Miktarı	Katsayı	P
L*	0,078	0,155
a*	0,034	0,535
b*	0,038	0,488
$\Delta E^*$	0,133	0,038*

Ek 4.7 Optimum sürelerde farklı güçlerde mikrodalga destekli ekstraksiyon için TFM miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyans Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	2856,67	2856,67	1428,34	26,06	0,000
Güç	4	2860,16	2860,16	715,04	13,05	0,000
Hata	53	2904,69	2904,69	54,81		
Toplam	59	8621,53				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
180	12	65,8	A
90	12	58,7	A B
270	12	55,1	B
360	12	53,3	B
450	12	44,7	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	20	64,9	A
10:100	20	53,4	B
15:100	20	48,4	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.8 Optimum sürelerde farklı güçlerde mikrodalga destekli ekstraksiyon için antioksidan aktivite miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	5	90, 180, 270, 360, 450
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	4	4,203	1,051	0,84	0,505
Katı:solvent	2	592,639	296,319	237,35	0,000
Hata	53	66,167	1,248		
Toplam	59	663,009			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
90	12	10,1577	A
270	12	10,1159	A
180	12	10,1139	A
450	12	9,9759	A
360	12	9,4472	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	20	14,2364	A
10:100	20	8,8804	B
15:100	20	6,7696	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.9. Ultrason destekli ekstraksiyon için TFM miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Ek 4.9.1 Ultrason destekli ekstraksiyon için TFM miktarlarına göre çok yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	5	1, 10, 20, 30, 60
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	2319	1159,26	65,06	0,000
Süre	4	1345	336,37	18,88	0,000
Güç	2	6076	3038,24	170,50	0,000
Hata	171	3047	17,82		
Toplam	179	12788			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	60	34,2774	A
10:100	60	29,3941	B
15:100	60	25,5051	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	36	32,9279	A
20	36	32,1149	A
60	36	29,2421	B
10	36	29,1874	B
1	36	25,1554	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	60	37,7456	A
14	60	27,2636	B
56	60	24,1674	C

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*



Ek 4.9.2 Ultrason destekli ekstraksiyon için optimum süreler için TFM miktarına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

4.9.2.a 5:100 katı:solvent oranında ultrason gücüne göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Güç	2	1359,0	679,5	29,76	0,000
Hata	9	205,5	22,8		
Toplam	11	1564,5			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	4	54,55	A
14	4	32,33	B
56	4	32,13	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

4.9.2.b 10:100 katı:solvent oranında ultrason gücüne göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Güç	2	360,9	180,4	12,27	0,000
Hata	9	132,3	14,7		
Toplam	11	493,2			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	4	39,80	A
14	4	29,51	B
56	4	27,75	B

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

4.9.2.c 15:100 katı:solvent oranında ultrason gücüne göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Güç	2	358,53	179,27	129,14	0,000
Hata	9	12,49	1,39		
Toplam	11	371,03			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	4	34,93	A
14	4	29,35	B
56	4	21,57	C

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

4.9.2.d 14 W ultrason gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	23,70	11,85	1,64	0,246
Hata	9	64,85	7,21		
Toplam	11	88,55			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	32,33	A
10:100	4	29,51	A
15:100	4	29,35	A

---

4.9.2.e 35 W ultrason gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	835,7	417,9	17,43	0,001
Hata	9	215,8	24,0		
Toplam	11	1051,5			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	54,55	A
10:100	4	39,80	B
15:100	4	34,93	B

---

4.9.2.f 56 W ultrason gücünde katı:solvent oranına göre tek yönlü varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

---

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent oranı	2	225,05	112,53	14,53	0,002
Hata	9	69,69	7,74		
Toplam	11	294,74			

---

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

---

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	32,13	A
10:100	4	27,75	A
15:100	4	21,57	B

---

Ek 4.10 Ultrason destekli ekstraksiyon için ekstraksiyon verimlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	5	1, 10, 20, 30, 60
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	2	11592,5	11592,5	5796,2	170,5	0,000
Katı:solvent	2	4423,2	4423,2	2211,6	65,06	0,000
Süre	4	2566,8	2566,8	641,7	18,88	0,000
Hata	171	5813,2	5813,2	34,0		
Toplam	179	24395,7				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	60	47,3	A
10:100	60	40,6	B
15:100	60	35,2	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	36	45,5	A
20	36	44,4	A
60	36	40,4	B
10	36	40,3	B
1	36	34,7	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	60	52,1	A
14	60	37,7	B
56	60	33,4	C

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*



Ek 4.11 Ultrason destekli ekstraksiyon için L\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	5	1, 10, 20, 30, 60
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	436,286	218,143	866,70	0,000
Süre	4	3,156	0,789	3,13	0,015
Güç	2	3,310	1,655	6,57	0,002
Hata	261	65,692	0,252		
Toplam	269	508,444			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	90	26,6310	A
10:100	90	24,3561	B
15:100	90	23,6523	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1	54	25,0719	A
20	54	24,9104	A B
10	54	24,8530	A B
30	54	24,8013	B
60	54	24,7626	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	90	25,0353	A
56	90	24,8178	B
14	90	24,7863	B

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*



Ek 4.12 Ultrason destekli ekstraksiyon için a\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	5	1, 10, 20, 30, 60
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	19,138	9,5691	48,69	0,000
Süre	4	5,001	1,2503	6,36	0,000
Güç	2	1,030	0,5148	2,62	0,075
Hata	261	51,292	0,1965		
Toplam	269	76,461			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10:100	90	10,4727	A
5:100	90	10,1054	B
15:100	90	9,8223	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	54	10,3013	A
60	54	10,2628	A
10	54	10,1430	A B
20	54	9,9981	B
1	54	9,9622	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
56	90	10,2208	A
35	90	10,0919	A
14	90	10,0878	A

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*



Ek 4.13 Ultrason destekli ekstraksiyon için b\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	5	1, 10, 20, 30, 60
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	54,5689	27,2844	182,05	0,000
Süre	4	1,7085	0,4271	2,85	0,024
Güç	2	0,6697	0,3348	2,23	0,109
Hata	261	39,1165	0,1499		
Toplam	269	96,0636			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10:100	90	7,21467	A
5:100	90	7,16711	A
15:100	90	6,23811	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	54	6,98481	A
10	54	6,93481	A B
60	54	6,86574	A B
1	54	6,81944	A B
20	54	6,76167	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
56	90	6,93211	A
35	90	6,87744	A
14	90	6,81033	A

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*



Ek 4.14 Ultrason destekli ekstraksiyon için  $\Delta E^*$  değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	5	1, 10, 20, 30, 60
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	418,655	209,328	722,34	0,000
Süre	4	0,840	0,210	0,73	0,576
Güç	2	2,679	1,340	4,62	0,011
Hata	261	75,636	0,290		
Toplam	269	497,811			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	90	29,3804	A
10:100	90	27,4815	B
15:100	90	26,3638	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1	54	27,8370	A
30	54	27,7616	A
10	54	27,7371	A
20	54	27,6917	A
60	54	27,6820	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	90	27,8666	A
56	90	27,7362	A B
14	90	27,6228	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

#### TFM ile renk değerleri arası korelasyonlar

TFM Miktarı	Katsayı	P
L*	0,435	0,003*
a*	-0,021	0,892
b*	0,260	0,085
$\Delta E^*$	0,420	0,004*

Ek 4.15 Optimum sürelerde farklı güçlerde ultrason destekli ekstraksiyon için TFM miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	2	1745,79	1745,99	872,89	42,44	0,000
Katı:solvent	2	752,14	752,14	376,07	18,29	0,000
Hata	31	637,57	637,57	20,57		
Toplam	35	3135,50				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	12	39,5	A
10:100	12	32,1	B
15:100	12	28,5	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	12	43,1	A
56	12	29,9	B
14	12	27,2	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.16 Optimum sürelerde farklı güçlerde ultrason destekli ekstraksiyon için antioksidan aktivite miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Güç	Sabit	3	14 W, 35 W, 56 W
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Güç	2	0,3937	0,1969	0,67	0,528
Katı:solvent	2	78,3101	39,1551	133,37	0,000
Hata	13	3,8166	0,2936		
Toplam	17	82,5205			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Güç	N	Ortalamalar	Gruplandırma
35	6	8,82286	A
56	6	8,56180	A
14	6	8,47480	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	6	11,5134	A
10:100	6	7,6693	B
15:100	6	6,6768	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.17 25 °C’de maserasyon ekstraksiyon için TFM miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Katı:solvent	Sabit	3	5:100, 10:100, 15:100
Süre	Sabit	7	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	3590,6	1795,28	184,49	0,000
Süre	6	621,3	103,55	10,64	0,000
Hata	33	321,1	9,73		
Toplam	41	4533,0			

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	14	64,8645	A
10:100	14	47,5446	B
15:100	14	43,5666	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10	6	58,0427	A
12	6	57,6443	A
14	6	51,4765	B
8	6	50,5340	B
4	6	49,2762	B
2	6	49,0402	B
6	6	47,9292	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.18 25 °C’de maserasyon ekstraksiyon için L\* değerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler
Katı:solvent	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	15,7537	7,87684	1252,50	0,000
Hata	6	0,0377	0,00629		
Toplam	8	15,7914			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	6	27,0867	A
10:100	6	24,6067	B
15:100	6	24,0400	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.19 25 °C'de maserasyon ekstraksiyon için a\* değerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler
Katı:solvent	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	0,53669	0,26834	20,38	0,002
Hata	6	0,07900	0,01317		
Toplam	8	0,61569			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
15:100	6	10,3833	A
10:100	6	9,96667	B
5:100	6	9,8033	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.20 25 °C'de maserasyon ekstraksiyon için b\* değerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler
Katı:solvent	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	0,02060	0,010300	1,90	0,230
Hata	6	0,03260	0,005433		
Toplam	8	0,05320			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10:100	6	6,7867	A
15:100	6	6,6967	A
5:100	6	6,6767	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.21 25 °C’de maserasyon ekstraksiyon için  $\Delta E^*$  değerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler
Katı:solvent	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	11,2918	5,64592	642,83	0,000
Hata	6	0,0527	0,00878		
Toplam	8	11,3445			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	6	29,5700	A
10:100	6	27,4023	B
15:100	6	27,0295	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.22 25 °C’de maserasyon ekstraksiyon için antioksidan aktivite miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler
Katı:solvent	3	5:100, 10:100, 15:100

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Katı:solvent	2	7,5975	3,7987	11,79	0,038
Hata	3	0,9663	0,3221		
Toplam	5	8,5637			

#### Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Katı:solvent	N	Ortalamalar	Gruplandırma
5:100	4	8,786	A
10:100	4	7,261	A B
15:100	4	6,035	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.23 Soxhlet ekstraksiyon için TFM miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler
sure	4	1, 2, 3, 4

Varyasyon Kaynağı	DF	Adj SS	Adj MS	F	P
Süre	3	1615,8	538,60	24,60	0,000
Hata	12	262,7	21,89		
Toplam	15	1878,5			

#### Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Süre	N	Ortalamalar	Gruplandırma
4	4	52,31	A
6	4	37,85	B
2	4	30,79	B C
1	4	25,558	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.24 Ekstraksiyonlar için klorojenik asit deęerlerine gre varyans analizi ve Tukey karşılařtırma tabloları

Varyasyon Kaynaęı	DF	SS	MS	F	P
Ekstraksiyon çeřidi	2	68,060	34,030	45,89	0,006
Hata	3	2,225	0,742		
Toplam	5	70,285			

#### Tukey Çoklu Karşılařtırma Testleri

Ekstraksiyon çeřidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
Mikrodalga destekli ekstraksiyon	2	16,756	A
Ultrason destekli ekstraksiyon	2	12,422	B
Konvansiyonel ekstraksiyon	2	8,510	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak nemli derecede farklıdır.*

Ek 4.25 Ekstraksiyonlar için kafeik asit deęerlerine gre varyans analizi ve Tukey karşılařtırma tabloları

Varyasyon Kaynaęı	DF	SS	MS	F	P
Ekstraksiyon çeřidi	2	0,0000058	0,0000029	392,58	0,000
Hata	3	0,0000000	0,0000000		
Toplam	5	0,0000058			

#### Tukey oklu Karşılařtırma Testleri

Ekstraksiyon çeřidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
Konvansiyonel ekstraksiyon	2	0,0068386	A
Ultrason destekli ekstraksiyon	2	0,0063105	B
Mikrodalga destekli ekstraksiyon	2	0,0045360	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak nemli derecede farklıdır.*

TFM ile klorogenik asit ve kafeik asit deęerleri arası korelasyonlar

TFM Miktarı	Katsayı	P
Klorogenik asit	0,099	0,851
Kafeik asit	-0,357	0,488



Ek 4.26 Enkapsülasyon işlemi için yüzey fenolik madde miktarlarına göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	64,656	64,656	32,328	78,47	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	9,318	9,318	9,318	22,62	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	0,726	0,726	0,363	0,88	0,419
Hata	66	27,190	27,190	0,412		
Toplam	71	101,890				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:10	24	2,3	A
1:20	24	0,4	B
1:30	24	0,3	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
MD	36	1,3	A
GA	36	0,6	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	24	1,1	A
10	24	1,0	A
20	24	0,8	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.27 Enkapsülasyon işlemi için enkapsülasyon verimlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon		DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Kaynağı							
Çekirdek: kaplama oranı	2	1276,26	1276,26	638,13	53,18	0,000	
Kaplama materyali çeşidi	1	383,07	383,07	738,42	31,93	0,000	
Ultrasonikasyon süresi	2	1,86	1,86	0,93	0,08	0,926	
Hata	66	791,91	791,91	12,00			
Toplam	71	2453,10					

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:20	24	97,00	A
1:30	24	96,5	A
1:10	24	87,9	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
GA	36	96,1	A
MD	36	91,5	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
20	24	94,0	A
10	24	93,8	A
30	24	93,6	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.28 Enkapsülasyon işlemi için antioksidan aktivitelerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	0,97388	0,97388	0,48694	12,81	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	0,01933	0,01933	0,01933	0,51	0,478
Ultrasonikasyon süresi	2	0,09100	0,09100	0,04550	1,20	0,309
Hata	66	2,50889	2,50889	0,03801		
Toplam	71	3,59310				

---

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:10	24	1,6	A
1:20	24	1,4	B
1:30	24	1,4	B

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
MD	36	1,5	A
GA	36	1,4	A

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

---

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10	24	1,5	A
30	24	1,4	A
20	24	1,4	A

---

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.29 Enkapsülasyon işlemi için L\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	1761,42	1761,42	880,71	186,06	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	125,88	125,88	125,88	26,59	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	11,43	11,43	5,72	1,21	0,303
Hata	102	482,82	482,82	4,73		
Toplam	107	2381,55				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:30	36	71,0	A
1:20	36	67,9	B
1:10	36	61,3	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
GA	54	67,8	A
MD	54	65,7	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
20	36	67,2	A
10	36	66,6	A
30	36	66,5	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.30 Enkapsülasyon işlemi için a\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	1160,20	1160,20	580,10	512,52	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	316,93	316,93	316,93	280,01	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	0,98	0,98	0,49	0,43	0,649
Hata	102	115,45	115,45	1,13		
Toplam	107	1593,56				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:10	36	33,1	A
1:20	36	28,6	B
1:30	36	25,1	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
MD	54	30,6	A
GA	54	27,2	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10	36	29,0	A
30	36	29,0	A
20	36	28,8	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.31 Enkapsülasyon işlemi için b\* değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	502,95	502,95	251,47	147,70	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	684,53	684,53	684,53	402,06	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	26,58	26,58	13,29	7,81	0,001
Hata	102	173,66	173,66	1,70		
Toplam	107	1387,73				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:10	36	15,5	A
1:20	36	12,7	B
1:30	36	10,3	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
MD	36	15,4	A
GA	36	10,3	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	36	13,3	A
10	36	13,0	A
20	36	12,2	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.32 Enkapsülasyon işlemi için  $\Delta E^*$  değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	3297,88	3297,88	1648,94	318,25	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	778,93	778,93	778,93	150,34	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	16,65	16,65	8,33	1,61	0,206
Hata	102	528,48	528,48	5,18		
Toplam	107	4621,94				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:10	36	49,5	A
1:20	36	41,3	B
1:30	36	36,1	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
MD	54	45,0	A
GA	54	39,6	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
30	36	42,6	A
10	36	42,5	A
20	36	41,7	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.33 Enkapsülasyon işlemi için nem miktarı değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	4,2291	4,2291	2,1146	5,25	0,008
Kaplama materyali çeşidi	1	12,0541	12,0541	12,0541	29,95	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	6,3967	6,3968	3,1983	7,95	0,001
Hata	66	26,5665	26,5665	0,4025		
Toplam	71	49,2463				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:30	24	5,6	A
1:20	24	5,2	A B
1:10	24	5,0	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
GA	36	5,7	A
MD	36	4,8	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
20	24	5,6	A
30	24	5,2	A B
10	24	4,9	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.34 Enkapsülasyon işlemi için yığın yoğunluğu değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	0,185157	0,185157	0,092579	26,68	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	0,144391	0,144391	0,144391	41,61	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	0,002321	0,002321	0,001161	0,33	0,010
Hata	66	0,229002	0,229002	0,003470		
Toplam	71	0,560871				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:20	24	0,3	A
1:30	24	0,2	B
1:10	24	0,2	C

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
GA	36	0,3	A
MD	36	0,2	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
10	24	0,2	A
20	24	0,3	A
30	24	0,2	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.35 Enkapsülasyon işlemi için çözünürlük değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Faktör	Tip	Seviyeler	Değerler
Çekirdek: kaplama oranı	Sabit	3	1:10, 1:20, 1:30
Kaplama materyali çeşidi	Sabit	2	MD, GA
Ultrasonikasyon süresi	Sabit	3	10, 20, 30

Varyasyon Kaynağı	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Çekirdek: kaplama oranı	2	590,83	590,83	295,4	46,55	0,000
Kaplama materyali çeşidi	1	6291,1	6291,1	6291,1	991,32	0,000
Ultrasonikasyon süresi	2	9,22	9,22	4,61	0,73	0,492
Hata	30	190,4	190,4	6,3		
Toplam	35	7081,57				

## Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çekirdek: Kaplama oranı	N	Ortalamalar	Gruplandırma
1:30	12	68,9	A
1:20	12	67,1	A
1:10	12	59,6	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Kaplama materyali çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
GA	24	78,4	A
MD	24	52,0	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ultrasonikasyon süresi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
20	12	65,9	A
10	12	64,9	A
30	12	64,7	A

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.36 Enkapsülasyon ve gilaburu tozu için klorojenik asit değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Varyasyon Kaynağı	DF	SS	MS	F	P
Çeşit	1	102,414	102,414	256,85	0,004
Hata	2	0,797	0,399		
Toplam	3	103,212			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Ekstraksiyon çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
Gilaburu tozu	2	13,710	A
Mikroenkapsül	2	3,590	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.37 Enkapsülasyon ve gilaburu tozu için kafeik asit değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Varyasyon Kaynağı	DF	SS	MS	F	P
Çeşit	1	0,0000487	0,0000487	13,8808	0,001
Hata	2	0,0000001	0,0000000		
Toplam	3	0,0000488			

#### Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Ekstraksiyon çeşidi	N	Ortalamalar	Gruplandırma
Gilaburu tozu	2	0,0112007	A
Mikroenkapsül	2	0,0042211	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

#### TFM ile klorogenik asit ve kafeik asit değerleri arası korelasyonlar

TFM Miktarı	Katsayı	P
Klorogenik asit	0,997	0,003*
Kafeik asit	0,997	0,003*

Ek 4.38 Enkapsülasyon ve gilaburu tozu katılan keklerde korunan TFM miktarı değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Varyasyon	Kaynağı	DF	SS	MS	F	P
Çeşit		1	70,05	70,05	24,13	0,003
Hata		6	17,42	2,90		
Toplam		7	87,47			

Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çeşit	N	Ortalamalar	Gruplandırma
Gilaburu tozu katılan kek	4	7,923	A
Mikroenkapsül katılan kek	4	13,841	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

Ek 4.39 Enkapsülasyon ve gilaburu tozu katılan keklerde korunan antioksidan aktivite miktarı değerlerine göre varyans analizi ve Tukey karşılaştırma tabloları

Varyasyon Kaynağı	DF	SS	MS	F	P
Çeşit	1	12,7500	12,7500	234,44	0,000
Hata	6	0,3263	0,0544		
Toplam	7	130763			

#### Tukey Çoklu Karşılaştırma Testleri

Çeşit	N	Ortalamalar	Gruplandırma
Mikroenkapsül katılan kek	4	5,1196	A
Gilaburu tozu katılan kek	4	2,5947	B

*Aynı harfe sahip olmayan ortalamalar istatistik olarak önemli derecede farklıdır.*

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Yaşar Özlem ALİFAKI

Doğum Yeri : Ankara

Doğum Tarihi: 06.03.1985

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

### **Eğitim Durumu: (Kurum ve Yıl)**

Lise : Kalaba Anadolu Lisesi (1999-2003)

Lisans :Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği  
Bölümü (2003-2008)

Yüksek Lisans : Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği  
Anabilim Dalı (2011-2013)

Doktora :Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği  
Anabilim Dalı (2014-halen)

### **İş Deneyimi**

Kalecik Meslek Yüksekokulu, Gıda Teknolojisi Bölümü, Okutman

2013-2014 Bahar Yarıyılında Yağ Teknolojisi (2.0), Gıda Endüstrisi Makinaları  
(2.0),

2014-2015 Güz Yarıyılında Et ve Ürünleri Teknolojisi (2.0) dersi

Kalecik İlçe Gıda Tarım ve Hayvancılık Müdürlüğü: Gıda Mühendisi (2011-2017)

Çankaya İlçe Gıda Tarım ve Hayvancılık Müdürlüğü: Gıda Mühendisi (2017-halen)

### A)Yayımları (SCI):

**Alifakı, Y.Ö., Şakıyan, Ö.** 2017. Dielectric Properties, Optimum Formulation and Microwave Baking Conditions of Chickpea Cakes. **Journal of Food Science and Technology**. 54(4):944–95. Doi: 10.1007/s13197-016-2371-0.

Öztürk, S., Şakıyan, Ö., **Alifakı, Y.Ö.** 2017. Dielectric Properties and Microwave and Infrared-Microwave Combination Drying Characteristics of Banana and Kiwi Fruits. **Journal of Food Process Engineering**. 40 (3):e12502. Doi: 10.1111/jfpe.12502.

**Alifakı, Y.Ö., Şakıyan Ö., İşçi, A.** 2019. Investigation of Dielectric Properties, Total Phenolic Content and Optimum Formulation of Microwave Baked Gluten-Free Cakes. **Journal of Food Science and Technology**. Doi: 10.1007/s13197-019-03647-3.

### B) Hakemli Dergilerdeki Yayınlar

**Alifakı, Y.Ö., Şakıyan Demirkol, Ö.** 2016. Mikrodalga ile Pişirilen Pirinç Kekinin Formülasyonunun ve İşlem Koşullarının Optimizasyonu. *Gıda Dergisi*. **GIDA** 41 (2): 91-98 doi: 10.15237/gida.GD15049.

**Alifakı, Y.Ö., Şakıyan, Ö., İşçi, A.** 2018. Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) Meyvesinden Fenolik Bileşiklerin Ultrason Destekli Ekstraksiyonu. **GIDA** 43(5): 846-855. doi: 10.15237/gida.GD18069

### C)Uluslararası Kongrelerde Sözlü Sunulan Bildiriler

**Alifakı, Y.O\*., Sakiyan, O., Isci, A.,** 2017. The effects of formulation and processing conditions on color, total phenolic content and dielectric properties of microwave baked buckwheat-rice cakes. **1st Innovations in Food Science & Technology**, May, 10-12th, Erding, Munich, Germany. Abstract book, p. 33 (Sözlü bildiri).\* yazar tarafından sunuldu.

**Alifakı, Y.O., Sakiyan, O., Isci, A.,** 2018. Ultrasound assisted extraction of phenolic compounds of Gilaburu (*Viburnum opulus* L.). **4th International Symposium on Traditional Foods from Adriatic to Caucasus**, 19-21 April 2018, Kyrenea/ Northern Cyprus. (Sözlü bildiri).

**Alifaki, Y.O\***, Sakiyan, O., Isci, A., 2018. Alternative extraction method for phenolic compounds of Cranberry Bush (*Viburnum opulus* L.) fruit: Ultrasound-probe treatment. **3rd International Congress on Food Technology**, 10-12 October 2018, Cappadocia/Turkey (Sözlü bildiri). \* yazar tarafından sunuldu.

#### **D)Uluslararası Kongrelerde Sunulan Poster Bildirileri**

**Alifaki, Y.O.**, Sakiyan Demirkol, O., 2013. The variation of colour, porosity and volume of microwave baked cakes. **Eurofoodchem XVII**, May 07-10, İstanbul, p. 269 (Poster bildiri).

**Alifaki, Y.O.**, Sakiyan Demirkol, O., 2013. Effects of formulation, baking time and microwave power on dielectric properties of cake during baking with microwave oven. **Eurofoodchem XVII**, May 07-10, İstanbul, p.270 (Poster bildiri).

**Alifaki, Y.O.**, Sakiyan Demirkol, O., 2014. Optimization of formulation and baking conditions of microwave baked cakes. **2nd International Congress on Food Technology**, November 05-07, Kuşadası. p 210 (Poster bildiri).

**Alifaki, Y.O.**, Kutlu, N., Sakiyan, O., 2016. Utilization of response surface methodology to optimize process conditions and formulation of microwave baked rice cake. **15th International Cereal and Bread Congress**, April 18-21, İstanbul, Abstract book, 160 p. (Poster bildiri).

Kutlu, N., **Alifaki, Y.O.**, Isci, A., Sakiyan, O., 2016. Microwave applications in bakery products: A review. **15th International Cereal and Bread Congress**, April 18-21, İstanbul, Abstract book, 195 p (Poster bildiri).

**Alifaki, Y.O.**, Sakiyan, O., Isci, A., 2016. Investigation of pore size distribution and some physical properties of different formulated microwave baked cakes by image analysis. **2nd Food Structure Design Congress**, October, 26-28, Antalya. Abstract book, 89 p (Poster bildiri).

**Alifaki, Y.O\***, Babacan, A. 2018. A Functional Drink From Old Times : Subye sherbet. **4th International Symposium on Traditional Foods from Adriatic to**

**Caucasus**, 19-21 April 2018, Kyrenea/ Nothern Cyprus. (Poster bildiri). \* yazar tarafından sunuldu.

Babacan, A., **Alifaki, Y.O\***, 2018. Sürk: A traditional cheese in Hatay. **4th International Symposium on Traditional Foods from Adriatic to Caucasus**, 19-21 April 2018, Kyrenea/ Nothern Cyprus. (Poster bildiri). \* yazar tarafından sunuldu.

**Alifaki, Y.O\***, Sakiyan, O., Isci, A., 2018. Microwave assisted extraction of phenolic compounds from Cranberry Bush (*Viburnum opulus L.*) fruit. **32nd EFFOST International Conference**, 6-8 November 2018, Nantes, France (Poster bildiri). \* yazar tarafından sunuldu.

**Alifaki, Y.O\***, Sakiyan, O., Isci, A., 2018. Microencapsulation of Cranberry Bush (*Viburnum opulus L.*) fruit powder. **32nd EFFOST International Conference**, 6-8 November 2018, Nantes, France (Poster bildiri). \* yazar tarafından sunuldu.

#### **E)Ulusal Kongrelerde Sunulan Poster Bildirileri**

**Alifaki, Y.O\***, Sakiyan, O., Isci, A. 2016. Gıdalardaki fenolik bileşenlerin enkapsülasyonu. **12. Gıda Kongresi**, 5-7 Ekim, Edirne, Bildiri Özetleri Kitabı. 221 p. (Poster bildiri). \* yazar tarafından sunuldu.