

**T.C**  
**SELÇUK ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**AKTİF KÖMÜR**  
**UYGULAMASININ TİCARİ**  
**ELMA SUYU KONSANTRESİNDEKİ**  
**HİDROKSİMETİLFURFURAL (HMF)**  
**VE TOPLAM FENOLİK MADDE**  
**DÜZEYİ ÜZERİNE ETKİSİ**

**HACER ÇOKLAR**  
**YÜKSEK LİSANS TEZİ**  
**GIDA MÜHENDİSLİĞİ**  
**ANABİLİM DALI**  
**KONYA, 2007**

**ÖZET**  
**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**AKTİF KÖMÜR UYGULAMASININ TİCARİ ELMA SUYU  
KONSANTRESİNDEKİ HİDROKSİMETİLFURFURAL (HMF) VE TOPLAM  
FENOLİK MADDE DÜZEYİ ÜZERİNE ETKİSİ**

Hacer ÇOKLAR

Selçuk Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd.Doç. Dr. Mehmet AKBULUT

2007, 51 sayfa

Jüri: Yrd.Doç. Dr. Mehmet AKBULUT

Prof. Dr. Adem ELGÜN

Prof. Dr. Nihat AKIN

Bu araştırmada elma suyu konsantresindeki hidroksimetilfurfural (HMF) ve toplam fenolik madde düzeyi üzerine farklı sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun etkisi incelenmiştir. HMF ve toplam fenolik madde içeriğinin yanı sıra briks, pH, titrasyon asitliği, elektriksel kondüktivite (EC), toplam invert şeker, viskozite, transmittans renk ve reflektans renkte meydana gelen değişim de belirlenmiştir.

Elma suyu konsantresine farklı şartlarda uygulanan aktif kömür sonucunda HMF miktarında % 5.0-46.3 arasında bir azalma olduğu gözlemlenmiştir. HMF'nin yanı sıra aynı uygulamaların elma suyunun fenolik madde, briks, pH, titre edilebilir asitlik, EC, toplam invert şeker, viskozite ve farklı renk parametreleri üzerinde de önemli değişikliklere neden olduğu tespit edilmiştir. Aktif kömür uygulamalarında sıcaklık, doz ve sürenin belirlenen değerler üzerine etkili oldukları görülmüştür.

Elma suyu konsantresi örneklerinde HMF miktarında maksimum azalma oranı 40° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde minimum azalma ise 30° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

Toplam fenolik madde miktarında maksimum azalma 30° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde minimum azalma 22° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde gerçekleşmiştir.

Aktif kömür uygulaması ile elma suyunun 440 nm'deki transmittansında artış gözlemlenmiştir. Minimum transmittans 22° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde maksimum transmittans ise 50° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Elma suyu konsantresi, aktif kömür, hidroksimetilfurfural (HMF), adsorpsiyon, toplam fenolik madde

**ABSTRACT**  
**MS THESIS**

**THE EFFECT OF ACTIVATED CARBON APPLICATION ON  
HYDROXYMETHYLFURFURAL (HMF) AND TOTAL PHENOLIC  
MATTER LEVEL IN COMMERCIAL APPLE JUICE CONSANTRATE**

Hacer ÇOKLAR

Selçuk University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Food Engineering

Supervisor: Ass. Prof. Dr. Mehmet AKBULUT

2007, 51 pages

Jury: Ass. Prof. Dr. Mehmet AKBULUT

Prof. Dr. Adem ELGÜN

Prof. Dr. Nihat AKIN

In this research, effects of different temperatures, times and activated carbon concentrations on hydroxymethylfurfural (HMF) and total phenolic matter levels of apple juice concentrate were examined. The changes in brix, pH, titratable acidity, electrical conductivity (EC), total reducing sugar, reflectans color (  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h$ ,  $C$  ), transmittance color, clearness, viscosity and mineral contents were also determined.

It was observed to be decreased between 5.0 % and 46.3 % ratio of the HMF content by using activated carbon. In addition, selected physical and chemical properties of apple juice such as total phenolic content, brix, pH, titratable acidity, electrical conductivity (EC), total reducing sugar, reflectans color (  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h$ ,  $C$  ), spectrophotometric color, clearness and viscosity were significantly changed by using activated carbon. Temperature, concentration of activated carbon and time

applications affected considerably the determined parameters of apple juice. In the apple juice concentrate samples, the highest decrease ratio of the HMF content was obtained by means of 3 gram activated carbon per liters level applied for 15 minutes at 40° C and the lowest decrease ratio of HMF content was obtained by means of 0.5 gram activated carbon per liters level applied for 5 min. at 30° C.

The highest decrease ratio of the total phenolic content was obtained by means of 3 gram activated carbon per liters level applied for 15 minutes at 30° C and the lowest decrease ratio of the total phenolic content was obtained by means of 0.5 gram activated carbon per liters level applied for 5 minutes at 22° C.

Transmittans values at 440 nm of apple juice was increased by activated carbon applications. The lowest transmittans was obtained by means of 0.5 gram activated carbon per liters level applied for 5 minutes at 22° C and the highest transmittans at 440 nm was obtained by means of 3 gram activated carbon per liters level applied for 15 minutes at 50° C.

**Key Words:** Apple juice concentrate, activated carbon, hydroxymethylfurfural (HMF), adsorption, total phenolic matter

## TEŐEKKÜR

Bu arařtırmanın planlanmasından yazımına kadar geen her ařamada desteęini ve yardımını esirgemeyen deęerli hocam ve danıřmanım Yrd. Do. Dr. Mehmet AKBULUT'a, bursiyeri olarak beni destekleyen ve onurlandıran Trkiye Bilimsel ve Teknolojik Arařtırma Kurumu'na (TBİTAK), alıřmamın uygulama kısmını maddi olarak destekleyen Seluk niversitesi'ne ve alıřmamda kullandıęım hammadde temini konusunda yardımları nedeniyle ERSU Meyve Suyu A.Ő'ye sonsuz teőekkrlerimi sunarım.

Konya, 2007

Hacer OKLAR

## İÇİNDEKİLER

<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. LİTERATÜR ÖZETİ .....</b>	<b>3</b>
<b>3. MATERYAL VE METOT .....</b>	<b>10</b>
3.1 Materyal.....	10
3.1.1 Elma Suyu Konsantresi .....	10
3.1.2 Aktif Kömür .....	10
3.2 Metod .....	11
3.2.1 Analiz Metotları .....	11
3.2.1.1 Hidroksimetilfurfural (HMF) Tayini .....	11
3.2.1.2 Toplam Fenolik Madde Tayini .....	11
3.2.1.3 Titrasyon Asitliği ve pH Değeri Tayini .....	11
3.2.1.4 Çözünür Kuru Madde Tayini.....	12
3.2.1.5.Elektriksel Kondüktivite Tayini .....	12
3.2.1.6 Toplam İvert Şeker Tayini .....	12
3.2.1.7 Reflektans Renk Tayini.....	12
3.2.1.8 Viskozite Tayini.....	13
3.2.1.9 Transmittans Renk ve Berraklık Tayini .....	13
3.2.1.10 Mineral Madde Tayini.....	13
3.2.1.11 İstatistiksel Analizler.....	14
3.2.2 Elma Suyu Konsantresi Örneklerinde Aktif Kömür Uygulaması .....	14
<b>4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....</b>	<b>16</b>
4.1 Elma Suyunun Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri .....	16
4.2 Hidroksimetilfurfural (HMF) Miktarının Değişimi .....	17
4.3 Toplam Fenolik Madde .....	20
4.4 pH.....	20
4.5 Titrasyon Asitliği .....	24
4.6 Briks .....	25

4.7. Elektriksel Kondüktivite.....	25
4.8. Toplam İvert Şeker.....	26
4.9. Renk Parametreleri ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ , $h$ , $C$ ).....	27
4.10. Renk Ve Berraklık.....	34
4.11. Viskozite.....	39
4.12. Mineral Madde.....	40
<b>5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>45</b>
<b>KAYNAKLAR</b>	



## ÇİZELGELER LİSTESİ

Çizelge 3.1. Aktif Kömürün Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri .....	10
Çizelge 4.1. Elma Suyunun Özellikleri.....	16
Çizelge 4.2. Aktif kömür uygulanmış elma suyu konsantresindeki HMF değişimi .....	18
Çizelge 4.3. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan HMF Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları .....	19
Çizelge 4.4. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan HMF Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi .....	19
Çizelge 4.5. Aktif kömür uygulanmış elma suyu konsantresindeki Toplam Fenolik Madde (TFM) değişimi.....	21
Çizelge 4.6. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Toplam Fenolik Madde Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları.....	22
Çizelge 4.7. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Toplam Fenolik Madde Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi .....	22
Çizelge 4.8. Aktif Kömür Uygulanmış Elma Suyu Konsantresinin Bazı Kimyasal Özelliklerindeki Değişim .....	28
Çizelge 4.9. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Kimyasal Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları .....	29
Çizelge 4.10. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Kimyasal Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi.....	29
Çizelge 4.11. Aktif Kömür Uygulanmış Elma Suyu Konsantresinin Renk Parametrelerindeki Değişim.....	35
Çizelge 4.12. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Renk (L*,a*,b*, <i>h</i> ve <i>C</i> ) Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları.....	36
Çizelge 4.13. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Renk (L*,a*,b*, <i>h</i> ve <i>C</i> ) Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi.....	36
Çizelge 4.14. Aktif Kömür Uygulanmış Elma Suyu Konsantresinin Viskozite, Renk ve Berraklık Özelliklerindeki Değişim.....	41

Çizelge 4.15.Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Yapılan Vizkozite, Renk (440nm) ve Berraklık (620nm) Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları.....	42
Çizelge 4.16. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Vizkozite, Renk (440nm) ve Berraklık (620nm) Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi .....	42

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 4.1 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının HMF’de meydana getirdiği azalmanın karşılaştırılması.....	23
Şekil 4.2 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının toplam fenolik madde içeriğinde meydana getirdiği azalmanın karşılaştırılması .....	23
Şekil 4.3 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının pH’da meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	30
Şekil 4.4 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının titrasyon asitliğinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	30
Şekil 4.5 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının briks’te meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	31
Şekil 4.6 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının elektriksel kondüktivitede meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	31
Şekil 4.7 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının toplam invert şeker miktarında meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması.....	32
Şekil 4.8 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının L* değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	37
Şekil 4.9 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının a* değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	37
Şekil 4.10 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının b* değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	38

Şekil 4.11 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının Hue ( <i>h</i> ) değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	38
Şekil 4.12 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının Chroma ( <i>C</i> ) değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması.....	39
Şekil 4.13. Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının renkte (440 nm'deki % transmittans) meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	43
Şekil 4.14. Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının berraklıkta (620 nm'deki % transmittans) meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması .....	43
Şekil 4.15. Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının viskozitede meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması.....	44

## 1. GİRİŞ

Ülkemiz elma (*Mallus sylvestris*) üretiminde gerek çeşit ve gerekse miktar açısından büyük bir potansiyele sahiptir. Yıllık ortalama elma üretimimiz 2.175 bin ton/yıl'dır. Bu miktarın bir kısmı doğrudan tüketilmekte önemli bir kısmı da elma suyu konsantresine işlenmektedir. Ülkemizin toplam meyve suyuna işlenen meyve miktarı 471.33 bin ton/yıl olup bunun % 68.28'ini elma suyuna işlenen elmalar oluşturmaktadır. Elma suyuna işlenen meyve miktarı 319.6 bin ton/yıldır. Ülkemizde meyve suyu konsantresi ve püresi üretimi 113.2 bin ton /yıldır. Bunun yaklaşık olarak % 42.28'ini elma suyu konsantresi oluşturmaktadır. Elma suyu konsantresi üretimimiz 47.85 bin ton/yıldır (Anonymous 2007a).

Meyve sularında oluşan hidroksimetilfurfural (HMF) belirli kalite kusurlarına ve insan sağlığı açısından olumsuzluklara yol açabilmektedir. Renkte esmerleşmeye yol açması ve besinsel kayıpların göstergesi olması nedeniyle kalite yönünden, mutajenik ve sitotoksik özellik göstermesi nedeniyle sağlık yönünden olumsuz etkiye sahiptir. Taze sıkılmış ve hiçbir işlem uygulanmamış meyve sularında genellikle HMF bulunmamaktadır. Ancak meyve sularının konsantreye işlenmesi ve depolama sırasında oluşabilmektedir. Meyve sularının işlenmesi ve depolanması aşamalarında oluşan HMFönemli bir kalite belirleyicisi olarak kabul edilmektedir.

HMF sadece meyve suları için önemli bir problem değildir. Isıl işlem görmüş tüm gıdalarda oluşabilmektedir. Kurutulmuş meyvelerde, karamel ürünlerinde, balda, pekmezde, instant kahvede, sigara dumanı ve tütsüde de bulunmaktadır (Baldwin ve ark. 1994).

Yüksek konsantrasyonda alınması halinde HMF göz, üst solunum yolu, deri ve mukoz membranlarda tahrişe neden olur (Ulbricht ve ark. 1984). Yapılan çalışmalar hücre büyümesini engellediğini, sitotoksik etki gösterdiğini, tümör oluşumunu ve gelişimini desteklediğini göstermiştir (Janowski ve ark. 2000, Archer ve ark. 1992, Bruce ve ark. 1993, Zhang ve ark. 1993, Schoental ve ark. 1971).

Bu nedenle yasal düzenlemelerle meyve sularının ve birçok diğer gıdanın HMF düzeyi sınırlandırılmıştır. Uluslararası Meyve Suyu Üreticileri Federasyonu meyve

suları için maksimum 5-10 mg/kg, konsantratlarda ise 25 mg/kg HMF düzeyini önermiştir (Anonymous 1974). Ülkemizde elma sularında maksimum 10 mg/l HMF'ye izin verilmektedir (Anonymous 1997).

Bu arařtırmada konsantre elma suyuna, sulandırılarak yeniden elma suyu elde etme aşamasında aktif kömür uygulamasının HMF ve toplam fenolik madde içeriğinde meydana getirdiđi deđişimi ve bu deđişime aktif kömür dozu, uygulama sıcaklığı ile uygulama süresinin etkisi incelenmiştir.

## 2. LİTERATÜR ÖZETİ

Elma suyu, sağlam ve olgun elmalardan, mekanik yolla elde edilen, durultma işlemi uygulanan veya uygulanmayan veya elma suyu konsantresinin doğal briks'ine içilebilen su ile geri sulandırılması ile hazırlanan gerektiğinde katkı maddesi ilave edilen ve ısıtma işlemi uygulanarak dayanıklı hale getirilen içecektir (Anonymous 1997).

Elma suyu konsantresi ise, sağlam ve olgun elmalardan mekanik yolla elde edilen elma suyunun, durultulduktan sonra fiziksel yöntemlerle konsantre edilmesi ile elde edildiği üründür (Anonymous 1981).

Meyve türleri arasında bileşim bakımından çok büyük farklılık bulunmaktadır. Bu farklılık sadece türler arasında değil, aynı türün çeşitleri arasında da önemli ölçüde görülmektedir. Diğer taraftan aynı çeşidin farklı ekolojik koşullarda, hatta aynı ekolojik koşullarda fakat farklı yıllarda, bileşiminde değişiklik görülmektedir. Nitekim, Orta Anadolu'da yetiştirilen Amasya elmasının bileşimi, bir başka bölgede yetiştirilen Amasya elmasının bileşiminden belli bir oranda farklıdır. Tarımsal ürünlerin bileşiminin ve diğer bir çok niteliklerinin tür, çeşit, ekolojik ve diğer koşullara bağlı olarak farklı olması, bu ürünlerin genel bir özelliğidir. Bu yüzden, herhangi bir meyve türünün kesin bir bileşim çizelgesinden bahsetmek olanaksızdır. Örneğin, elmalarda genel olarak C vitamini yok denecek kadar düşük düzeyde olduğu halde, bazı elmalarda 30 mg/100g kadar yüksek oranda bulunmaktadır. Bu yüzden meyvelerin bileşim öğelerinin belli değerlerde belirtilmesinden ziyade, en çok ve en az değerlerinin verilmesi daha doğru olmaktadır.

Buna göre elmalarda, suda çözünmeyen kuru madde % 1-3.5, suda çözünen kuru madde % 8-17 (ort. %12), toplam şeker %7-12, toplam asit %0.2-1.7, pH 3.2-3.5, pektin % 0.6-, kül % 0.3-0.4 arasında değişmektedir (Cemeroğlu 1982). Bütün bu bileşim farklılıkları nedeniyle meyve sularında hileyi belirlemek çok güç olmaktadır.

Elmalarda meyve suyu randımanı % 70-80 arasında değişmektedir. Depolanmış elmalarda bu değer düşmektedir.

Ülkemizde berrak elma suyu üretiminde genellikle ana işlem basamakları (yıkama-ayıklama, parçalama, presleme) aynı olmakla birlikte, klasik ve

ultrafiltrasyon sistemi uygulanmaktadır. Bulanıklıktan berraklığa geçiş presten alınan bulanık meyve suyunda, enzimatik parçalama, yardımcı madde ile çöktürme, tortu ayırma, filtrasyon (kaba ve ince) gibi birbirini izleyen başlıca dört adımda sağlanmaktadır ve bu uygulamaya, kısaca durultma (berraklaştırma) denilmektedir. Bulanıklık meyvede bulunan pektin, protein, selüloz, nişasta, polifenol vb. bileşiklerden kaynaklanmaktadır (Ekşi 1988).

Geleneksel durultma uygulanan sistemde işlenen elmalar parçalanarak mayşe haline getirme, presleme, aroma ayırma, enzim kullanarak parçalama, çöktürme, kaba filtrasyon, ince filtrasyon ve konsantrasyon işlemlerine tabi tutularak berrak elma suyu ve konsantresi üretilmektedir. Durultma yardımcı maddesi olarak genellikle kizelsol (silikazol), jelatin ve bentonit kullanılmaktadır (Ekşi 1988, Acar ve Gökmen 2000).

UF sistemde ise durultma amacıyla uygulanan çöktürme, kaba filtrasyon ve ince filtrasyon aşamalarının yerine ultrafiltrasyon tekniği kullanılmaktadır. Bu sayede proses süresi kısalmakta, enzimden %50-70 tasarruf sağlanmakta, durultma yardımcı maddesi olarak jelatin, bentonit gibi maddeler geleneksel yönteme göre 1/5 oranında, daha az miktarda kullanılmakta, filtrasyon yardımcısı gerekmemekte, meyve suyu randımanı %5-6 artmakta ve tortu daha küçük hacimde ayrılmaktadır (Ekşi 1988, Acar ve Gökmen 2000).

Bu araştırmanın ana konusu olan aktif kömür ilavesi, durultulmuş elma suyuna uygulanmaktadır.

Hidroksimetilfurfural (HMF) meyve sularında kalite kaybı indikatörüdür (Gökmen ve Acar 1999). Hidroksimetilfurfural “5-hidroksimetil-2-furaldehit”, “5-(Hidroksimetil)-furfurol” olarak da adlandırılmaktadır. Hidroksimetilfurfuralin molekül formülü  $C_6H_6O_3$ , molekül ağırlığı 126.11 g/mol, erime noktası 30-34° C, kaynama noktası 114-116° C yoğunluğu 1.29 g/cm<sup>3</sup> tür (Anonymous 2007b).

HMF taze, işlenmemiş gıdalarda yok denecek kadar az düzeyde bulunur (Babsky ve ark. 1986). Enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonları sırasında oluşan bir ara ürün olup oluşumuyla ilgili iki mekanizma ileri sürülmektedir. Bunlar:

- Serbest aminoasit, peptid veya proteinlerin yapısında bulunan serbest amino grubu ile indirgen şekerlerin reaksiyonu (Maillard reaksiyonu)
- Heksozların asit katalizli veya asit katalizli olmayan dehidrasyonu (karamelizasyon)

Şekerlerin asit katalizli olmayan dehidrasyonu 100° C ve üzerindeki sıcaklıklarda gerçekleştiği için meyve sularında HMF oluşumunda önemli değildir. Ancak düşük pH'ya sahip olmaları nedeniyle meyve sularında asit katalizli şeker parçalanması ve buna bağlı olarak HMF oluşumu görülebilmektedir. Bu reaksiyonların hızını ve şiddetini etkileyen faktörler HMF oluşum hızını ve miktarını da etkiler.

Sıcaklık mikrobiyal sporların yıkılması ve enzim inaktivasyonu için gereklidir. Sıcaklık, şekerlerin parçalanması ve Maillard reaksiyonunda da en önemli etkidir. 55° C'ye kadar olan sıcaklıklarda HMF oluşumunda karamelizasyonun etkisi yoktur. Ancak 65° C ve üzerindeki sıcaklıklarda HMF oluşumu hızlanır. Maillard reaksiyonu nedeniyle HMF oluşumu ve esmerleşme karamelizasyona göre daha fazladır (Bozkurt ve ark 1999). HMF oluşumuyla renkte esmerleşme artar (Cohen ve ark. 1998).

Garza ve ark'ı (1999) briks değeri 11 olan şeftali püresini 80, 85, 90, 95 ve 98° C'de 480 dak. ısıtmış ve 420 nm dalga boyunda absorbans değerini, kolorimetrik parametrelerini (L, a, b ve ΔE), şeker içeriğini ve HMF içeriğini incelenmiştir. Isıtma ile b değerinin düştüğü, a değerinin ise arttığı görülmüştür. Sıcaklık arttıkça HMF miktarı ve esmerleşme derecesi de artmıştır.

Rattanathanalerk ve ark.'ı (2005) ananas suyunun kalite kaybına ısıl işlemlerin etkisini araştırmıştır. Bu amaçla kolorimetrik renk parametreleri (L, a, b ve ΔE), HMF miktarı ve esmer pigment oluşumu belirlenmiştir. 55-95° C arasında değişen sıcaklık uygulanmıştır. Esmer pigment oluşumunun ve HMF düzeyinin sıcaklığın artışına paralel olarak arttığı görülmüştür.

Basınctaki artış şekerlerin dehidrasyonunu artırır. Aida ve ark.'ı (2006) yüksek sıcaklık ve basınç altında glukoz çözeltisinde oluşan bileşikleri araştırmıştır. 400° C'ye kadar çıkan farklı sıcaklıklar ve 80 MPa' a kadar çıkan basınç uygulaması denenmiştir. Basıncın 40 MPa'dan 70-80 MPa'a çıkması ile daha çok HMF oluştuğu tespit edilmiştir. Ancak uzun süreli yüksek basınca maruz bırakma ile HMF'nin hidrolize olması sonucunda 1,2,4-benzenetriol oluştuğu görülmüştür.

Uzun süreli depolanan gıdaların HMF içeriğinde artış olur. Wong ve ark. (2005)'ı yapmış oldukları çalışmada -18, 0, 25 ve 37° C'de depolanmış havuç suyu konsantrisinde depolama süresi ve sıcaklığa bağlı olarak esmerleşme derecesini, HMF miktarını, pH'sını, toplam amino asit içeriğini, sakkaroz, glukoz, fruktoz, toplam



şeker, toplam suda çözünebilir kuru madde içeriğini ve bunlarda meydana gelen değişimi incelemiştir. -18 ve 0° C'de depolamanın toplam şeker, sükröz, glukoz, fruktoz, toplam aminoasit, pH, HMF miktarı ve esmerleşme derecesine etkisi olmazken 37 ve 25° C'deki depolamada önemli değişimler gözlenmiştir. 25 ve 37° C'de kuru madde konsantrasyonu ve depolama süresi arttıkça HMF düzeyi artmıştır.

Burdurlu ve Karadeniz (2003), elma suyu konsantrelerinin enzimatik olmayan esmerleşmesi üzerine depolamanın etkisini incelemiştir. 65, 70 ve 75 briks'teki elma suyu konsantreleri (Golden Delicious) 5, 20 ve 37° C'de; (Amasya elması) depolanmıştır. 37, 50 ve 65° C'de. Renk değişimi esmerleşme indeksi ve L, a, b renk sistemiyle belirlemişler ve suda çözünebilir kuru madde içeriğinin esmerleşmede önemsiz olduğunu tespit etmişlerdir. Golden Delicious elma suyu konsantresinde HMF düzeyi 0.52 – 963 mg/kg arasında değişmiştir. Amasya elma suyu konsantresinde ise 0.52 – 190 mg/kg olarak belirlenmiştir. HMF miktarı 5° C'de 4 ay depolamada değişmemiştir. Ancak 20° C'deki depolamanın 3. ve 4. ayın sonunda önemli artış gözlenmiştir.

Trifiro ve Landi (1962), 45° C'de 2 ay depolanan reçellerde HMF miktarının 0.25 mg/100 g'dan 29.8 mg/100 g'a çıktığını görmüştür.

Buedo ve ark.'ı (2001) depolamada şeftali suyu konsantresindeki enzimatik olmayan esmerleşmeyi araştırmıştır. 420 nm dalga boyundaki absorbansın ölçülmesiyle şeftali suyu konsantresindeki enzimatik olmayan esmerleşme üzerine briks ve depolama sıcaklığının etkisini araştırmışlardır. 12, 8, 9 briks'teki örneklerin 3, 15, 30 ve 37° C 'de depolanması incelenmiştir. Briks arttıkça esmerleşme hızı da artmıştır.

Gıdanın bileşimi HMF oluşumunda etkilidir. Elmanın yapısındaki heksozlar ve aminoasitler elma ve ürünlerinde 5-hidroksimetilfurfural oluşumuna neden olur (Toribio ve Lozano 1987).

Bozkurt ve ark.'ı (1999) pekmezdeki ve pekmezin bileşimiyle oluşturulan model sistemdeki depolamaya bağlı enzimatik olmayan esmerleşmeyi araştırmıştır. 55, 65 ve 75° C'de 10 günden fazla bekletilen örneklerdeki HMF miktarı esmer pigment oluşumu incelenmiştir. HMF ve esmer pigment miktarı pekmezde fazla model sistemde az olarak tespit edilmiştir. ( model sistem= glukoz + fruktoz + prolin +

arjinin + glutamin). Sıcaklık her ikisinde de HMF ve esmer pigment oluşumunu hızlandırmıştır.

Gentry ve Roberts (2004) glukoz, fuktoz, sakkaroz, asparajin ve malik asitle oluşturdukları model elma suyu sistemiyle (Briks=10, pH=3.8) sürekli akış sağlanmış mikrodalga sisteminde HMF oluşum kinetiğini araştırmışlardır. Bu amaçla 25, 40, 60 ve 80° C ve 5- 10 mM'lık asparajin konsantrasyonu sağlanmıştır. Sıcaklık ve asparajin konsantrasyonundaki artışın HMF miktarını artırdığı görülmüştür. Geleneksel pastörizasyon sisteminde 1.2 ppm HMF oluşurken mikrodalga pastörizasyon sisteminde 1.57 ppm HMF oluşmuştur.

Ortam asitliği arttıkça HMF oluşumu da artar (Dattatreya ve Rankin 2006). Telatar (1985a) ekşi, mayhoş ve tatlı 3 farklı elma çeşidinin (Hüryemez, Golden Delicious ve Amasya) elma suyu konsantresine işlenmesi süresince HMF oluşumunu araştırmıştır. Elmaların preslenmesinden sonra HMF bulunmadığını, en fazla HMF'nin hüryemez elma çeşidinde en az HMF'nin ise Amasya elmasında oluştuğunu belirlemiştir.

Telatar (1985b), 3 farklı elma çeşidini 50° C'de konsantreye işlemiş ve konsantratlari -18, 4, 16° C'de 9 ay depolamıştır. Depolama süresince titrasyon asitliği, indirgen şeker miktarı, pH ve HMF miktarı belirlenmiştir. Depolama ve depolama sıcaklığının artması ile HMF miktarı artmıştır. 4° C'deki artış 16° C'ye göre daha az olurken -18° C'de değişim olmamıştır. İndirgen şeker miktarında sürekli bir artış gözlemlenmiştir. Bunun nedeni ise sakarozun inversiyonudur. İndergen şeker miktarındaki artış pH değeri en fazla olan Amasya elma suyu konsantresinde en az olurken pH değeri en az olan Hüryemez elma suyu konsantresinde en fazla olmuştur.

İyonik ortamda fruktozun HMF'ye dehidrasyonu artar. Matras ve Moreau (2003), iyonik sıvıların varlığında fruktozun HMF'ye dehidrasyonunu araştırmıştır. Bu amaçla 1-bütill-3-metil imidazolium tetraflüorborat ve 1-bütill imidazolium hekzaflüorofosfat kullanılmıştır. Böylece fruktozun asit katalizli dehidrasyonu incelenmiştir. Her iki solusyonla 24 saat içinde % 80 HMF oluştuğu görülmüştür.

Aktif kömür çeşitli kaynaklardan elde edilebilmektedir. Bunlar; bitkisel hammaddenin karbonizasyonu sonucu oluşan ürünler (çam ağacından aktif kömür, söğüt ağacından aktif kömür), ön karbonizasyondan sonra yüksek sıcaklıkla gaz

aktivasyonu ile elde edilen ürünler (selüloz sülfite artıkları, eponit, purit, norit ve supronorit) ve kalsiyum karbonat ile hazırlanan aktif kömürdür (carboraffin).

Aktif kömür, elma suyu üretiminde durultmadan sonra ilave edilmekte, belirli süre elma suyu ile temasta bulunduktan sonra filtrasyon ile ayrılmaktadır. Aktif kömür ile renkte düzelme yanında bir mikotoksin olan patulin miktarında da azalma sağlanmaktadır (Kolukisa ve ark 1990).

Koyuncu ve ark. (2007)'ı yapmış oldukları çalışmada, elma suyundaki koyu renkli bileşiklerin bentonitle adsorpsiyonunu araştırmıştır. Koyu renkli bileşiklerin adsorpsiyonunda doğal, asitle aktive edilmiş ve ısıyla aktive edilmiş bentonit kullanılmıştır. Asitle aktive edilmiş bentonitin adsorpsiyon etkisi doğal ve ısıyla aktive edilenden daha fazladır. Elma suyunun renginin % 70-90 oranında iyileştirilmesi için gerekli asitle aktive edilmiş bentonit miktarının  $4.10^{-3}$  -  $8.10^{-3}$  kg /  $dm^3$  elma suyu, uygulama süresinin 300-3000 sn, sıcaklığın 42.85- 62.85 ° C olduğu tespit edilmiştir.

Villacanas ve ark. (2006)'ı yapmış oldukları çalışmada, aktif kömürün basit aromatik bileşikleri adsorpsiyonunu araştırmıştır. pH'nın ve farklı yüzey alanlarına sahip aktif kömür örneklerinin fenol, anilin ve nitrobenzeni adsorbe etmede etkisi incelenmiştir. Mikro por yüzey alanı arttıkça organik bileşiklerin adsorpsiyonun arttığı görülmüştür.

Carabasa ve ark. (1998) 'ı yapmış oldukları çalışmada, partikül büyüklüğü 0.8-1.2 mm, 3x3 mm ve 2-4 mm olan üç farklı granüler aktif karbon kullanarak durultulmuş şeftali suyundaki HMF konsantrasyonu, çözünebilir kuru madde içeriği, pH ve renkteki değişimi incelemiştir. Her üç aktif kömür uygulaması ile pH'da artış, renkte, HMF içeriğinde ve suda çözünür kuru maddede azalış olmuştur. Uygun bir meyve suyu için 10-15 dak.'lık temas süresi yeterli bulunmuştur. Optimum işleme sıcaklığı 30-50° C aralığında olduğu ve 2-4 mm partikül büyüklüğündeki granüler aktif kömürün en etkili olduğu görülmüştür.

Arslanoğlu ve ark. (2005)'ı yapmış oldukları çalışmada, 4 farklı aktif kömür dozu (0.5, 1.0, 3.0 ve 5.0 g/kg) ve 20-60° C arasında değişen sıcaklıklarda şeftali pulpundaki koyu renkli bileşiklerin adsorpsiyonunu araştırmıştır. Adsorpsiyon hızının başlangıçta yüksek olduğunu zamanla azaldığı, sıcaklık ve dozdaki artışa paralel

olarak adsorpsiyon hızının arttığı görülmüştür. İdeal bir renk elde etmek için 3 g/kg aktif kömür dozunun ve 30 dak.'lık temas süresinin yeterli olduğunu tespit etmişlerdir.

Purkoit ve ark. (2006)'ı aktif kömür kullanarak Kongo kırmızısının uzaklaştırılmasıyla ilgili bir araştırma yapmıştır. Farklı sıcaklık, pH, temas süresi ve başlangıç boya konsantrasyonunun etkisini incelemiştir. pH= 7.0'da başlangıç konsantrasyonu 50 mg/L ve 100 mg/L iken boyanın % 90'ı uzaklaştırılmıştır. Farklı konsantrasyonlarda pH=2.0'da boya adsorpsiyonunun maksimum olduğu belirlenmiştir. 50 mg/L başlangıç konsantrasyonunda 5 dak içinde % 85 adsorpsiyon elde edilmiştir. pH= 2 iken 50-200 mg/L başlangıç konsantrasyonunda adsorpsiyon % 100'e yakındır. pH=12'de % 50 başlangıç konsantrasyonunda adsorpsiyon % 87, 100 mg/L için %63, 200 mg/L için % 25'tir. Adsorpsiyon kapasitesinin sıcaklıkla arttığı, asidik pH'larda daha fazla olduğu görülmüştür. Lee ve ark. (2006)'ı, granüler aktif karbonun trinitrotoluen adsorpsiyonunda pH ve sıcaklığın etkisini araştırmıştır. 25, 40 ve 50° C ve 3.8 ve 10 pH'daki adsorpsiyon kapasiteleri incelenmiştir. Sıcaklık artışı ve pH azalışıyla adsorpsiyon kapasitesinin arttığı tespit edilmiştir.

Jin ve ark. (2006)'ı yapmış oldukları çalışmada, aktif kömürün hidrojen adsorpsiyonu özelliklerini araştırmıştır. 298 °K (25 °C)'de 100 bar'a kadar değişen basınçlarda Hindistan cevizi kabuğundan hazırlanan farklı gözenek yapısındaki aktif karbonun hidrojen adsorpsiyonu araştırılmıştır. Hidrojen adsorpsiyon kapasitesinin spesifik yüzey alanı, mikropor yüzey alanı, toplam por hacmi ve toplam mikro por hacmi gibi gözenek yapısına bağlı olduğu belirlenmiştir. Basınç arttıkça adsorpsiyon artmıştır.

### 3. MATERYAL VE METOT

#### 3.1 Materyal

Bu arařtırmada aktif kmr ve elma suyu konsantresi materyal olarak kullanılmıřtır.

##### 3.1.1 Elma Suyu Konsantresi

3 farklı elma eřidinin (Amasya, Golden Delicious, Starking) karıřımından elde edilen elma suyu konsantresi İ Anadolu Blgesi'nde Konya'nın Eređli ilesindeki ERSU A.ř.Meyve Suyu fabrikasından temin edilmiřtir. rnek analiz anına kadar -18  C'de derin dondurucuda muhafaza edilmiřtir. Analiz edilme ařamasında elma suyu konsantresi 12 briks'e ayarlanarak denemelerde kullanılmıřtır.

##### 3.1.2 Aktif Kmr

Arařtırmada toz formdaki aktif kmr Jacobi Carbons (İsve) firmasından sađlanmıřtır. Kullanılan aktif kmrn bazı zellikleri firma tarafından verilmiřtir. Bu zellikler izelge 3.1'de verilmiřtir.

izelge 3.1 Aktif Kmrn Bazı Fiziksel ve Kimyasal zellikleri

<b>Analitik zellik</b>	<b>Deđer</b>
Grnř	Siyah, toz
Toplam kl ieriđi (%)	3
Melas deđer	210
Nem(%)	<10
pH deđer	3-5
Yzey alanı (m <sup>2</sup> /g)	1250

## **3.2 Metod**

### **3.2.1 Analiz Metotları**

Örneklere tüm analizler elma suyu konsantre örneklerinin briks'i 12'ye ayarlanmış ve analizler bu örneklerde yürütülmüştür.

#### **3.2.1.1 Hidroksimetilfurfural (HMF) Tayini**

HMF'nin barbütirik asit ve p-toluidin ile oluşturduğu rengin absorbansının 550 nm dalga boyunda ölçümüne dayanan spektrofotometrik yöntem bu analizde uygulanmıştır (Çağlarımak, 2006). Hesaplama standart HMF'den (sigma H 9877.5, hidroksimetil-2-furaldehit) 4-20 mg/L arasında bir seri standart çözelti hazırlanmış ve elma suyu konsantresi örneklerine uygulanan işlemlerin aynısı tekrarlanarak standart eğri hazırlanmıştır. Hazırlanan eğriden yararlanılarak HMF miktarı belirlenmiştir.

#### **3.2.1.2 Toplam Fenolik Madde Tayini**

Elma suyu örneklerinin fenolik madde miktarı Folin-Ciocalteu yöntemine göre yapılmıştır (Spanos ve ark 1990, Spanos ve Worlstad 1992, Akbulut ve Artık 2002).

#### **3.2.1.3 Titrasyon Asitliği ve pH Değeri Tayini**

Titrasyon asitliği tayini için elma suyu örneklerinden yaklaşık 3 g alınarak uygun oranda seyreltilmiş ve pH 8.1'e gelinceye kadar ayarlı 0.1 N NaOH çözeltisi ile

titre edilmiştir. Örneklerdeki titrasyon asitliği, harcanan baz miktarına göre malik asit cinsinden hesaplanmıştır (Cemeroğlu 1992).

pH değerleri ise 20° C’de WTW InoLab model dijital pH metre ile belirlenmiştir. Elma suyu konsantreleri damıtık su ile yaklaşık 1/2- 1/3 oranında sulandırılmış ve pH değeri bu çözelti içinde saptanmıştır (Cemeroğlu 1992).

#### **3.2.1.4 Çözünür Kuru Madde Tayini**

Elma suyu konsantrelerinde çözünür kuru madde Atago HSR-500 (Japonya) marka refraktometre ile 20° C’de gerçekleştirilmiştir (Anonymous 1968).

#### **3.2.1.5. Elektriksel Kondüktivite Tayini**

Elma suyu konsantresinin elektrokondüktivitesini belirlemek amacıyla örnekler 12 briks’e seyreltikten sonra uygun bir elektro kondüktivimetre (WTW, TetraCond-Germany) ile 25° C’de belirlenmiştir (AOAC 1990).

#### **3.2.1.6 Toplam İvert Şeker Tayini**

Toplam şeker tayini için “Lane-Eynon” yöntemi uygulanmıştır (Cemeroğlu 1992).

#### **3.2.1.7 Reflektans Renk Tayini**

Elma suyu örneklerinin rengi briks’i 12’ye ayarlandıktan sonra reflektans spektrometresi kullanılarak belirlenmiştir. Bu amaçla, L\*, a\* ve b\* renk değerleri

ölçülerek,  $C^*$  (Chroma) ve  $h^o$  (Hue) renk değerleri de  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri kullanılarak aşağıdaki eşitlik (1) ve (2)'ye göre hesaplanmıştır (Rattanathanalerk ve ark 2004).

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (1)$$

$$h^o = \arctan (b^*/a^*) \quad (2)$$

### 3.2.1.8 Viskozite Tayini

Elma suyu konsantrelerinin vizkoziteleri, AND marka SV-10 ve SV-100 model vibro viskozimetre ile mPa.s cinsinden belirlenmiştir.

### 3.2.1.9 Transmittans Renk ve Berraklık Tayini

Elma suyu örneklerinin briksi 12'ye ayarlandıktan sonra renk ve berraklığı Shimadzu, ultraviolet-visible (UV) 160-A model spektrofotometresinde belirlenmiştir. Bu amaçla renk için 440 nm ve berraklık için ise 620 nm dalga boyun kullanılarak transmittans (%) değerleri saptanmıştır (Akbulut 1995).

### 3.2.1.10 Mineral Madde Tayini

0.3-0.5 g elma suyu alınarak üzerine 5 ml saf  $HNO_3$  ilave edilmiş ve örnekler MARS mikrodalga fırınında 200 °C'de yakılmıştır. Çözelti belirli bir hacme kadar suyla seyreltilerek hazırlanan konsantrasyonlar ICP-OES (Inductively Coupled



Plasma Optic Emission Spectrometer) cihazında okunarak mineraller belirlenmiştir. (Akbulut ve Özcan, 2007).

ICP-AES'in çalışma şartları:

Cihaz	: ICP-AES (Varian-Vista)
RF Güç	: 07-1.5 kw (1.2-1.3 kw Axial)
Plazma gaz akış oranı (Ar)	: 10.5-15 L/d (radyal) : 15 L/d (Axial)
Auxiliary gaz akış oranı (Ar)	: 1.5 L/d
Algılama yüksekliği	: 5-12 mm
Kopya etme ve okuma süresi	: 1-5 s (max 60 s)
Kopya etme	: 3 s (max 100 s)

### 3.2.1.11 İstatistiksel Analizler

Araştırma, tesadüf parselleri 3 x 3 x 4 faktöriyel deneme modeline göre düzenlenmiştir. 3 aktif kömür dozu, 3 uygulama süresi ve 4 farklı sıcaklık faktör olarak kullanılmıştır.

Araştırma sonuçları varyans analiziyle değerlendirilmiş (Minitab 1991) ve gruplar arasındaki farklılıklar Duncan çoklu karşılaştırma testiyle (Mstat C 1980) tespit edilmiştir (Düzgüneş ve ark. 1987).

### 3.2.1. Elma Suyu Konsantresi Örneklerinde Aktif Kömür Uygulaması

Hidroksimetilfurfuralin aktif kömür ile azaltılmasına ait deneylerde elma suyu konsantresi 12 briks'e seyreltilmiş, bu örneklerde aktif kömür miktarı, sıcaklık ve uygulama süresinin HMF miktarına olan etkisi incelenmiştir. Toz aktif kömür 22, 30, 40 ve 50° C'de her sıcaklık için 0.5-1.0- 3.0 g/l konsantrasyonlarda 5, 15 ve 30 dak.

süre uygulaması sonucu elde edilen elma suyu örneklerine HMF ile birlikte belirlenmiş diğer fiziksel ve kimyasal analizler uygulanmıştır.

#### 4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

##### 4.1 Elma Suyunun Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Elma suyu konsantresininin 12 briks'e seyreltikten sonra yapılan analitik analiz ve sonuçları Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Elma Suyunun Bazı Fiziksel, Kimyasal ve Mineral Özellikleri

<b>Analitik özellik</b>	<b>Değer</b>
HMF (mg/l)	3.31±1.00
Fenolik madde (mg/l)	265.96±0.39
Titrasyon asitliği (%)	0.26±0.00
pH	4.02±0.03
Briks	11.90±0.36
L*	16.22±0.13
a*	9.00±0.14
b*	1.42±0.15
<i>h</i>	2.86±2.49
<i>C</i>	9.11±0.16
Elektriksel kondüktivite (µS/cm)	2.54±0.03
Toplam şeker (%)	10.93±0.15
Viskozite( mPa.s)	1.64±0.01
Al (mg/l)	4.89 ± 0.42
As (mg/l)	1.99 ± 0.12
B (mg/l)	5.04 ± 1.22
Ba (mg/l)	1.55 ± 0.24
Ca (mg/l)	5.71 ± 1.34
Co (mg/l)	0.13 ± 0.02
Fe (mg/l)	1.31 ± 0.08
Ga (mg/l)	0.31 ± 0.01
K (mg/l)	194.92 ± 12.42
Li (mg/l)	0.13 ± 0.02
Mg (mg/l)	1.97 ± 0.41
Na (mg/l)	133.75 ± 12.24
Ni (mg/l)	0.14 ± 0.00
Tl (mg/l)	0.31 ± 0.01
Zn(mg/l)	0.78 ± 0.28

#### 4.2 Hidroksimetilfurfural (HMF) miktarının deęişimi

Varyans analizi sonuçlarına göre HMF miktarı üzerine tüm faktörler  $p < 0.05$  düzeyinde etkili olmuştur (Çizelge 4.3). Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre sıcaklık x doz interaksiyonunun HMF adsorpsiyonunu etkilediđi sıcaklık x süre, süre x doz, sıcaklık x süre x doz interaksiyonlarının ise etkilemediđi görülmüştür (Çizelge 4.4). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun HMF miktarındaki azalmaya etkisi Şekil 4.1’de gösterilmektedir.

Hidroksimetilfurfural miktarı kontrol örneğinde 3.31 mg/l’dir. Kadakal ve ark. (2002)’ı yaptıkları çalışmada elma suyunda 15.6 mg/kg, Akbulut ve ark. (1996)’ı ise elma suyu konsantresinde 0.307-7.507 mg/l HMF tespit etmiştir. Babsky ve ark. (1986)’ı, 100 gün 37° C’de depolanmış elma suyu konsantresinin HMF içeriđini 44 g/kg olarak belirlemiştir.

Aktif kömür uygulanmaksızın 30, 40 ve 50°C’ye kadar ısıtılan 12 brikse seyreltilmiş elma suyunun HMF içeriđi 30°C’de deđişmezken 40 ve 50°C’de arttığı görülmüştür. Hidroksimetilfurfural miktarındaki deđişim Çizelge 4.2’de verilmiştir. Sıcaklığın Maillard reaksiyonunu ve asit katalizli şeker parçalanma hızını artırması HMF’deki artışın nedeni olarak düşünölmektedir.

En yüksek HMF içeriđi 3.42 mg/l ile 50 ° C’de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde en az HMF içeriđi 1.81 mg/l ile 22 ° C’de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

HMF miktarındaki en fazla azalma % 46.3 ile 40 ° C’de 3 g/l aktif kömür dozu, 15 dak. uygulama süresinde en düşük azalma ise % 5.1 ile 22 ° C’de 0.5 g/l aktif kömür dozu, 5 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir. 40 ° C’de yapılan tüm uygulamalarda HMF miktarındaki azalma oranı diđerlerinden daha fazladır.

Kadakal ve ark. (2002)’ı, aktif kömür uygulanan elma sularında HMF’nin azalmasında uygulama süresinin önemli olmadığını ancak aktif kömür dozunun artışıyla HMF adsorpsiyonunun arttığını belirlemiştir. Uygulamanın ilk 5 dakika’sında maksimum adsorplamanın gerçekleştiđini ve zamanla yavaşladığını tespit etmişlerdir.

Artık ve ark. (1995)’ı, aktif kömür uygulamasıyla elma suyundaki HMF’nin 80.4 mg/l’den 24.9 mg/l’ye kadar azaltılabileceđini tespit etmişlerdir.

Çizelge 4.2. Aktif kömür uygulanmış elma suyu konsantresindeki HMF değişimi

Sıcaklık (°C)	Aktif Kömür Dozu (g/l)	Süre (dak.)	HMF (mg/l)	Fark* (mg/l)	Azalma (%)
22	Kontrol		3.31 ± 1.00		
	0.5	5	3.14 ± 0.73	0.17	5.1
		10	3.13 ± 0.79	0.18	5.6
		15	3.10 ± 0.76	0.21	6.5
	1	5	2.85 ± 0.65	0.47	14.2
		10	2.72 ± 0.70	0.60	18.0
		15	2.48 ± 0.55	0.83	25.0
	3	5	1.91 ± 0.50	1.41	42.4
		10	1.89 ± 0.37	1.43	43.0
15		1.81 ± 0.45	1.50	45.4	
30	0.5	5	3.15 ± 0.74	0.17	5.0
		10	3.01 ± 0.83	0.31	9.2
		15	2.87 ± 0.65	0.45	13.5
	1	5	2.79 ± 0.64	0.53	16.0
		10	2.66 ± 0.56	0.66	19.8
		15	2.56 ± 0.76	0.75	22.8
	3	5	2.13 ± 0.37	1.18	35.7
		10	2.05 ± 0.52	1.26	38.1
		15	2.03 ± 0.37	1.28	38.7
40	Kontrol		3.63 ± 1.03		
	0.5	5	3.26 ± 0.71	0.37	10.1
		10	3.18 ± 0.76	0.44	12.2
		15	3.00 ± 0.72	0.63	17.3
	1	5	2.86 ± 0.73	0.77	21.1
		10	2.74 ± 0.62	0.88	24.4
		15	2.66 ± 0.59	0.96	26.5
	3	5	2.52 ± 0.58	1.10	30.5
		10	2.31 ± 0.42	1.32	36.3
15		1.95 ± 0.56	1.68	46.3	
50	0.5	5	3.42 ± 0.74	0.20	5.6
		10	3.31 ± 0.71	0.32	8.8
		15	3.30 ± 0.73	0.33	9.0
	1	5	2.87 ± 0.64	0.76	20.9
		10	2.72 ± 0.61	0.90	24.9
		15	2.59 ± 0.51	1.04	28.7
	3	5	2.49 ± 0.49	1.13	31.2
		10	2.35 ± 0.44	1.28	35.2
		15	2.15 ± 0.53	1.48	40.7

\* Kontrol örneği ile işlem uygulanmış örnek arasındaki fark

Çizelge 4.3. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Hidroksimetilfurfural Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları

Varyasyon Kaynağı	HMF (mg/l)		
	S.D	K.O	F.
<b>Sıcaklık</b>			
(A)	3	1.88	4.8**
<b>Doz</b>			
(B)	2	50.48	129.29**
<b>Süre</b>			
(C)	2	2.79	7.15**
<b>A * B</b>			
(sıcaklık*doz)	6	0.59	1.5**
<b>A * C</b>			
(sıcaklık*süre)	6	0.08	0.21ns
<b>B * C</b>			
(doz*süre)	4	0.05	0.14ns
<b>A * B * C</b>			
(sıcaklık*doz*süre)	12	0.11	0.29ns
<b>Hata</b>	540	0.39	

\*\* P<0.05seviyesinde önemlidir.

ns: önemsiz.

Çizelge 4.4. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan HMF Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi Sonuçları (P<0.05)

Faktör		N	HMF (mg/l)
<b>Sıcaklık</b>	22 °C	144	2.56c
	30 °C	144	2.58c
	40 °C	144	2.72b
	50 °C	144	2.80a
<b>Aktif Kömür Dozu</b>	0,5 g/l	192	3.16a
	1 g/l	192	2.71b
	3 g/l	192	2.13c
<b>Süre</b>	5 dak.	192	2.78a
	10 dak.	192	2.67b
	15 dak.	192	2.54c

\* Aynı harfle işaretlenen ortalamalar istatistiksel olarak birbirinden farklıdır.

N: materyal sayısı

### 4.3 Toplam Fenolik Madde

Aktif kömür uygulamasının toplam fenolik madde miktarında meydana getirdiği değişim Çizelge 4.5'te yer almaktadır. Varyans analiz sonuçlarına göre toplam fenolik madde adsorpsiyonu üzerine tüm faktörler etkili olmuştur ( $p < 0.05$ ) (Çizelge 4.6). Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sıcaklık x doz, sıcaklık x süre, süre x doz, sıcaklık x süre x doz interaksiyonlarının toplam fenolik madde adsorpsiyonunu etkilediğini göstermektedir (Çizelge 4.7). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun toplam fenolik madde üzerindeki değişime etkisi Şekil 4.2'de gösterilmektedir.

Toplam fenolik madde miktarı kontrol örneğinde 265.96 mg/l'dir. Gardner ve ark. (2002)'ı elma suyunun fenolik madde içeriğinin  $339 \pm 43$  mg/kg olarak belirlemişlerdir.

En yüksek toplam fenolik madde miktarı 211.42 mg/l ile  $22^\circ \text{C}$ 'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde, en az toplam fenolik madde içeriği ise 67.76 mg/l ile  $30^\circ \text{C}$ 'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

Fenolik madde miktarındaki en fazla azalma oranı %74.5 ile  $30^\circ \text{C}$ 'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde en az azalma oranı ise % 20.5 ile  $22^\circ \text{C}$ 'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

Bu sonuçlar aktif kömür uygulamasının antibesinsel faktör olarak HMF'yi düşürürken besinsel olarak önemli olan toplam fenolik madde içeriğini de azalttığını göstermektedir. Bu bakımdan  $22^\circ \text{C}$ 'deki uygulama en optimal norm olarak kabul edilebilir.

### 4.4 pH

Varyans analizi sonuçları ve Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun pH üzerine etkisi belirlenmemiştir (Çizelge 4.9, Çizelge 4.10).

Çizelge 4.5. Aktif kömür uygulanmış elma suyu konsantresindeki toplam fenolik madde (TFM) değişimi

Sıcaklık (°C)	Aktif Kömür Dozu (g/l)	Süre (dak.)	Toplam Fenolik Madde (mg/l)	Fark* (mg/l)	Azalma (%)	
22	Kontrol		265.96 ± 0.39			
	0.5	5	211.42 ± 0.77	54.54	20.5	
		10	208.43 ± 0.69	57.53	21.6	
		15	204.70 ± 1.57	61.26	23.0	
	1	5	183.18 ± 1.77	82.78	31.1	
		10	159.16 ± 4.43	106.80	40.2	
		15	147.36 ± 1.28	118.60	44.6	
	3	5	101.73 ± 3.61	164.23	61.7	
		10	95.63 ± 2.43	170.33	64.0	
		15	80.41 ± 0.59	185.56	69.8	
	30	0.5	5	202.54 ± 3.69	63.42	23.8
			10	197.54 ± 5.75	68.42	25.7
15			195.81 ± 4.72	70.15	26.4	
1		5	152.16 ± 6.71	113.80	42.8	
		10	143.50 ± 5.17	122.46	46.0	
		15	138.89 ± 7.00	127.07	47.8	
3		5	82.82 ± 3.04	183.14	68.9	
		10	80.36 ± 2.65	185.60	69.8	
		15	67.76 ± 0.22	198.20	74.5	
40		0.5	5	202.47 ± 2.52	63.49	23.9
			10	178.23 ± 5.23	87.73	33.0
			15	195.02 ± 0.92	70.94	26.7
	1	5	170.55 ± 4.62	95.41	35.9	
		10	155.46 ± 1.86	110.50	41.5	
		15	137.55 ± 0.54	128.41	48.3	
	3	5	91.92 ± 0.96	174.04	65.4	
		10	88.79 ± 0.85	177.17	66.6	
		15	76.87 ± 1.19	189.09	71.1	
	50	0.5	5	201.40 ± 0.91	64.56	24.3
			10	171.66 ± 7.99	94.30	35.5
			15	199.73 ± 0.59	66.23	24.9
1		5	154.76 ± 0.36	111.20	41.8	
		10	152.62 ± 0.74	113.34	42.6	
		15	150.73 ± 3.27	115.23	43.3	
3		5	84.47 ± 0.53	181.49	68.2	
		10	76.12 ± 2.51	189.84	71.4	
		15	71.87 ± 0.89	194.09	73.0	

\* Kontrol örneği ile işlem uygulanmış örnek arasındaki fark



Çizelge 4.6. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Toplam Fenolik Madde Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları

Varyasyon Kaynağı	Toplam Fenolik Madde (mg/l)		
	S.D	K.O	F.
<b>Sıcaklık</b>			
(A)	3	1152	113.2**
<b>Doz</b>			
(B)	2	121538.9	11942.84**
<b>Süre</b>			
C	2	2624.8	257.92**
<b>A * B</b>			
(sıcaklık*doz)	6	152.6	14.99**
<b>A * C</b>			
(sıcaklık*süre)	6	108	10.61**
<b>B * C</b>			
(doz*süre)	4	76.2	7.49**
<b>A * B * C</b>			
(sıcaklık*doz*süre)	12	84.2	8.27**
<b>Hata</b>	72	10.2	

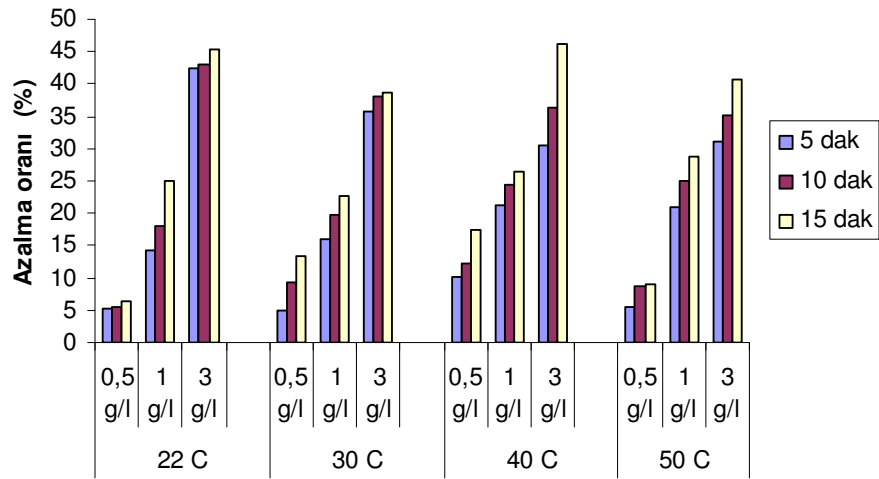
\*\*P< 0.05 seviyesinde önemlidir.

Çizelge 4.7. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Toplam Fenolik Madde Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi (P<0.05)

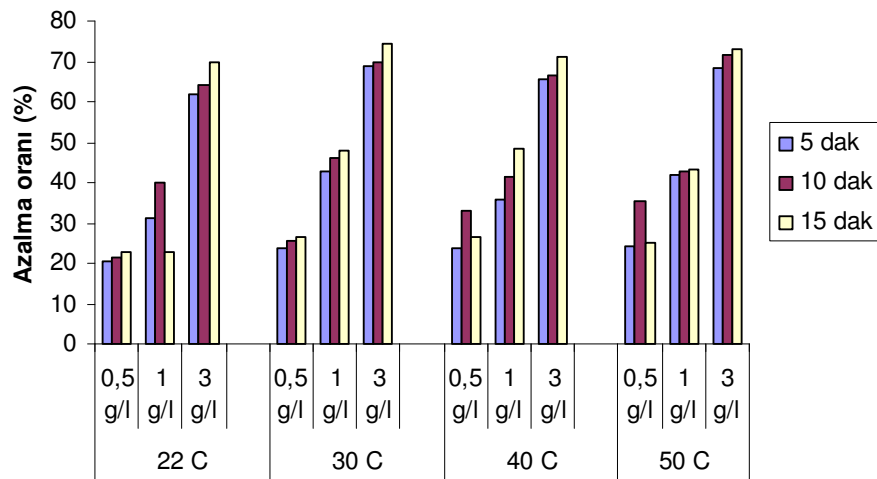
Faktör		N	Toplam Fenolik Madde (mg/l)
<b>Sıcaklık</b>	22 °C	27	154.67a
	30 °C	27	140.15c
	40 °C	27	144.09b
	50 °C	27	141.78c
<b>Aktif Kömür Dozu</b>	0.5 g/l	36	198.47a
	1 g/l	36	153.28b
	3 g/l	36	83.23c
<b>Süre</b>	5 dak.	36	153.28a
	10 dak.	36	145.98b
	15 dak.	36	136.26c

\* Aynı harfle işaretlenen ortalamalar istatistiksel olarak birbirinden farksızdır.

N: materyal sayısı



Şekil 4.1 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının HMF’de meydana getirdiği azalmanın karşılaştırılması



Şekil 4.2 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının toplam fenolik madde içeriğinde meydana getirdiği azalmanın karşılaştırılması

Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonları pH'yı etkilememiştir. Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun pH'ya etkisi Şekil 4.3'de gösterilmektedir. Bu sonuçlar 22° C üzerindeki sıcaklıkların önemli etkisinin olmadığını göstermektedir.

pH değeri kontrol örneğinde 4.02'dir. Eisele ve ark. (2005)'ı, 175 elma çeşidinden elde ettikleri elma sularının pH'sının 3.71 - 4.24 arasında değiştiğini tespit etmişlerdir. Youn ve ark. (2004)'ı yaptıkları çalışmada 60 dak 20 ° C'de 10 g/l aktif kömür uygulaması ile elma suyunun pH'sının değişmediğini tespit etmişlerdir.

Elma suyunun pH'sında çözünmüş halde bulunan H<sup>+</sup> iyonu konsantrasyonu etkilidir. pH'da değişim gözlenmemesi H<sup>+</sup> iyonu konsantrasyonunda belirgin bir azalmanın olmamasından kaynaklanabilir. Titrasyon asitliğinde görülen düşük düzeydeki azalma göz önünde bulundurulacak olursa H<sup>+</sup> iyonu konsantrasyonunun pH'yı etkileyecek kadar adsorbe edilmediği söylenebilir.

#### 4.5 Titrasyon Asitliği

Aktif kömür uygulanmış örneklerin titrasyon asitliği değerleri Çizelge 4.8'de yer almaktadır. Varyans analizi sonuçlarına göre aktif kömür dozunun titrasyon asitliğine etkisi vardır (p<0.05). Sıcaklık ve sürenin önemli düzeyde etkisi yoktur (Çizelge 4.9). Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz interaksiyonunun titrasyon asitliğini etkilemediği görülmüştür (Çizelge 4.10). En düşük titrasyon asitliği değeri 50 °C'de 3 g/l aktif kömür dozunda elde edilmiştir. Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun titrasyon asitliği miktarındaki değişime olan etkisi Şekil 4.4'de gösterilmektedir. Aktif kömür uygulaması ile elma suyunun asitlik düzeyinde azalmalar olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bulgular Youn ve ark. (2004)'nın yaptığı çalışmayla benzerlik göstermektedir. Youn ve ark. (2004)'ı titrasyon asitliği % 0.31 olan elma suyuna 60 dak 20° C'de 10 g/l aktif kömür uygulanması sonrasında titrasyon asitliği % 0.30'a düştüğünü belirlemişlerdir.

Elma suyunun titrasyon asitliđi çođunlukla malik asitten oluşmakla birlikte quinik, sitrik ve izositrik asitte yapıda mevcuttur (Eisele ve Drake 2005). Akbulut ve ark. (1996)'ı yaptıkları çalışmada aktif kömür uygulaması ile elma suyunda bulunan malik asidin önemli ölçüde azalttığı kaydetmiştir.

Buna bađlı olarak titrasyon asitliđindeki bu azalma titrasyon asitliđini oluşturan organik asitlerin azalmasından kaynaklanabileceđi söylenebilir.

#### **4.6 Briks**

Varyans analiz sonuçlarına göre briks üzerine sıcaklık ve doz etkili olmakla beraber ( $P < 0.05$ ), sürenin etkili olmadığı görülmüştür (Çizelge 4.9). Duncan çoklu karşılaştırma testine göre sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz interaksiyonunun briks üzerinde etkili olmadığı belirlenmiştir (Çizelge 4.10). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun briks deđeri üzerindeki etkisi Şekil 4.5'de gösterilmektedir. En düşük briks deđeri 10.90 ile 50° C'de bulunmuştur. Aktif kömür uygulanması ile elma suyunun suda çözünür kuru maddesinde de azalmalar olduğu belirlenmiştir.

Kontrol örneğinin suda çözünür kuru maddesi (Briks) 11.90'dır (Çizelge 4.8). Eisele ve ark. (2005)'ı elma suyu briks'inin 10.26-21.62 arasında deđiştiđini vurgulamıştır.

Elma suyunun suda çözünen kuru maddesini şekerler, asitler, fenolik bileşikler, HMF, mineral maddeler gibi suda çözünen bileşikler oluşturur. Aktif kömür uygulamasıyla mineral maddeler dışında suda çözünen bu bileşiklerin tümünde azalma gerçekleşmiştir. Briks'teki azalmanın nedeni aktif kömürün bu bileşikleri adsorbe etmesi ve filtrasyon sonrasında aktif kömürle uzaklaştırılması olabilir.

#### **4.7. Elektriksel Kondüktivite**

Varyans analiz sonuçlarına göre aktif kömür dozu elektriksel kondüktivite üzerine etkili olmuştur ( $P < 0.05$ ). Sıcaklık ve süre etkili olmamıştır (Çizelge 4.9).

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre sıcaklık x süre interaksyonu elektriksel kondüktiviteyi etkilemektedir. Ancak sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x doz x süre interaksyonları etkili olmamıştır (Çizelge 4.10). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun elektriksel kondüktivite üzerindeki değişime olan etkisi Şekil 4.6'da görülmektedir.

Kontrol örneğinin elektriksel kondüktivitesi 2.54  $\mu\text{s/cm}$ 'dir. Aktif kömür uygulanmış örneklerin elektriksel kondüktivite değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir.

Elma suyunun elektriksel kondüktivite değeri çözünmüş tuz konsantrasyonuna bağlıdır. Tuz konsantrasyonu azaldıkça elektriksel kondüktivite değeri de azalmaktadır. Elma suyunun en fazla bulunan iyonlar fosfat, sülfat ve klorürdür. Aktif kömür uygulamasıyla elma suyunun elektriksel kondüktivite değerinin azalması çözünmüş iyonların adsorbe edilerek uzaklaştırılmasından kaynaklanabilir. Suda çözünen kuru maddede meydana gelen azalma elektriksel kondüktivitede de azalma olacağını gösterir. Aktif kömür uygulaması ile suda çözünen kuru madde içeriğinde ve buna bağlı olarak elektriksel kondüktivite değerinde azalma gözlenmiştir.

#### **4.8. Toplam İvert Şeker**

Varyans analiz sonuçlarına göre sıcaklık toplam invert şeker üzerine etkili olurken ( $p < 0.05$ ), süre ve dozun etkisi olmadığı belirlenmiştir (Çizelge 4.9). Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksyonunun toplam invert şeker içeriğini etkilemediği görülmüştür (Çizelge 4.10). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun invert şeker üzerindeki değişime etkisi Şekil 4.7'de gösterilmektedir.

En düşük değer % 10.53 ile 30° C'de 1 g/l aktif kömür dozunda 10 dak. uygulama süresinde, en yüksek değer ise 22° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

Yapılan bu çalışmada toplam invert şeker miktarında en düşük azalma %0.92 ile 22 °C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 10 dak. uygulaması ile elde edilirken, en

fazla azalma % 3.64 ile 30 °C'de 1g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulaması ile elde edilmiştir. Youn ve ark. (2004)'ı, 20 °C'de 60 dak. % 1 aktif kömür uygulanan elma suyunun toplam şeker oranının % 8.16 oranında azaldığını tespit etmişlerdir. Aktif kömürün şekerdeki değişime etkisi sınırlı kaldığı bulgularla tespit edilmiştir.

Kontrol örneğinin toplam invert şeker miktarı % 10.93'dür. Youn ve ark. (2004)'ı, elma suyunda toplam şeker içeriğini % 12.9 olarak belirlemiştir. Aktif kömür uygulanmış örneklerin toplam invert şeker içerikleri Çizelge 4.8'de yer almaktadır.

Elma suyunun şeker içeriğindeki azalmanın adsorpsiyondan ve şekerlerin parçalanmasından kaynaklandığı düşünülebilir. HMF miktarındaki değişim de göz önünde bulundurulduğunda 22 ve 30° C'deki azalmanın nedeninin aktif kömürün şekerleri adsorbe etmesinden, 40 ve 50° C'deki azalmanın ise şekerlerin parçalanması ve adsorpsiyonla uzaklaştırmadan kaynaklandığı söylenebilir.

#### 4.9. Renk Parametreleri ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ , $h$ , $C$ )

Varyans analiz tablosuna göre sıcaklık, süre, aktif kömür dozu  $L^*$  değerinde etkili olmuştur ( $p < 0.05$ ) (Çizelge 4.12). Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonlarının  $L^*$  değerini etkilediği görülmüştür (Çizelge 4.13). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun  $L^*$  değeri üzerindeki değişime etkisi Şekil 4.8'de gösterilmektedir.

$L^*$  değeri örneğin parlaklığını verir ve 0-100 arasında değişir. 0 değeri siyah, 100 değeri beyazı gösterir.

Kontrol örneğinin  $L^*$  değeri 16.22'dir. Aktif kömür uygulanmış örneklerin  $L^*$  değeri Çizelge 4.11'de yer almaktadır. En yüksek  $L^*$  değeri 50° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak uygulama süresinde, en düşük  $L^*$  değeri ise 30° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak uygulama süresinde elde edilmiştir. Aktif kömürün uygulanma süresi ve konsantrasyonu arttıkça  $L^*$  değerinin de arttığı görülmektedir.  $L^*$  değerinin artışıyla elma suyunda berraklığın daha da arttığı görülmüştür.

Çizelge 4.8. Aktif Kömür Uygulanmış Elma Suyu Konsantresinin Bazı Kimyasal Özelliklerindeki Değişim

Sıcaklık (°C)	Aktif Kömür Dozu (g/l)	Süre (dak.)	pH	Titrasyon Asitliği (%)	°Briks	E.C. (µS/cm)	Toplam İvert Şeker (%)	
22	Kontrol		4.02 ± 0.03	0.26 ± 0.00	11.90 ± 0.36	2.54 ± 0.03	10.93 ± 0.15	
		0.5	5	4.03 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.60 ± 0.61	2.51 ± 0.03	10.77 ± 0.25
			10	4.05 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.60 ± 0.17	2.51 ± 0.04	10.83 ± 0.21
	15		4.03 ± 0.02	0.25 ± 0.00	11.70 ± 0.36	2.56 ± 0.04	10.77 ± 0.15	
	1	5	4.04 ± 0.03	0.25 ± 0.00	11.60 ± 0.27	2.56 ± 0.03	10.80 ± 0.10	
		10	4.02 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.60 ± 0.44	2.56 ± 0.04	10.70 ± 0.10	
		15	4.02 ± 0.03	0.24 ± 0.00	11.50 ± 0.52	2.53 ± 0.01	10.67 ± 0.12	
	3	5	4.03 ± 0.02	0.23 ± 0.01	11.30 ± 0.46	2.60 ± 0.04	10.63 ± 0.15	
		10	4.04 ± 0.01	0.23 ± 0.01	11.40 ± 0.27	2.52 ± 0.01	10.63 ± 0.06	
		15	4.02 ± 0.04	0.23 ± 0.01	11.30 ± 0.53	2.58 ± 0.01	10.60 ± 0.10	
	30	0.5	5	4.03 ± 0.02	0.25 ± 0.00	11.50 ± 0.36	2.50 ± 0.07	10.67 ± 0.12
			10	4.03 ± 0.02	0.25 ± 0.00	11.60 ± 0.44	2.58 ± 0.01	10.67 ± 0.06
15			4.04 ± 0.02	0.25 ± 0.00	11.50 ± 0.46	2.58 ± 0.03	10.60 ± 0.10	
1		5	4.05 ± 0.02	0.25 ± 0.01	11.42 ± 0.20	2.59 ± 0.01	10.53 ± 0.06	
		10	4.05 ± 0.03	0.24 ± 0.00	11.40 ± 0.27	2.57 ± 0.01	10.57 ± 0.06	
		15	4.05 ± 0.01	0.24 ± 0.00	11.40 ± 0.36	2.50 ± 0.08	10.67 ± 0.06	
3		5	4.05 ± 0.02	0.23 ± 0.00	11.25 ± 0.40	2.47 ± 0.01	10.60 ± 0.10	
		10	4.06 ± 0.03	0.23 ± 0.00	11.25 ± 0.23	2.59 ± 0.01	10.60 ± 0.10	
		15	4.07 ± 0.05	0.23 ± 0.13	11.20 ± 0.35	2.41 ± 0.07	10.67 ± 0.06	
40		0.5	5	4.06 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.40 ± 0.27	2.52 ± 0.03	10.57 ± 0.21
			10	4.06 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.50 ± 0.27	2.58 ± 0.01	10.63 ± 0.06
			15	4.05 ± 0.07	0.25 ± 0.00	11.40 ± 0.10	2.49 ± 0.06	10.63 ± 0.06
	1	5	4.06 ± 0.05	0.25 ± 0.00	11.30 ± 0.27	2.55 ± 0.07	10.67 ± 0.15	
		10	4.05 ± 0.02	0.25 ± 0.00	11.30 ± 0.27	2.56 ± 0.01	10.57 ± 0.06	
		15	4.05 ± 0.03	0.24 ± 0.01	11.40 ± 0.27	2.58 ± 0.06	10.70 ± 0.10	
	3	5	4.06 ± 0.04	0.23 ± 0.00	11.20 ± 0.27	2.54 ± 0.03	10.63 ± 0.06	
		10	4.06 ± 0.04	0.23 ± 0.00	11.20 ± 0.27	2.59 ± 0.03	10.63 ± 0.15	
		15	4.05 ± 0.04	0.23 ± 0.00	11.10 ± 0.27	2.56 ± 0.11	10.57 ± 0.06	
	50	0.5	5	4.04 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.40 ± 0.17	2.57 ± 0.03	10.57 ± 0.15
			10	4.05 ± 0.04	0.25 ± 0.00	11.30 ± 0.36	2.46 ± 0.06	10.57 ± 0.06
			15	4.05 ± 0.05	0.25 ± 0.00	11.30 ± 0.17	2.59 ± 0.01	10.57 ± 0.06
1		5	4.05 ± 0.04	0.24 ± 0.01	11.30 ± 0.10	2.53 ± 0.04	10.67 ± 0.06	
		10	4.05 ± 0.06	0.24 ± 0.00	11.20 ± 0.36	2.63 ± 0.07	10.60 ± 0.10	
		15	4.03 ± 0.05	0.24 ± 0.00	11.30 ± 0.36	2.59 ± 0.04	10.63 ± 0.21	
3		5	4.05 ± 0.06	0.23 ± 0.02	10.90 ± 0.17	2.56 ± 0.04	10.60 ± 0.10	
		10	4.05 ± 0.03	0.22 ± 0.02	11.00 ± 0.27	2.46 ± 0.06	10.57 ± 0.06	
		15	4.07 ± 0.03	0.22 ± 0.01	10.90 ± 0.10	2.45 ± 0.08	10.63 ± 0.06	

Çizelge 4.9. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Kimyasal Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları

Varyasyon Kaynağı	pH			Asitlik (%)		°Briks		E.C (µS/cm)		T.İnvert Şeker (%)	
	S.D	K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.
<b>Sıcaklık (A)</b>	3	0.003	2.18ns	0.00	0.15ns	0.46	4.39**	0.00	0.67ns	0.07	5.01**
<b>Doz (B)</b>	2	0.001	0.5ns	0.00	5.79**	0.93	8.93**	0.01	3.49**	0.02	1.19ns
<b>Süre (C)</b>	2	0.000	0.07ns	0.00	0.08ns	0.02	0.2ns	0.00	0.68ns	0.00	0.11ns
<b>A * B</b>	6	0.001	0.41ns	0.00	0.04ns	0.02	0.17ns	0.01	2.68ns	0.02	1.69ns
<b>A * C</b>	6	0.000	0.21ns	0.00	0.00ns	0.01	0.12ns	0.01	2.37**	0.01	0.39ns
<b>B * C</b>	4	0.000	0.24ns	0.00	0.00ns	0.03	0.31ns	0.00	1.55ns	0.01	0.63ns
<b>A * B * C</b>	12	0.000	0.14ns	0.00	0.00ns	0.01	0.11ns	0.01	2.62**	0.01	0.49ns
<b>Hata</b>	72	0.001	-	0.00	-	0.10	-	0.00	-	0.01	-

\*\* P<0.05 seviyesinde önemli.

ns: önemsiz.

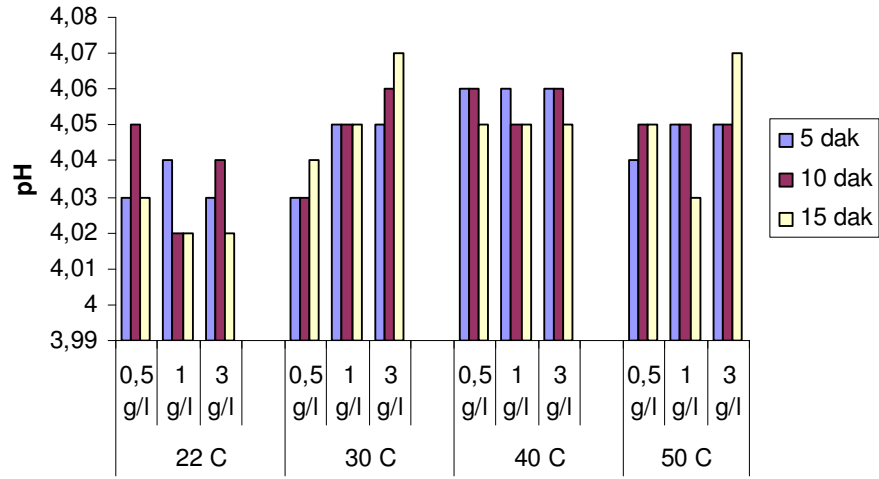
Çizelge 4.10. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Kimyasal Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi (P<0.05)

Faktör	N	pH	Asitlik (%)	°Briks	EC (µS/cm)	T.İnvert Şeker (%)	
<b>Sıcaklık</b>	22 °C	27	4.03	0.24	11.49a	2.55	10.71a
	30 °C	27	4.05	0.24	11.39ab	2.53	10.62b
	40 °C	27	4.06	0.24	11.31ab	2.55	10.62b
	50 °C	27	4.05	0.24	11.18b	2.54	10.60b
<b>Aktif Kömür Dozu</b>	0.5 g/l	36	4.04	0.25a	11.48a	2.54b	10.65
	1 g/l	36	4.04	0.25a	11.37ab	2.56a	10.65
	3 g/l	36	4.05	0.23b	11.17b	2.53b	10.61
<b>Süre</b>	5 dak.	36	4.05	0.24	11.36	2.54	10.64
	10 dak.	36	4.05	0.24	11.34	2.55	10.63
	15 dak.	36	4.04	0.24	11.32	2.54	10.64

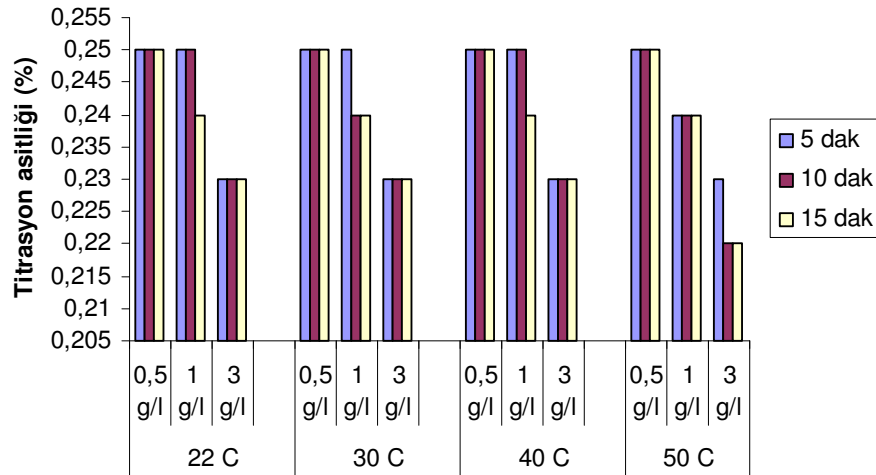
\* Aynı harfle işaretlenen ortalamalar istatistiksel olarak birbirinden farklıdır.

N: materyal sayısı

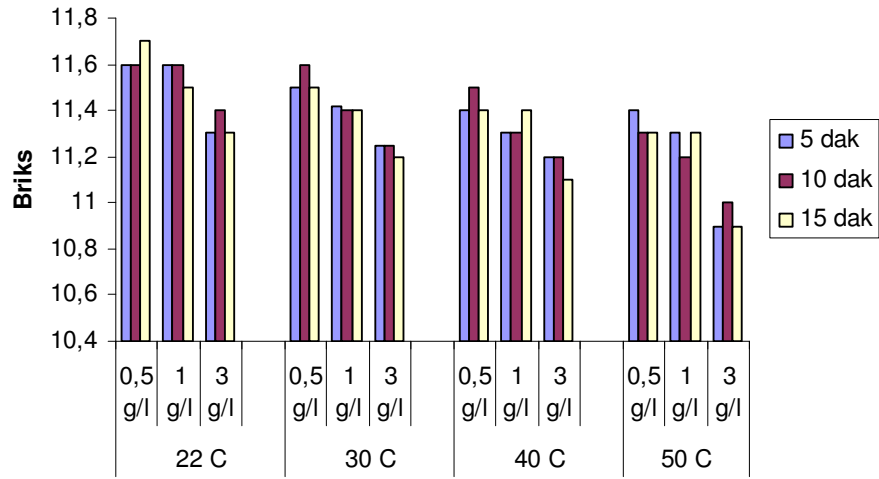




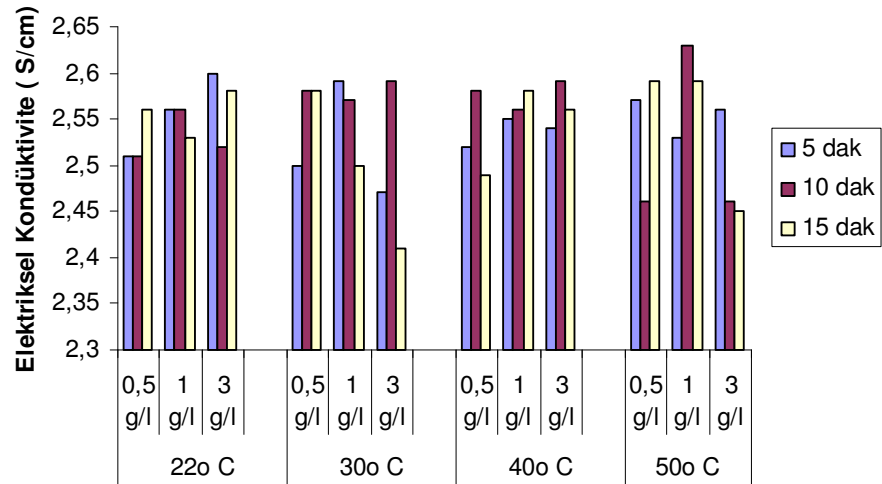
Şekil 4.3 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının pH'da meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



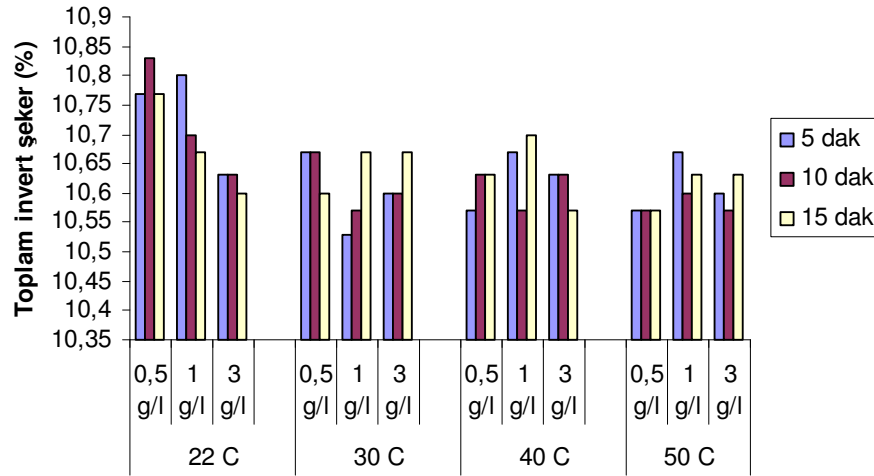
Şekil 4.4 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının titrasyon asitliğinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.5 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının briks'te meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.6 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının elektriksel kondüktivitede meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.7 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının toplam invert şeker miktarında meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması

Varyans analiz sonuçları ve duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre tüm faktörler a\* değeri üzerine etkili olmuştur ( $p < 0.05$ ) (Çizelge 4.12). Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonunun a\* değerini önemli ölçüde etkilediği görülmüştür (Çizelge 4.13). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun a\* değerinin değişimi üzerindeki etkisi Şekil 4.9'da gösterilmektedir.

a\* değeri yeşillik-kırmızılık hakkında fikir verir. -50 - (+50) arasında değişir. -50 yeşili +50 kırmızıyı gösterir.

Kontrol örneğinin a\* değeri 9.00'dır. Aktif kömür uygulanmış örneklerin a\* değeri Çizelge 4.11'de yer almaktadır. En yüksek a\* değeri 8.18 ile 50° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde, en düşük a\* değeri ise 0.06 ile 50° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir. Aktif kömürün uygulanma süresi ve konsantrasyonu arttıkça a\* değerinin de önemli düzeyde değiştiği görülmektedir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ve varyans analizi sonuçlarına göre tüm faktörler b\* değeri üzerine etkili olmuştur ( $p < 0.05$ ) (Çizelge 4.12). Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonunun b\* değerini

etkilediği görülmüştür (Çizelge 4.13). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun  $b^*$  değeri üzerindeki değişime etkisi Şekil 4.10'da gösterilmektedir.

$b^*$  değeri sarılık-mavilik hakkında fikir verir. 50 - (+50) arasında değişir. -50 maviyi +50 sarıyı gösterir.

Kontrol örneğinin  $b^*$  değeri 1.42'dir. Aktif kömür uygulanmış örneklerin  $b^*$  değeri Çizelge 4.11'da yer almaktadır. En düşük  $b^*$  değeri 2,56 ile 30° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak uygulama süresinde, en yüksek  $b^*$  değeri ise 7.21 ile 50° C'de 1 g/l aktif kömür dozunda 5 dak uygulama süresinde elde edilmiştir.

Varyans analizi sonuçlarına göre sıcaklık, doz ve süre gibi tüm faktörler  $h$  değeri üzerine  $p<0.05$  seviyesinde etkili olmuştur (Çizelge 4.12). Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonları  $h$  değeri üzerinde etkili oldukları görülmüştür ( $p<0.05$ ) (Çizelge 4.13). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun  $h$  değerindeki değişime etkisi Şekil 4.11'de gösterilmektedir.

Hui (Hue) değeri ( $h$ ) renk tonunu ifade etmek için kullanılır. Kontrol örneğinin  $h$  değeri 9.56'dır. Aktif kömür uygulanmış örneklerin  $h$  değeri Çizelge 4.11'de yer almaktadır. En düşük  $h$  değeri 19.08 ile 30° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde, en yüksek  $h$  değeri ise 89.72 ile 50° C'de 3.0 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ve varyans analizi sonuçlarına göre tüm faktörler  $C$  değeri üzerine etkili olmuştur ( $p<0.05$ ) (Çizelge 4.12). Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonunun  $C$  değerini etkilediği görülmüştür (Çizelge 4.13). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun  $C$  değeri üzerindeki değişime etkisi Şekil 4.12'te gösterilmektedir.

Chroma ( $C$ ) değeri  $a^*$  ve  $b^*$  değerlerine bağlı olarak değişmekte ve rengin doygunluğu hakkında fikir vermektedir. Kontrol örneğinin  $C$  değeri 9.11'dir. Aktif kömür uygulanmış örneklerin  $C$  değeri Çizelge 4.11'de yer almaktadır. En yüksek  $C$  değeri 9.44 ile 50° C'de 0.5 g/l aktif kömür dozunda 5 dak. uygulama süresinde, en düşük  $C$  değeri ise 5.02 ile 30° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir.

Youn ve ark.'ı (2004),  $L^*$  değeri 41.33,  $a^*$  değeri -2.51,  $b^*$  değeri 2.22,  $h$  değeri 138.6 olan elma suyunun 60 dak. 10 g/l aktif kömürle muamele edilmesinden sonra  $L^*$  değerinin 38.97,  $a^*$  değerinin -1.94,  $b^*$  değerinin 1.46,  $h$  değerinin ise

143.1 olarak deęiřtięini belirlemiřlerdir. Aktif kmr uygulaması ile  $h$  deęerinde artıř olduęunu tespit etmiřlerdir. alıřmalardan elde ettięimiz bulgular bu alıřmayla benzerlik gstermiřtir.

$a^*$  deęerindeki azalıř ile  $b^*$  deęerindeki artıř sarı-kahve renkli HMF'nin ve koyu sarı renkli fenolik bileřiklerin uzaklařtırılmasından kaynaklanabilir. Aktif kmr uygulamasıyla renkte meydana gelen aılma  $h$  deęerindeki azalmayla da grlebilmektedir.

#### 4.10. Renk Ve Berraklık

Varyans analiz tablosuna gre sıcaklık, sre ve aktif kmr dozu renk ve berraklık zerine etkili olmuřtur ( $P<0.05$ ) (izelge 4.15). Sıcaklık x doz, doz x sre, sıcaklık x sre, sıcaklık x sre x doz, interaksiyonlarının renk ve berraklıęı etkiledięi grlmřtr (izelge 4.16). Sıcaklık, sre ve aktif kmr dozunun renk ve berraklık zerindeki etkisi Őekil 4.13 ve 4.14'te gsterilmektedir.

Kontrol rneęinin 440 nm'deki transmittans deęeri yani rengi 10.60, 620 nm'deki transmittans deęeri (berraklık) ise 73.80'dir. Aktif kmr uygulanmıř rneklerin renk ve berraklık deęerleri izelge 4.14'te yer almaktadır.

Elma suyundaki suda cznen polifenolik bileřikler, proteinler ve niřasta bulanıklıęa neden olan en nemli bileřiklerdir. Toplam fenolik madde ve briks'teki azalama bu bileřiklerin azaldıęını gstermektedir. Berraklıęın artması bulanıklıęa neden olan bileřiklerin uzaklařtırılmasıyla saęlanmıř olabilir.

Kadalkal ve Nas (2002), aktif kmr uygulaması ile elma suyunun 440 nm ve 620nm dalga boylarındaki transmittans deęerlerinin dozdaki artıřa baęlı olarak srekli arttıęını grmřlerdir.

Çizelge 4.11. Aktif Kömür Uygulanmış Elma Suyu Konsantresinin Renk Parametrelerindeki Değişim

Sıcaklık (°C)	Aktif Kömür Dozu (g/l)	Süre (dak.)	L*	a*	b*	h	C		
22	Kontrol		16.22 ± 0.13	9.00 ± 0.14	1.42 ± 0.15	9.56 ± 0.67	9.11 ± 0.16		
		0.5	5	17.05 ± 0.07	7.51 ± 0.14	2.76 ± 0.09	20.50 ± 0.28	8.00 ± 0.13	
		10	17.65 ± 0.17	7.59 ± 0.06	3.56 ± 0.44	25.06 ± 0.16	8.39 ± 0.23		
	0.5	15	17.21 ± 0.14	7.58 ± 0.13	3.13 ± 0.16	26.84 ± 1.11	8.20 ± 0.18		
		1	5	17.84 ± 0.36	6.74 ± 0.17	3.90 ± 0.42	31.48 ± 1.93	7.79 ± 0.36	
			10	18.49 ± 0.07	5.23 ± 0.04	4.41 ± 0.07	40.67 ± 0.90	6.84 ± 0.07	
	15		20.36 ± 0.16	5.05 ± 0.04	6.18 ± 0.17	50.82 ± 0.23	7.98 ± 0.15		
	1	3	5	20.58 ± 0.25	2.85 ± 0.08	5.39 ± 0.19	62.05 ± 0.08	6.10 ± 0.20	
			10	20.33 ± 0.10	2.66 ± 0.06	4.90 ± 0.11	70.61 ± 0.38	5.57 ± 0.11	
			15	24.53 ± 0.13	1.06 ± 0.07	6.75 ± 0.12	81.41 ± 0.39	6.83 ± 0.11	
	30	0.5	5	16.64 ± 0.24	7.33 ± 0.10	2.56 ± 0.29	19.08 ± 0.30	7.77 ± 0.14	
			10	16.70 ± 0.12	7.43 ± 0.16	2.65 ± 0.17	19.83 ± 0.05	7.89 ± 0.18	
			15	17.55 ± 0.18	7.45 ± 0.03	3.55 ± 0.21	25.81 ± 0.24	8.26 ± 0.08	
		0.5	1	5	18.69 ± 0.25	5.70 ± 0.06	4.59 ± 0.26	38.94 ± 0.11	7.32 ± 0.21
				10	19.46 ± 0.33	5.51 ± 0.13	5.50 ± 0.33	45.45 ± 0.64	7.79 ± 0.22
15				19.58 ± 0.21	4.92 ± 0.02	5.50 ± 0.23	47.99 ± 0.34	7.39 ± 0.18	
1		3	5	23.28 ± 0.22	1.23 ± 0.04	6.01 ± 0.15	78.05 ± 0.53	6.14 ± 0.14	
			10	23.23 ± 0.22	1.33 ± 0.02	6.00 ± 0.18	78.65 ± 0.35	6.15 ± 0.18	
			15	23.65 ± 0.29	0.82 ± 0.08	5.74 ± 0.20	81.97 ± 0.11	5.02 ± 1.44	
40		0.5	5	17.52 ± 0.39	6.90 ± 0.13	3.44 ± 0.44	26.72 ± 0.22	7.72 ± 0.31	
			10	17.60 ± 0.10	6.64 ± 0.04	3.76 ± 0.12	29.32 ± 0.51	7.63 ± 0.06	
			15	17.45 ± 0.21	7.39 ± 0.19	3.57 ± 0.27	32.09 ± 0.16	8.20 ± 0.29	
		0.5	1	5	18.65 ± 0.27	6.37 ± 0.12	4.81 ± 0.28	36.94 ± 0.10	7.98 ± 0.27
				10	18.64 ± 0.34	5.64 ± 0.14	4.48 ± 0.38	38.37 ± 0.09	7.21 ± 0.29
				15	19.37 ± 0.41	4.48 ± 0.06	5.10 ± 0.44	48.71 ± 0.05	6.79 ± 0.37
	1	3	5	21.58 ± 0.36	2.10 ± 0.08	5.74 ± 0.29	68.97 ± 1.39	6.12 ± 0.25	
			10	22.23 ± 0.21	1.81 ± 0.05	6.13 ± 0.15	73.03 ± 0.69	6.39 ± 0.14	
			15	23.77 ± 0.14	0.74 ± 0.07	6.24 ± 0.08	82.70 ± 0.86	6.28 ± 0.08	
	50	0.5	5	18.43 ± 0.07	8.18 ± 0.14	4.71 ± 0.07	30.61 ± 0.70	9.44 ± 0.09	
			10	18.85 ± 0.10	7.58 ± 0.02	5.20 ± 0.09	34.79 ± 0.27	9.19 ± 0.06	
			15	18.56 ± 0.29	7.71 ± 0.07	4.90 ± 0.33	37.41 ± 0.64	9.14 ± 0.20	
		0.5	1	5	21.05 ± 0.06	5.89 ± 0.04	7.21 ± 0.06	43.27 ± 0.56	9.31 ± 0.04

	10	19.53 ± 0.14	5.24 ± 0.03	5.58 ± 0.12	46.82 ± 0.21	7.65 ± 0.11
	15	20.43 ± 0.10	5.05 ± 0.16	6.46 ± 0.09	51.89 ± 0.16	8.20 ± 0.09
3	5	23.50 ± 0.29	1.12 ± 0.09	6.71 ± 0.18	80.56 ± 0.03	6.80 ± 0.19
	10	24.96 ± 0.03	0.37 ± 0.04	6.50 ± 0.02	87.31 ± 0.82	6.51 ± 0.02
	15	25.47 ± 0.27	0.06 ± 0.06	6.65 ± 0.17	89.72 ± 0.06	6.65 ± 0.17

Çizelge 4.12.Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Renk (L\*,a\*,b\*,h ve C) Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları

Varyasyon Kaynağı	S.D	L*		a*		b*		h		C	
		K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.
Sıcaklık (A)	3	24.6	506.6**	1.80	198.1**	11.86	212.5**	K.O	976.4**	5.53	154.4**
Doz (B)	2	273.6	5628.3**	348.6	38468.1**	54.96	984.5**	348.6	44888.7**	39.28	1095.8**
Süre (C)	2	13.0	266.9**	5.78	637.8**	2.56	45.9**	16025.3	1694.4**	0.74	20.5**
A * B	6	1.68	34.5**	1.99	219.2**	1.03	18.4**	604.9	183.4**	0.43	11.9**
A * C	6	1.60	32.9**	0.36	39.2**	1.08	19.4**	65.5	66.5**	0.66	18.3**
B * C	4	2.56	52.7**	1.93	212.7**	0.58	10.5**	23.7	59.6**	0.63	17.7**
A * B * C	12	1.60	32.8**	0.33	36.8**	0.85	15.2**	21.3	28.2**	0.45	12.5**
Hata	72	0.05	-	0.01	-	0.06	-	10.1		0.04	

\*\* P<0.05 seviyesinde önemli.

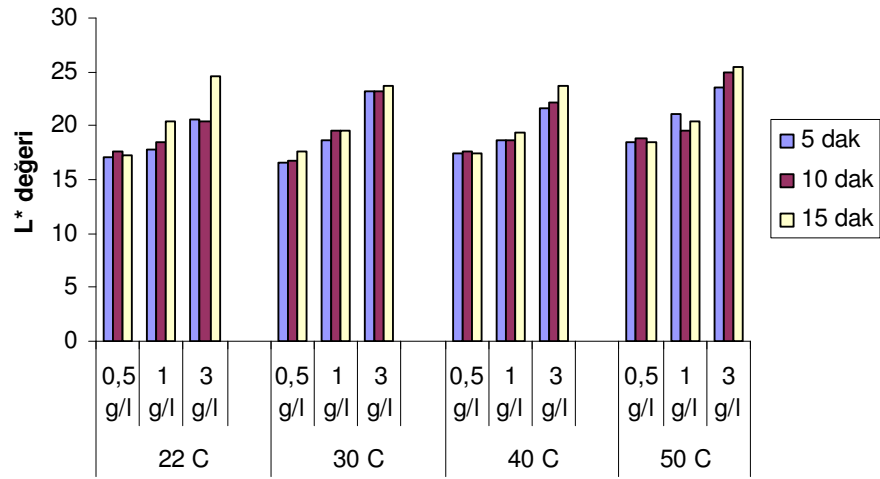
ns: önemsiz.

Çizelge 4.13. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Renk (L\*,a\*,b\*,h ve C) Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi (P<0.05)

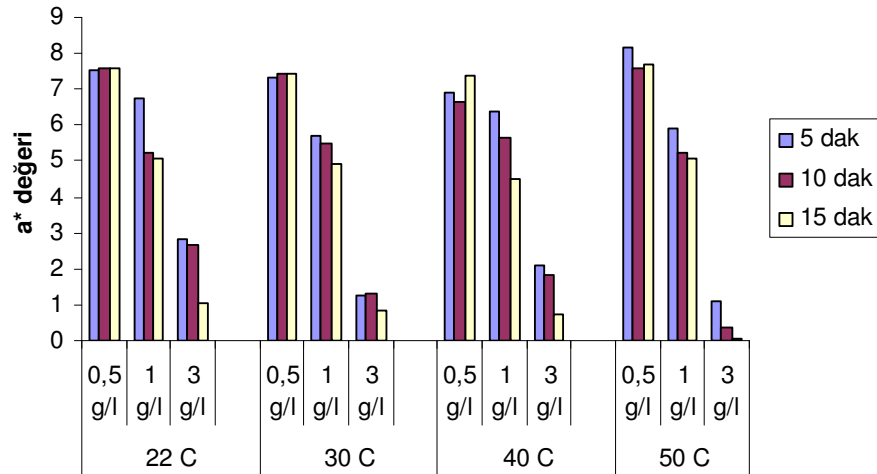
Faktör	N	L*	a*	b*	h	C	
Sıcaklık	22 °C	27	19.34d	5.14a	4.55c	45.49c	7.30b
	30 °C	27	19.86b	4.64bc	4.68bc	48.42b	7.17c
	40 °C	27	19.64c	4.67b	4.81b	48.54b	7.15c
	50 °C	27	21.48a	4.58c	5.99a	55.82a	8.10a
Aktif Kömür Dozu	0.5 g/l	36	17.68c	7.44a	3.65c	27.34c	8.31a
	1 g/l	36	19.47b	5.49b	5.31b	43.44b	7.69b
	3 g/l	36	23.09a	1.35c	6.06a	77.92a	6.28c
Süre	5 dak.	36	19.58c	5.16a	4.82b	44.76c	7.54a
	10 dak.	36	19.93b	4.75b	4.89b	49.16b	7.26b
	15 dak.	36	20.74a	4.36c	5.32a	54.78a	7.48a

\* Aynı harfle işaretlenen ortalamalar istatistiksel olarak birbirinden farklıdır.

N: materyal sayısı

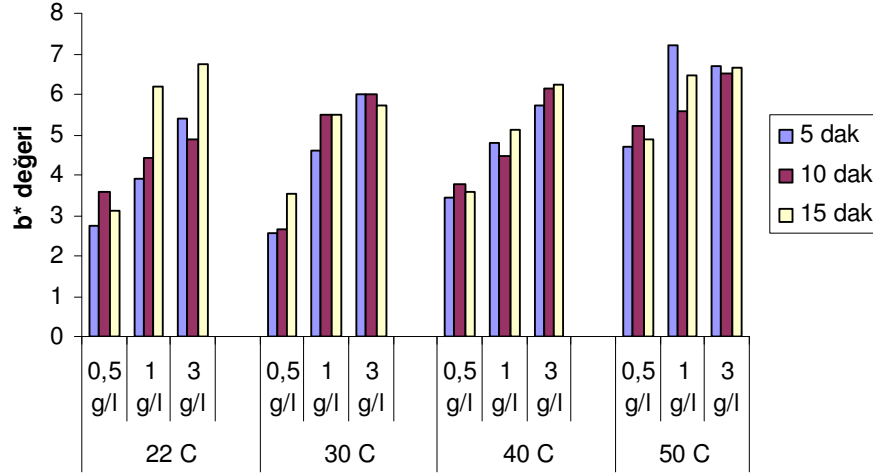


Şekil 4.8 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının L\* değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması

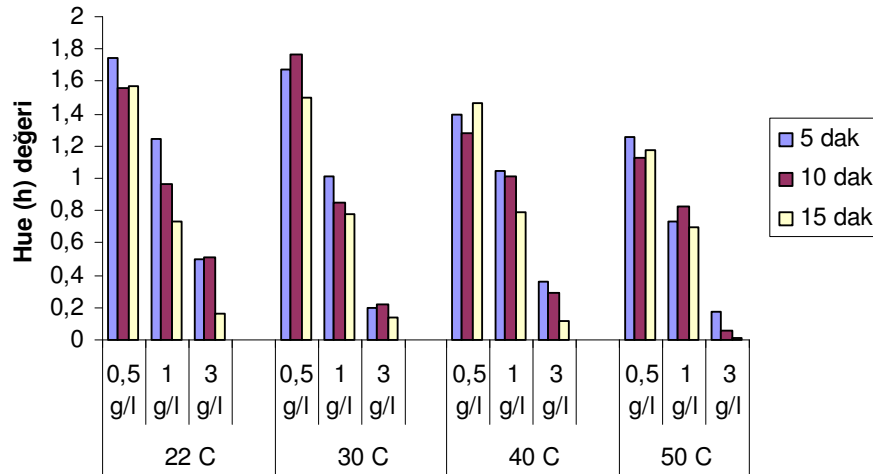




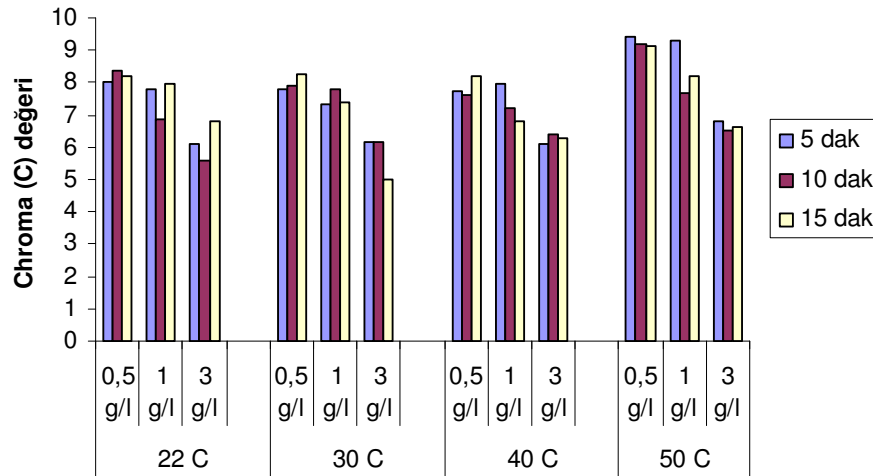
Şekil 4.9 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının  $a^*$  değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.10 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının  $b^*$  değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.11 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının Hue ( $h$ ) değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.12 Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının Chroma (C) değerinde meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması

#### 4.11. Viskozite

Varyans analizi sonuçlarına göre viskozite üzerine sıcaklığın ve aktif kömür konsantrasyonunun etkisi  $p < 0.05$  seviyesinde önemli bulunmuştur (Çizelge 4.15). Sıcaklık x doz, doz x süre, sıcaklık x süre, sıcaklık x süre x doz, interaksiyonlarının renk ve berraklığı etkilemediği görülmüştür (Çizelge 4.16). Sıcaklık, süre ve aktif kömür dozunun viskozite üzerindeki değişime olan etkisi Şekil 4.15'te gösterilmektedir.

Kontrol örneğinin viskozitesi 1.64 mPa.s'dır. Aktif kömür uygulanmış örneklerin viskozite değerleri Çizelge 4.14'te yer almaktadır. En yüksek viskozite değeri 1.56 mPa.s ile 50° C'de 3 g/l aktif kömür dozunda 15 dak. uygulama süresinde elde edilmiştir. Sıcaklık ve konsantrasyon arttıkça viskozite değerinde de düşüşler olduğu görülmektedir.

Şekerler, fenolik maddeler, asitler ve HMF gibi suda çözünebilen bileşenlerin değişimine bağlı olarak viskozite de değişmektedir. Bu bileşiklerin miktarında

meydana gelen azalma viskozitenin azalmasına neden olmaktadır. Briks, toplam şeker, titrasyon asitliği, HMF ve fenolik madde içeriğindeki azalma göz önünde bulundurulduğunda elma suyunun viskozitesini etkileyen bileşiklerin aktif kömür uygulamasıyla uzaklaştırıldığı söylenebilir.

#### **4.12. Mineral Madde**

Elma suyunun mineral madde içeriği Çizelge 4.1’de verilmiştir. Aktif kömür uygulamasının mineral madde üzerine etkisi elma suyunun bazı mineral maddeleri çok az miktarda ihtiva etmesi nedeniyle gözlenememiştir.

Çizelge 4.14. Aktif Kömür Uygulanmış Elma Suyu Konsantresinin Viskozite, Renk ve Berraklık Özelliklerindeki Değişim

Sıcaklık (°C)	Aktif Kömür Dozu (g/l)	Süre (dak.)	Viskozite (mPas)	Transmittans Renk (440 nm)	Berraklık (620 nm)	
22	Kontrol		1.64 ± 0.01	10.60 ± 0.28	73.80 ± 0.85	
		0.5	5	1.62 ± 0.04	20.70 ± 0.57	80.70 ± 0.85
			10	1.62 ± 0.03	22.40 ± 0.14	86.90 ± 2.12
	15		1.62 ± 0.04	23.30 ± 0.57	88.40 ± 1.56	
	1	5	1.62 ± 0.01	29.30 ± 1.27	89.30 ± 0.99	
		10	1.62 ± 0.01	39.20 ± 2.83	86.90 ± 0.57	
		15	1.61 ± 0.01	41.30 ± 0.57	88.60 ± 1.56	
	3	5	1.61 ± 0.01	55.20 ± 0.14	83.50 ± 1.13	
		10	1.60 ± 0.01	61.70 ± 0.28	88.40 ± 0.71	
		15	1.60 ± 0.04	65.10 ± 0.42	85.50 ± 0.57	
	30	0.5	5	1.61 ± 0.03	21.70 ± 0.14	80.10 ± 1.13
			10	1.62 ± 0.01	24.30 ± 0.28	86.90 ± 0.42
15			1.62 ± 0.01	25.10 ± 1.98	87.50 ± 0.71	
1		5	1.62 ± 0.01	36.20 ± 0.28	86.40 ± 0.28	
		10	1.61 ± 0.03	34.10 ± 0.57	78.80 ± 0.28	
		15	1.61 ± 0.04	36.90 ± 0.71	81.70 ± 0.42	
3		5	1.60 ± 0.01	58.30 ± 0.42	80.50 ± 0.71	
		10	1.60 ± 0.01	61.50 ± 0.14	83.50 ± 0.57	
		15	1.60 ± 0.03	62.30 ± 0.42	83.00 ± 0.28	
40		0.5	5	1.61 ± 0.01	24.10 ± 0.42	79.40 ± 0.85
			10	1.61 ± 0.03	26.90 ± 1.13	80.10 ± 1.13
			15	1.61 ± 0.01	22.20 ± 0.42	78.10 ± 0.42
	1	5	1.60 ± 0.04	29.60 ± 0.42	79.00 ± 0.42	
		10	1.60 ± 0.01	33.10 ± 0.14	76.80 ± 0.28	
		15	1.61 ± 0.01	39.10 ± 1.41	77.60 ± 0.42	
	3	5	1.60 ± 0.03	53.30 ± 0.71	80.70 ± 0.42	
		10	1.60 ± 0.01	56.80 ± 3.25	82.60 ± 0.57	
		15	1.59 ± 0.04	57.80 ± 0.99	81.70 ± 0.28	
	50	0.5	5	1.61 ± 0.01	23.70 ± 0.28	89.90 ± 0.14
			10	1.61 ± 0.03	28.00 ± 0.85	90.40 ± 0.42
			15	1.60 ± 0.03	25.80 ± 0.57	89.50 ± 0.71
1		5	1.60 ± 0.04	39.50 ± 0.57	92.40 ± 0.57	
		10	1.60 ± 0.03	37.80 ± 1.13	88.60 ± 0.57	
		15	1.60 ± 0.01	42.00 ± 0.42	90.90 ± 0.14	
3		5	1.57 ± 0.01	59.90 ± 0.28	87.40 ± 0.28	
		10	1.58 ± 0.06	57.50 ± 0.42	78.10 ± 0.14	
		15	1.56 ± 0.04	65.40 ± 0.14	88.40 ± 0.42	

Çizelge 4.15. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Yapılan Vizkozite, Renk (440nm) ve Berraklık (620nm) Analiz Sonuçlarına Ait Varyans Analizi Sonuçları

Varyasyon Kaynağı	S.D	Viskozite (Pa.s)			440 nm		620 nm	
		K.O	F.	K.O	F.	K.O	F.	
<b>Sıcaklık (A)</b>	3	0.0024	4.1**	50.35	51.4**	271.73	454.99**	
<b>Doz (B)</b>	2	0.0055	9.55**	7806.1	7969.9**	11.16	18.68**	
<b>Süre (C)</b>	2	0.0004	0.76ns	126.2	128.9**	8.41	14.08**	
<b>A * B</b>	6	0.0006	1.07ns	17.1	17.46**	34.67	58.04**	
<b>A * C</b>	6	0.0001	0.09ns	14.05	14.35**	15.78	26.41**	
<b>B * C</b>	4	0.0003	0.56ns	19.61	20.03**	30.99	51.88**	
<b>A * B * C</b>	12	0.0001	0.1ns	11.28	11.51**	12.97	21.71**	
<b>Hata</b>	72	0.0006	-	0.98	-	0.60	-	

\*\* P<0.05 seviyesinde önemli.

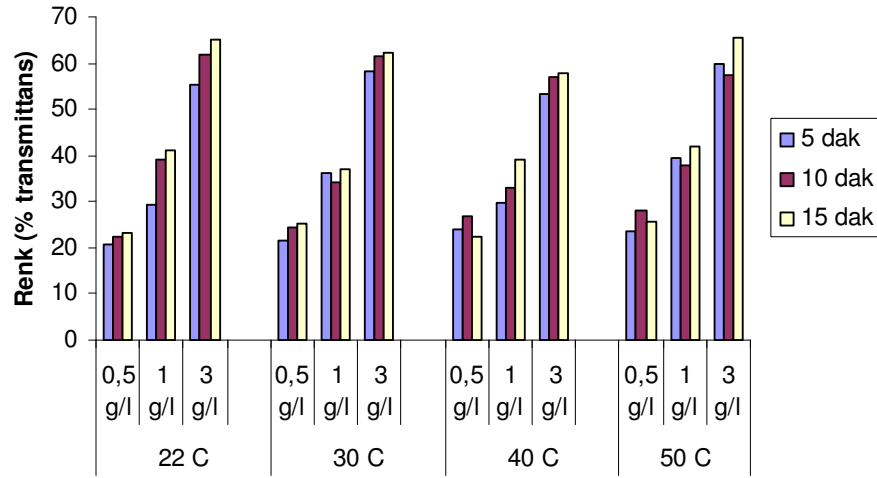
ns: önemsiz.

Çizelge 4.16. Elma Suyu Konsantresinde Yapılan Vizkozite, Renk (440nm) ve Berraklık (620nm) Analiz Sonuçlarına Göre Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi (P<0.05)

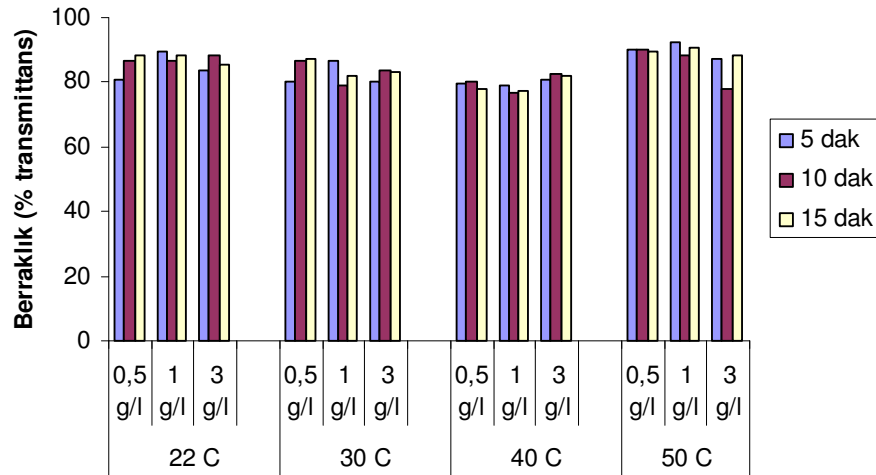
Faktör	N	Viskozite (Pa.s)	Transmittans Renk 440 nm	Berraklık 620 nm	
<b>Sıcaklık</b>	22 °C	27	1.61a	39.80b	86.47b
	30 °C	27	1.61a	40.04b	83.16c
	40 °C	27	1.60a	38.10c	79.56d
	50 °C	27	1.59b	42.18a	88.40a
<b>Aktif Kömür Dozu</b>	0.5 g/l	36	1.61a	24.02c	84.83a
	1 g/l	36	1.61a	36.51b	84.75a
	3 g/l	36	1.59b	59.57a	83.61b
<b>Süre</b>	5 dak.	36	1.61	37.63c	84.11b
	10 dak.	36	1.60	40.28b	84.00b
	15 dak.	36	1.60	42.19a	85.08a

\* Aynı harfle işaretlenen ortalamalar istatistiksel olarak birbirinden farklıdır.

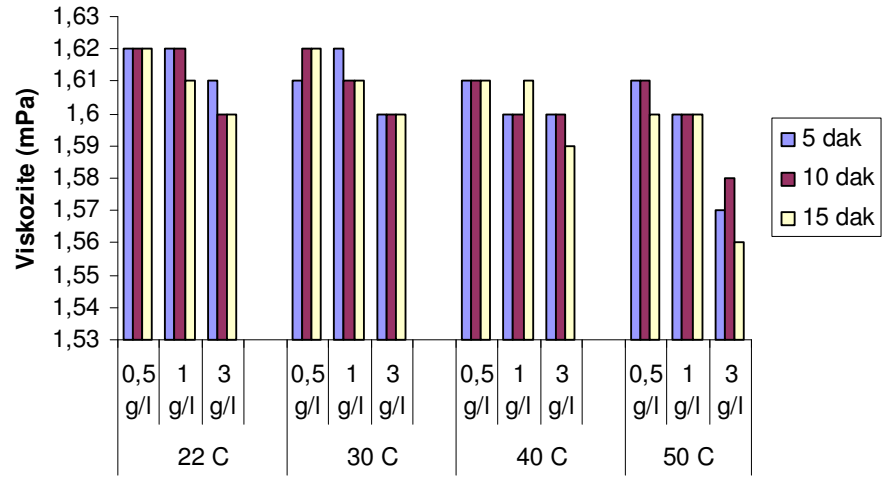
N: materyal sayısı



Şekil 4.13. Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının renkte (440 nm'deki % transmittans) meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.14. Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının berraklıkta (620 nm'deki % transmittans) meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması



Şekil 4.15. Aktif kömür dozu, uygulama süresi ve uygulama sıcaklığının viskozitede meydana getirdiği değişimin karşılaştırılması

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu arařtırmada elma suyu konsantresindeki hidroksimetilfurfural (HMF) ve toplam fenolik madde miktarı üzerine aktif kömür uygulamasının etkisi incelenmiştir.

Arařtırmada HMF'in % 5-46.5 oranında azaltılabileceđi tespit edilmiştir. HMF'in azaltılmasında sıcaklık, aktif kömür dozu ve uygulama süresinin etkili olduđu görülmüştür. 40° C en etkili sıcaklık olarak tespit edilmiştir. Aktif kömürle temas süresi uzadıkça HMF miktarı azalmaktadır. Aktif kömür dozu arttıkça HMF oranında belirgin bir azalma görülmektedir. 3 g/l aktif kömür dozunda HMF'de önemli azalma meydana gelmektedir.

Elma suyunun konsantrasyonu sırasında oluşan renkteki esmerleşmenin de aktif kömür uygulamasıyla iyileştiđi görülmektedir. Renkteki iyileşme üzerine 50° C'nin etkisi daha fazladır. Aktif kömür dozu arttıkça renkte belirgin bir deđişim meydana gelmektedir. 3 g/l aktif kömür dozunda renkte arzu edilenden daha fazla açılma meydana geldiđi için en uygun aktif kömür dozu olarak 1 g/l verilebilir.

Aktif kömür uygulaması ile toplam fenolik madde içeriğinde % 20.5-74.5 oranında azalma meydana gelmektedir. 30° C'nin toplam fenolik madde adsorpsiyonunda en etkili sıcaklık olduđu görülmüştür. Antioksidan etki göstermesi nedeniyle elma suyunun önemli bir bileşeni olan toplam fenolik madde içeriğindeki azalma olumsuz karşılanmaktadır. Uygulama süresinde ve aktif kömür dozundaki artış yine toplam fenolik maddeyi azaltarak elma suyunun besinsel deđerini azaltmaktadır. HMF'de maksimum azalmayı sađlayan uygulama normu fenolik maddede de maksimum kayba neden olmaktadır.

Toplam fenolik maddelerin yanı sıra elma suyunun diđer bileşim unsurlarında da aktif kömür uygulamasıyla azalma elde edilmiştir. Özellikle toplam şeker içeriğinde azalma meydana gelmesi kalite açısından olumsuz olarak düşünölmektedir. Aktif kömür dozundaki artış azalmayı önemli oranda etkilemektedir.



Elma suyunun 22° C’de 1 g/l aktif karbon dozuyla 10 dak. muamele edilmesi besinsel değere en az düzeyde zarar vererek HMF’de en iyi azalma meydana getirecek uygulama olarak verilebilir.

Besinsel değerini azaltması nedeniyle elma suyu konsantresine aktif kömür uygulaması zorunlu olmadıkça uygulanmamalıdır. Elma suyunun üretimi aşamasında HMF’in oluşmaması ya da en az düzeyde oluşması için önlemler alınmalıdır.

## KAYNAKLAR

- Acar, J., Gökmen, V. 2000. Meyve ve Sebze Teknolojisi, Meyve ve Sebze Suyu Üretim Teknolojisi, Cilt: I, 223 Sayfa, Ankara.
- Aida, T. M., Soto, Y., Watanobe, M., Tajima, K., Nonda, T., Hattori, H., Arai, K. 2006. Dehydration of d-glucose in High Temperature Water at Pressures up to 80 MPa. The Journal of Supercritical Fluids. Article in Press.
- Akbulut, M. 1995. Elma Suyu Konsantrelerinde Aktif Kömür Uygulamasının Organik Asit Dağılımı Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara
- Akbulut, M., Artık, N., Poyrazoğlu, E.S. 1996. The effect of activated carbon application on organic acid content in AJC. Fruit Processing, 6:232-236
- Akbulut, M. ve Artık, N. 2002. Kayısı ve Zerdali Meyvelerini Fenolik Madde Dağılımı ve Prosesteki Değişimi. Türkiye 7. Gıda Kongresi, 22-24 Mayıs 2002, Ankara.
- Akbulut, M., Özcan, M.M. 2007. Some physical, chemical and rheological properties of sweet sorghum (*Sorghum vulgare* (L). Moench) pekmez (molasses). International Journal of Food Properties (in pres).
- Anonymous. 1968. Determination of Soluble Solids. IFJU Analyses. 8:1-4.
- Anonymous. 1974. International federation of fruit juice producers methods. Analysen- Analyses: Zurich, switzerland, fruit- union Suisse Assoc. Svizzera Frutta, 12: 1-4.
- Anonymous. 2007a. <http://www.meyed.org.tr/index.php?PgId=99>
- Anonymous. 2007b. <http://en.wikipedia.org/wiki/Hydroxymethylfurfural>
- Anonymous. 1997. TS 3633. Elma Suyu, Türk Standartları Enstitüsü. Ankara
- Anonymous. 1981. TS 3686. Elma Suyu Konsantresi, Türk Standartları Enstitüsü. Ankara.
- Archer, M. C., Bruce, W. R., Chan, C. C., Carpet, D. E., Medline, A., Roncucci, L., Stamps, D., Zhang, X. M. 1992. Aberrant Crypt Foci and Microadenoma as Markers for Colon Cancer Enviromental Health Perspectives, 98: 195-197.

- Arslanoğlu, F. N., Kar, F., Arslan, N. 2005. Adsorption of Coloured Compounds from Peach Pulp by Using Powdered Activated Carbon. *Journal of Food Engineering*, 71:156-163.
- Artık, N., B, Cemeroğlu, Aydar G., Sağlam, N. 1995. Elma Suyu Konsantresinde Aktif Kömür Kullanımı Üzerinde Araştırmalar. 1. Aktif Kömür Kullanılarak Elma Suyu Konsantresinin Rengini İyileştirme Olanakları. *Tr. J. Of Agriculture and Forestry*. 19 (5). 327-333.
- AOAC International. 1990. In K, Helrich (Ed.), *Official Methods of Analysis* (15th Ed.), Arlington, VA: Association of Official Analytical Chemists, Inc.
- Babsky, N.E., Toribio, J.L., Lozano, J.E. 1986. Influence of Storage on the Composition of Clarified Apple Juice Concentrate. *J.Food Science*, 51:564-567
- Baldwin, I.T., Staszak-Kozinski, L., Davidson, R. 1994. Up in Smoke: Smoked Derived Germination Clues for Postfire Annual, *Nicotiana Attenuata Torr. Ex.Watson*. *Journal of Chemical Ecology*,20: 2345-2371.
- Bozkurt, H., Göğüş, F., Eren, S. 1999. Non-enzymatic Browning Reactions in Boiled Grape Juice and its Models During Storage. *Food Chemistry*. 64:89-93.
- Bruce, W.R., Archer, M.C., Corpet, D.E., Medline, A., Mimkin, S., Stamp, D., Yin, Y., Zhang, X.M. 1993. Diet, Aberrant Crypt Foci and Colorectal Cancer, *Mutation Research*, 290: 111-118.
- Buedo, A.P., Elustondo, M.P., Urbicain, M.J. 2001. Non- enzymatic Browning of Peach Juice Concentrate During Storage. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 1:255-260.
- Burdurlu, H. S., Karadeniz, F. 2003. Effect of Storage on Nonenzymatic Browning of Apple Juice Concentrates. *Food Chemistry*, 80: 91-97.
- Carabasa, M., Ibarz, A., Garza, S., Barbasa-Canovas, V. G. 1998. Removal of Dark Compounds from Clarified Fruit Juices by Adsorption Processes. *Journal of Food Engineering*, 37:25-41
- Cemeroğlu, B. 1982. *Meyve Suyu Üretim Teknolojisi*. Teknik Basım Sanayii Matbaası, 309 sayfa, Ankara
- Cemeroğlu, B. 1992. *Meyve Suyu ve Sebze İşleme Endüstrisinde Temel Analiz Metotları*. Biltav yayınları, Ankara.381 s
- Cohen, E., Birk, Y., Mannheim, Saguy, I.S. 1998. A Rapid Method to Monitor Quality of Apple Juice During Thermal Processing. *Lebens.-Wiss. u. Technol*. 31: 612-616.

- Çağlarınmak, M. 2006. Ochratoxin A, Hydroxymethylfurfural and Vitamin C levels of Sun-dried Grapes and Sultanas. *Journal of Food Processing and Preservation*, 30: 549-562.
- Dattarreyo, A., Rankin, S. A. 2006. Moderately Acidic pH Potentiates Browning of Sweet Whey Powder. *International Dairy Journal*. 16: 822-828.
- Düzgüneş, O., Kesici, T., Kavuncu, O., Gürbüz, F. 1987. Araştırma ve Deneme Metotları. Ankara Üniv. Zir. Fak. Yay. No: 295, Ankara.
- Eisele, A. T., Drake, R. S. 2005. The Partial Compositional Characteristics of Apple Juice from 175 Apple Varieties. *Journal of Food Composition and Analyses*. 18: 213-221.
- Ekşi, A. 1988. Meyve Suyu Durultma Tekniği, Gıda Teknolojisi Derneği, 9:127 sayfa, Ankara
- Gardner, P. T., White, T. A. C., McPhail, D. B., Duthie, G. G. 2002. The Relative Contributions of Vitamin C, Carotenoids and Phenolics to the Antioxidant Potential of Fruit Juices. *Food Chemistry*, 68: 471-474.
- Garza, S., Ibarz, A., Pagan, J., Giner, J. 1999. Non-enzymatic Browning in Peach Puree During Heating. *Food Research International*, 32: 335-343.
- Gentry, S. T., Roberts, J. S. 2004. Formation Kinetics and Application of 5-hydroxymethylfurfural as a Time-Temperature Indicator of Lethality for Continous Pasteurization of Apple Cider. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 5: 327-333.
- Gökmen, V., Acar, J. 1999. Simultaneous Determination of 5-hydroxymethylfurfural and Patulin in Apple Juice by Reversed-phase Liquid Chromatography. *Journal of Chromatography A*. 847: 69-74.
- Janzowski, C., Glaab, V., Samımı, E., Schlatter, J., Eisebbrand, G. 2000. 5-hydroxymethylfurfural: Assessment of Mutagenicity, DNA- damaging Potential and Reactivity Towards Cellular Glutation. *Food and Chemical Toxicology*. 38: 801-809.
- Jin, H., Lee, Y. S., Hong, I. 2006. Hydrojen Adsorpstion Characteristics of Activated Carbon. *Catalysis Today*. Article in Press.
- Kadalkal, C., Nas, S. 2002. Effect of Activated Charcoal on Patulin, Fumaric Acid and Some Othet Properties of Apple Juice. *Nahrung/ Food*. 46(1): 31-33.
- Kadalkal, C., Nas, S., Poyrazoğlu, E. S. 2002. Effect of Commercial Processing Stages of Apple Juice on Patulin, Fumaric Acis and Hydroxymethylfurfural (HMF) levels. *Journal of Food Quality*. 25: 359-368.

- Kolukisa, , G., Artık, N., Yıldız, O. 1990. Aktif Kömürün Renk Kontrolü Amacıyla Elma Suyu Konsantresi (ESK) Üretiminde Kullanımı, *Gıda* 15 (5): 263-269.
- Koyuncu, H., Kul, A. R., Çalimli, A., Yıldız, N., Ceylan, H. 2007. Adsorption of Dark Compounds with Bentonites in Apple Juices. *LWT*, 40: 489-497.
- Lee, W. T., Yang, T. H., Shin, W. G., Kwan, T. O., Moon, I. S. 2006. Equilibria and Dynamic of Liquid-phase Trinitrotoluene Adsorption Granular Activated Carbon: Effect of Temperature and pH. *Journal of Hazardous Materials*. Article in Press.
- Matras, C., Moreau, C. 2003. Dehydration of Fructose into 5-hydroxymethylfurfural in the Presence of Ionic Liquids. *Catalysis Communications*. 41: 517-520
- Purkoid, M. K., Maiti, A., Das-Gupta, S., De, S. 2006. Removal of Congo Red Using Activated Carbon and its Regeneration. *Journal of Hazardous Materials*. Accepted Manuscript.
- Rattanathanalerk, M., Chiewchan, N., Scichumpoung, W. 2005. Effect of Thermal Processing on the Quality Loss of Pineapple Juice. *Journal of Food Engineering*, 66: 259-265.
- Schoental, R., Hard, G. C., Gibbard, S. 1971. Histopathology of Renal Lipomatous Tumors in Rats Treated with the “natural” Products, Pyrrolizidine Alkaloids and  $\alpha,\beta$ - unsaturated Aldehydes. *Journal of The National Cancer Institute*, 47: 1037-1044.
- Spanos, G. A., Wrolstad, R. E., Heatherball, D. A. 1990. Influence of Processing and Storage on the Phenolic Composition of Apple Juice. *J.Agric. Food Chem.*, 38: 1572-1579.
- Spanos, G. A., Wrolstad, R. E. 1992. Phenolics of Apple, Pear and White Grape Juices and Their Changes with Processing and Storage-A review. *J.Agric. Food Chem.*, 40: 1478-1487.
- Telatar, Y. K. 1985a. Elma Suyu ve Konsantrelerinde Hidroksimetilfurfural (HMF),I. Farklı Elma Çeşitlerinin Elma Suyu ve Konsantresine İşlenmesi Süresinde Hidroksimetilfurfural Oluşumu. *GIDA*. 10(4):195-201
- Telatar, Y. K. 1985b. Elma Suyu ve Konsantrelerinde Hidroksimetilfurfural (HMF),II. Farklı Elma Suyu Konsantrelerinin Depolanması Sürecinde Hidroksimetilfurfural Oluşumu ve Buna Bağlı Olarak Bazı Bileşim Ögelerinde Meydana Gelen Değişimler. *GIDA*. 10(5): 271-280.
- Toribio, J. L., Lozano, J. E. 1987. Formation of 5-hydroxymethylfurfural in Clarified Apple Juice During Heating at Elevated Temperatures. *Lebensmittel-Wissenschaft und- Technologies*, 20:59-63.

- Trifiro, E. 1962. Effect of Storage Temperature on Hydroxymethylfurfural Formation in Apricot and Peach Purees. *Industria Conserve*, 37: 113-117.
- Ulbricht, R. J., Northup, S. J., Thomas, J. A. 1984. A Review of 5-hydroxymethylfurfural (HMF) in Parenteral Solution. *Fundamental and Applied Toxicology*, 4:843-853.
- Wong, H., Hu, X., Chen, F., Wu, J., Zhang, Z., Liao, X., Wang, Z. 2005. Kinetic Analysis of Non-enzymatic Browning in Carrot Juice Concentrate During Storage. *Eur. Food Res. Technol.* Original Paper.
- Villacanos, F., Pereira, R. F. M., Orfao, J. J. M., Figueiredo, L. J. 2006. Adsorption of Simple Aromatic Compounds on Activated Carbons. *Journal of Colloids and Interface Science*. 293: 128-136.
- Youn, K. S., Hong, J. H., Bae, D.H., Kim, S. J., Kim, S. D. 2004. Effective Clarifying Process of Reconstituted Apple Juice Using Membrane Filtration with Filter-Aid Pretreatment. *Journal of Membrane Science*. 228: 179-186.
- Zhang, X. M., Chan, C. C., Stamp, D., Minkin, S., Archer, M. C., Bruce, W. R. 1993. Initiation of Colonic Aberrant Crypt Foci in Rats by 5-hydroxymethyl-2-furfaldehyde in Thermolyzed Sucrose. *Carcinogenesis*, 14: 773-775.