



T.C.  
GÜMÜŞHANE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**POLEN, PROPOLİS VE NOHUT İLAVESİYLE ÜRETİLEN ORGANİK  
KESTANE BALI SİRKELERİNİN FİZİKSEL, KİMYASAL VE BİYOAKTİF  
BİLEŞENLERİNİN TESPİTİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**HAVVA NUR KOBYA**

**NİSAN 2018  
GÜMÜŞHANE**



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

**GIDA MÜHENDİSİ ANABİLİM DALI**

**POLEN, PROPOLİS VE NOHUT İLAVESİYLE ÜRETİLEN ORGANİK  
KESTANE BALI SİRKELERİNİN FİZİKSEL, KİMYASAL VE BİYOAKTİF  
BİLEŞENLERİNİN TESPİTİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Havva Nur KOBYA**

**Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü  
“Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı”  
Yüksek Lisans Programında Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih:08.02.2018**

**Tezin Sözlü Savunma Tarihi: 06.04.2018**

**NİSAN 2018**



KABUL ve ONAY



Dr. Öğr. Üyesi Cemalettin BALTACI danışmanlığında **Havva Nur KOBYA** tarafından hazırlanan “ **POLEN, PROPOLİS VE NOHUT İLAVESİYLE ÜRETİLEN ORGANİK KESTANE BALI SİRKELERİNİN FİZİKSEL, KİMYASAL VE BİYOAKTİF BİLEŞENLERİNİN TESPİTİ** ” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Gıda Mühendisliği** Anabilim Dalı’ nda Yüksek Lisans Tezi olarak Oy Birliği / ~~Oy Çokluğu~~ ile kabul edilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Enes DERTLİ

Üye (Danışman) : Dr. Öğr. Üyesi Cemalettin BALTACI

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Engin GÜNDOĞDU

ONAY

Bu tez .09./05/2018 tarihinde Enstitü Yönetim Kurulunca kabul edilmiştir.

Doç.Dr. Ferkan SİPAHI  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

## TEZ BEYANNAMESİ

Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda, tezin yazımına ait kurallara uygun olarak hazırladığım "Polen, propolis ve nohut ilavesiyle üretilen organik kestane balı sirkelerinin fiziksel, kimyasal ve biyoaktif bileşenlerinin tespiti" isimli yüksek lisans tezi çalışmasında; söz konusu tüm bilgi ve belgeleri genel akademik kurallara göre elde ettiğimi, görsel ve yazılı bütün bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak hazırlayıp sunduğumu, başka kaynaklardan yararlandığım bilgileri metin ve kaynaklarda eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma süresince bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksi durumda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 06/04/2018

Havva Nur KOBYA

**ÖZET**  
**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**POLEN, PROPOLİS VE NOHUT İLAVESİYLE ÜRETİLEN ORGANİK  
KESTANE BALI SİRKELERİNİN FİZİKSEL, KİMYASAL VE BİYOAKTİF  
BİLEŞENLERİNİN TESPİTİ**

Havva Nur KOBYA

Gümüşhane Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Cemalettin BALTACI  
2018, 119 sayfa

Bu çalışma, Organik kestane balına farklı oranlarda ekmeç mayası, propolis, polen, elma sirkesi, nohut ilave edilerek yüzey kültür yöntemi ile üretilen 11 çeşit bal sirkesinin bazı fiziksel, kimyasal ve biyoaktif özelliklerinin belirlenmesi ve standartlara uygunluğunun belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Ayrıca biyoaktif özellikler açısından da elma ve üzüm sirkeleri ile karşılaştırılmıştır. Bu amaçla 110 g organik kestane balı içeren kavanozların briksi su ile % 15 olacak şekilde toplam 11 adet örnek hazırlanmıştır. Polen ve propolis örneklere başlangıçta ve sonradan (etil alkol fermantasyonu tamamlandıktan sonra) olmak üzere iki şekilde ilave edilmiştir. Örnekler S1 ( sade kestane balı) S2 (15 g propolis ), S3 (15 gr polen), S4 (10 gr ekmeç mayası), S5 ( 110 mL elma sirkesi), S6 ( 15 g nohut ve polen),

S7 ( 15 g nohut ve propolis), S8 ( 15 g nohut ve sonradan polen), S9 ( 15 g nohut ve sonradan propolis ), S10 ( 15 g sonradan polen ), S11 (15 g sonradan propolis) organik bal sirkesi üretmek üzere hazırlandı. Hazırlanan tüm numuneler 28-30 °C 'de etüve konularak onbeş günde bir asitlik artışı takip edildi. Beklenen asitlik değerine ulaşılmasına yakın alkol analizi yapılarak % 0.50 altında alkol kaldığında fermantasyon bitirildi. Sirkeleşme 4-14 haftada tamamlandı ve analiz yapılıncaya kadar buzdolabında 4°C'de saklandı. Örneklerde fiziksel (renk), kimyasal (kül, alkol, pH, toplam asit, şeker, uçar ve uçar olmayan asit, kurumadde, iyot sayısı, oksidasyon sayısı, serbest mineral asit, ester) ve biyoaktif özellik olarakta antioksidan ve toplam fenolik madde miktarına bakılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, örneklerin renk değerleri L\* 21.70-33.96, a\* 3.63-10.21 ve b\* 0.80-9.28 olarak ölçülmüştür. Toplam asitlik değerleri asetik asit cinsinden 4.09±0.03-4.55±0.07 g/L, kül 0.05±0.08-0.89±0.03 g/mL, alkol 0.06±0.00-0.34±0.13g/mL ve pH değerleri ise 2.35±0.01-3.41±0.09 arasında belirlenmiştir. Biyoaktif özellik olarak ise bal sirkelerinde; antioksidan kapasite 61.65±1.28-305.93±6.18 mg AAE/L ve toplam fenolik madde içeriği 43.78±1.68-182.86±0.01 mg GAE /L olarak bulunmuştur. Üretilen sirke örneklerinde toplam asit miktarı en fazla elma sirkeli kestane balı sirkesinde (S5), antioksidan değeri ise en fazla sonradan polen ilave edilen kestane balı sirkesinde ( S10) bulunmuştur. Antioksidan bakımından üzüm (55.11±0.27) ve elma (48.12±0.39) sirkeleri ile karşılaştırıldığında en yüksek değer sonradan polenli kestane balı sirkesinde (S10) bulunmuştur.

Sonuç olarak üretilen tüm örneklerin sirkelerde önemli bir kalite kriteri olan asitlik açısından Türk Gıda Kodeksi mevzuatına uygun olduğu, fenolik madde içeriği zengin ve yüksek antioksidan kapasiteye sahip olduğu tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Bal, Bal sirkesi, Kestane, Propolis, Polen, Nohut

**ABSTRACT**  
**MS THESIS**

**DOPED UP PROPOLIS, POLLEN, CHICKPEA PRODUCTION OF ORGANIC  
CHESTNUT HONEY VINEGAR DETERMINATION OF PHYSICAL, CHEMICAL  
AND BIOACTIVE COMPONENTS**

Havva Nur KOBYA

Gümüşhane University  
The Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of food Engineering

Supervisor: Dr. Öğr. Üyesi Cemalettin BALTACI

2018, 119 pages

This study aimed to determine some physical, chemical, bioactive properties and checking compliance with standards of 11 species of honey vinegars produced by surface culture method by adding different proportions of bread yeast, propolis, pollen, apple vinegar and chickpea at chestnut honey. Furthermore compared to apple vinegars and grape vinegars in terms of bioactive properties.

With this aim including 110 chestnut jars, with %15 water total 11 examples was prepared. Pollen and propolis, initially and later (after completion of the fermentation of the ethyl alcohol) added in two ways to examples. Examples are S 1 (plain chestnut bred), S 2 (15 g of propolis), S 3 (15 g of pollen), S 4 (10 g of baker's yeast) g of chickpeas and propolis), S8 (15 g of chickpeas and then pollen), S9 (15 g of chickpeas and then propolis),



S10 (15 g of pollen), S11 (15 g of propolis). prepared for produce organic honey vinegar. Prepared samples were put in the oven at 28-30 °C and an acidity increase was followed every 15 days. The fermentation was terminated when the percentage of alcohol dropped below 0,5 percent. Vinegar formation was completed in 4-14 weeks.

Samples have been tested on: As physical analysis color, as chemical analysis , ash, alcohol, ph, total acid amount, sugar, volatile and non-volatile acid, dry matter, iodine number, number of oxidation, free mineral acid, ester number. As bioactive analysis antioxidant amount of total phenolic substance.

According to Experiment Results: Color: L\*21.70-33.96, a\*3.63-10.21, b\*0.80-9.28, Total Acidity Value (Acetic acid): 4.09±0.03 - 4.55±0.07 g/L, Ash: 0.05±0.08 - 0.89±0.03 g/mL, Alcohol: 0.06±0.00 - 0.34±0.13 g/mL, pH: 2.35±0.01 - 3.41±0.09, Antioxidant Capacity:61.65±1.28 - 305.93±6.18 mg AAE/L, Amount of Total Phenolic Substance: 43.78±1.68 - 182.86±0.01 mg GAE/L were determined.

In the experiment, total acid amount the highest value was found in the S5th sample and antioxidant capacity the highest value was found in the S10 th sample. According to antioxidant capacity, compared with apple and grape vinegar, the highest value was found in S10. When antioxidant was compared with grape winegar (55.11±0.27) and apple winegar (48.12±0.39), the highest value was found in the another pollened chesnut honey(S10).

As a result, all samples are suitable for Turkish Food Codex standards in terms of acidity and all samples have high antioxidant capacity and rich phenolic substance content.

**Keywords:** Honey, Honey circle, Chestnut, Propolis, Pollen, Chickpea.

Bu çalışma, Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak hazırlanmıştır.

Çalışmalarım sırasında her zaman bilgi ve tecrübesinden yararlandığım Sayın Hocam Dr. Öğr. Üyesi Cemalettin BALTACI başta olmak üzere tezime katkılarından dolayı Doç. Dr. Ali GÜNDOĞDU ve Doç. Dr. Osman ÜÇÜNCÜ, Dr. Öğr. Üyesi Engin GÜNDOĞDU'ya teşekkür ederim.

Tüm eğitim ve öğrenim yaşamım süresince büyük bir sabırla bana destek olan, gücünü ve imkânlarını her an sağlayan Annem Emine KOBYA, Babam Turan KOBYA, Abim Orhan KOBYA'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Havva Nur KOBYA  
Gümüşhane, 2018

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET .....	IV
ABSTRACT .....	VI
İÇİNDEKİLER.....	IX
ŞEKİLLER ve RESİMLER.....	XV
TABLolar DİZİNİ.....	XVI
SEMBOLLER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	XVIII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş .....	1
1.2. Önceki Çalışmalar .....	8
1.3. Çalışmanın Amacı .....	16
1.4. Çalışmanın Kapsamı.....	18
2. YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	2
2.1. Kestane Balından Değişik Yöntemlerle Sirke Üretimi.....	2
2.2. Genel Analizler.....	23
2.2.1. Toplam Asit, Uçucu ve Uçucu Olmayan Asit Miktarı Tayini.....	23
2.2.1.1. Cihaz ve Malzemeler .....	23
2.2.1.2. Reaktifler .....	23
2.2.1.3. İşlem .....	23
2.2.1.3.1. Toplam Asit Tayini.....	23
2.2.1.3.2. Uçar Asit Tayini .....	24
2.2.1.3.3. Uçucu Olmayan Asit Tayini.....	25
2.2.1.4. Hesaplama ve Sonucunun Gösterilmesi .....	25
2.2.2. Toplam Katı Madde Miktarı Tayini .....	25

2.2.2.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	25
3.2.2.2.	İşlem .....	26
3.2.2.3	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	26
2.2.3.	Kül Miktarı Tayini.....	27
2.2.3.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	27
2.2.3.2.	İşlem .....	27
2.2.3.3.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	27
2.2.4.	Alkol Miktarı Tayini.....	28
2.2.4.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	28
2.2.4.2.	Reaktifler .....	28
2.2.4.3.	İşlem .....	28
2.2.5.	Toplam Şeker Tayini .....	29
2.2.5.1.	Cihaz ve malzemeler .....	29
2.2.5.2.	Reaktifler .....	29
2.2.5.3.	İşlem .....	31
2.2.5.4.	Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi.....	31
2.2.6.	Sirkenin Doğal Olup Olmadığının Tayini .....	32
2.2.6.1.	Asetilmetil Karbinol Testi .....	32
2.2.6.1.1.	Alet ve Malzemeler .....	32
2.2.6.1.2.	Reaktifler .....	32
2.2.6.1.3.	İşlem .....	33
2.2.6.1.4.	Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi.....	33
2.2.6.2.	Serbest Mineral Asit Tayini.....	33
2.2.6.2.1.	Alet ve Malzemeler .....	33
2.2.6.2.2.	Reaktifler .....	33
2.2.6.2.3.	İşlem .....	34
2.2.7.4.	Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi.....	34

2.2.7.	Oksidasyon Sayısı Tayini .....	34
2.2.7.1.	Alet ve Malzemeler .....	34
2.2.7.2.	Reaktifler .....	35
2.2.7.3.	İşlem .....	35
2.2.7.4.	Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi .....	35
2.2.8.	İyot Sayısı Tayını .....	36
2.2.8.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	36
2.2.8.2.	Reaktifler .....	36
2.2.8.3.	İşlem .....	36
2.2.8.3.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	36
2.2.9.	Ester Tayin.....	36
2.2.9.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	36
2.2.9.2.	Reaktifler .....	37
2.2.9.3.	İşlem .....	37
2.2.9.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	37
2.2.10.	Renk Analizi .....	38
2.2.10.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	38
2.2.10.2.	İşlem .....	38
2.2.10.2.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	38
2.2.11.	Toplam Fenolik Madde İçeriği .....	39
2.2.11.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	39
2.2.11.2.	Reaktifler .....	39
2.2.11.3.	İşlem .....	39
2.2.11.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	40
2.2.12.	Toplam Antioksidan Madde İçeriği.....	40
2.2.12.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	40

2.2.12.2.	Reaktifler .....	41
2.2.12.3.	İşlem .....	41
2.2.12.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	41
2.2.13.	Toplam Flavanoid Madde İçeriği .....	42
2.2.13.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	42
2.2.13.2.	Reaktifler .....	42
2.2.13.3.	İşlem .....	42
2.2.13.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	43
2.2.14.	DPPH Serbest Radikal Temizleme Aktivitesi Tayini .....	43
2.2.14.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	43
2.2.14.2.	Reaktifler .....	44
2.2.14.3.	İşlem .....	44
2.2.14.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	44
Şekil 2.5.	AA ve Troloks standartları DPPH % inhibisyon grafiği .....	45
2.2.15.	ABTS <sup>•+</sup> Radikal Katyonu Süpürücü Etki Tayini .....	45
2.2.15.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	45
2.2.15.2.	Reaktifler .....	45
2.2.15.3.	İşlem .....	46
2.2.15.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	46
Şekil 2.6.	AA ve Troloks Standartları ABTS <sup>•+</sup> % İnhibisyon Grafiği .....	47
2.2.16.	Toplam Demir İndirgeme Antioksidan Kapasitesi .....	47
2.2.16.1.	Cihaz ve Malzemeler .....	47
2.2.16.2.	Reaktifler .....	47
2.2.16.3.	İşlem .....	48
2.2.16.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	48
2.2.17.	pH Tayini .....	49
2.2.17.1	Cihaz ve Malzemeler .....	49

2.2.17.2.	İşlem .....	49
2.2.17.3.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	49
2.2.18.	Mineral Madde Analizi.....	50
2.2.18.1.	Reaktifler .....	50
2.2.18.2.	Cihaz ve Malzemeler .....	50
2.2.19.3.	İşlem .....	51
2.2.19.4.	Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi .....	54
2.3.	İstatistik Analiz.....	54
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	55
3.1.	Üretilen Sirkelerin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri .....	55
3.1.1.	Alkol İçeriği.....	55
3.1.2.	Toplam Asitlik.....	56
3.1.3.	pH Tayini.....	58
3.1.4.	Asetilmetil Karbinol Testi .....	59
3.1.5.	Ester Miktarı .....	59
3.1.6.	Uçar Asit.....	62
3.1.7.	Uçar Olmayan Asit .....	62
3.1.8.	Toplam Katı Madde Miktarı.....	64
3.1.9.	Kül Miktarı .....	65
3.1.10.	Toplam Şeker.....	66
3.1.11.	Serbest Mineral Asitlerin Tayini .....	67
3.1.12.	Oksidasyon Sayısı .....	67
3.1.13.	İyot Sayısı.....	68
3.1.14.	Renk Analizi.....	70
3.2.	Üretilen Sirkelerin Biyoaktif Özellikleri .....	73
3.2.1.	Toplam Fenolik Madde İçeriği .....	73
3.2.2.	Toplam Antioksidan Madde İçeriği.....	75

3.2.3.	Toplam Flavanoid Madde İçeriği .....	77
3.2.4.	DPPH Serbest Radikal Temizleme Aktivitesi Tayini .....	81
3.2.5.	ABTS●+ Radikal Katyonu Süpürücü Etki Tayini.....	82
3.2.5.	Toplam Demir İndirgeme Antioksidan Kapasitesi .....	83
3.3.	Mineral Analizi.....	87
4.	SONUÇ ve ÖNERİLER.....	91
5.	KAYNAKLAR.....	93
6.	EKLER: .....	105
	ÖZGEÇMİŞ.....	120



## ŞEKİLLER ve RESİMLER

	<u>Sayfa No</u>
Resim 1.1. Organik kestane balı.....	4
Resim 1.2. Polen.....	6
Resim 1.3. Propolis.....	7
Resim 2.1. Üretim esnasında görüntüler.....	21
Şekil 2.1: Yüzey kültür yöntemi ile bal sirkesi üretimi iş akım şeması.....	22
Resim 2.2. Asitlik tayini görüntüsü.....	24
Resim 2.3. Uçar Asit Tayin Düzeneği.....	24
Resim 2.4. Toplam katı madde tayini.....	26
Resim 2.5. Kül Tayini.....	28
Resim 2.6. Alkol tayini.....	29
Resim 2.7. Şeker Tayini.....	32
Resim 2.8. Asetilmetilkarbinol tayini.....	33
Resim 2.9. Serbest mineral asit tayini.....	34
Resim 2.11. Renk Tayini.....	39
Şekil 3.3. Toplam antioksidan analizi kalibrasyon eğrisi.....	42
Şekil 3.4. Toplam flavanoid analizi kalibrasyon eğrisi.....	43
Şekil 2.5. AA ve Troloks standartları DPPH % inhibisyon grafiği.....	45
Şekil 2.6. AA ve Troloks standartları ABTS <sup>•+</sup> % inhibisyon Grafiği.....	47
Resim 2.12. pH Tayini.....	49
Resim 2.13. MP/AES cihazı.....	50
Şekil 2.9. Mineral standartları kalibrasyon eğrileri.....	53

## TABLÖLAR DİZİNİ

### Sayfa No

Tablo 1.1.	Sirkelerin TS 1880 ' e göre genel özellikleri .....	3
Tablo 1.2.	Türk gıda kodeksi bal tebliği (Tebliğ No: 2005/49) .....	5
Tablo 2.1.	Üretilen sirkelerin kodlanması .....	21
Tablo 2.2.	MP/AES Cihazı Şartları .....	52
Tablo 3.1.	Alkol analizleri sonuçların Duncan testi sonuçları .....	56
Tablo 3.2.	Asitlik analizinin Duncan testi sonuçları .....	58
Tablo 3.3.	pH analizinin Duncan testi sonuçları .....	59
Tablo 3.4.	Ester analizinin Duncan testi sonuçları .....	60
Tablo 3.5.	Elde Edilen Sirkelerin Fiziksel ve Kimyasal Analizleri.....	62
Tablo 3.6.	Uçar asit analizinin Duncan testi sonuçları .....	62
Tablo 3.7.	Uçar olmayan asit analizinin Duncan testi sonuçları .....	63
Tablo 3.8.	Toplam katı madde analizinin Duncan testi sonuçları .....	65
Tablo 3.9.	Toplam kül analizinin Duncan testi sonuçları.....	66
Tablo 3.10.	Toplam şeker analizinin Duncan testi sonuçları .....	67
Tablo 3.11	Oksidasyon sayısı analizinin Duncan testi sonuçları .....	68
Tablo 3.12.	İyot sayısı analizinin Duncan testi sonuçları.....	69
Tablo 3. 13.	Renk analizleri.....	71
Tablo 3.14.	$\Delta E$ Analizinin duncan testi sonuçları .....	71
Tablo 3.17.	$a^*$ Analizinin Duncan testi sonuçları .....	73
Tablo 3. 18.	Toplam fenolik analizinin Duncan testi sonuçları.....	75
Tablo 3.19.	Toplam antioksidan analizinin Duncan testi sonuçları .....	77
Tablo 3.20.	Toplam antioksidan analizinin Duncan testi sonuçları .....	78
Tablo 3.21.	Toplam Fenolik, Antioksidan, Flavanoid ve FRAP değerleri.....	79
Tablo 3. 22.	Toplam Fenolik, Antioksidan, Flavanoid ve FRAP değerleri.....	80
Tablo 3.23.	Toplam demir indirgeme antioksidan analizinin Duncan testi sonuçları.....	84
Tablo 3.24.	ABTS ve DPPH % İnhibisyon .....	85
Tablo 3.25.	ABTS ve DPPH % İnhibisyon .....	86
Tablo 3. 26.	Mineral İçerikleri.....	90
Tablo 6.1.	Alkol analizi istatistiksel analizi .....	105

Tablo 6.2.	Toplam asitlik analizi istatiksels analizi .....	106
Tablo 6.6.	Uçar olmayan asit miktarı analizi istatiksels analizi.....	110
Tablo 6.7.	Toplam kül miktarı analizi istatiksels analizi .....	111
Tablo 6.9.	Oksidasyon analizi istatiksels analizi .....	113
Tablo 6.10.	İyot sayısı analizi istatiksels analizi.....	114
Tablo 6.11.	$\Delta E$ Sayısı analizi istatiksels analizi .....	115
Tablo 6.13.	$a^*$ Deęeri analizi istatiksels analizi.....	117
Tablo 6.14.	$b^*$ Deęeri analizi istatiksels analizi .....	118
Tablo 6.15.	Toplam kuru madde deęeri analizi istatiksels analiz.....	119



## SEMBOLLER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<b>Simge</b>	<b>Açıklama</b>
$\mu\text{L}$	: Mikrolitre
$\mu\text{g}$	: Mikrogram
$^{\circ}\text{C}$	: Santigrad Derece
%	: Yüzde
nm	: Nanometre
mg/kg	: Milyonda Bir Kısım
ABTS <sup>•+</sup>	: 2,2'-Azino-bis(3-etilbenzotiyazolin-6-sülfonik asit)
$\text{cm}^3$	: Santimetre küp
DNA	: Deoksiribonükleik asit
DPPH <sup>•</sup>	: 1,1- Difenil- 2- pikrilhidrazil
e <sup>-</sup>	: Elektron
ETS	: Elektron taşıma sistemi
g	: gram
GAE	: Gallik asit eşdeğeri
HPLC	: High performance liquid chromatography
IC	: Inhibitory concentration
L	: Litre
LDL	: Low Density Lipoprotein
$\mu\text{g}$	: Mikrogram
$\mu\text{L}$	: Mikrolitre
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
mm	: Milimetre
mM	: Mili molar
nm	: Nanometre
RE	: Rutin eşdeğeri
UV	: Ultraviyole
MP/AES	: Mikroplazma Atomik Emisyon Spektrofotometresi

## 1. GENEL BİLGİLER

### 1.1. Giriş

Fransızca Vin aigre ‘‘Ekşi şarap’’ kelimesinden gelen sirke; şarap, melas, sorgum, elma, üzüm, armut, çilek, kavun, bal, bira, hindistan cevizi, patates, pancar, akçaağaç şurubu, malt, tahıl, peynir altı suyu olmak üzere mayalanabilir karbonhidrat kaynağı olan hemen hemen her üründen yapılabilmektedir (Öztürk, 2009). Türk Standartları Enstitüsü TS 1880 sirke standartına göre sirke ‘‘Tarımsal kaynaklı sıvılar ya da diğer gıda ürünlerinden, önce etil alkol fermantasyonu ve daha sonra asetik asit fermantasyonu yoluyla biyolojik metotla üretimi yapılan, kendine has gıda ürünü’’ şeklinde adlandırılmıştır (URL, 2003).

Sirke, suni ve fermantasyon sirkesi olarak iki şekilde yapılmaktadır. Suni sirke ticarete bulunan %50 veya %80 ’lik asetik asitten su ile istenilen ekşilik derecesine kadar sulandırılarak yapılmaktadır. Fermentasyon sirkesi ise şekerli meyvelerden veya diğer hammaddelerden önce alkol ve sonra asetik asit fermentasyonu ile elde edilmektedir. Bu yöntemle elde edilen sirke kullanılan hammaddeye göre elma sirkesi, üzüm sirkesi, pirinç sirkesi, malt sirkesi, bal sirkesi şeklinde isimlendirilir (Gülcü, 2012).

Sirkelerin üretiminde başlıca üç yöntem kullanılmaktadır. Bunlar yavaş, çabuk ve derin kültür (submers) yöntemleridir. Yavaş yöntemde sirkeleşme uzun sürer. Fıçı, damacana, sırlı bir kap veya herhangi bir tahta kaptaki şarabı yarı dolu olarak sıcak bir yerde kendi haline bırakmakla yapılmaktadır. Starter olarak şaraba 1/3-1/4 oranında pastörize edilmemiş ve süzülmemiş iyi keskin bir sirke ilave edilmektedir. 25-30 °C’ de sıcaklıkta 6-8 haftada sirkeleşme tamamlanmaktadır. Alman metodu veya jeneratör metodu olarak bilinen çabuk yöntemde, üç bölümden oluşan ve ağaçtan yapılmış silindirik tanklar kullanılmaktadır. En üst bölümden şarap püskürten başlık bulunur. Tankın orta kısmında ise üzerinde sirke bakterisi bulunan odun talaşı yer alır. Bu şekilde yüzey alanı geniş tutulmuş olur. En alt kısımda ise oluşan sirke toplanır. Sıcaklık 29-30 °C’ de tutulur. Derin kültür yönteminde ise sirke bakterileri aşılansız şaraba ince zerrelere halinde hava verilir. Bu metotla sirke yapılan kaplara ‘‘Asetatör’’ adı verilir. İçerisinde soğutucu borular ve altta hava verici düzeni olan paslanmaz çelik veya tahta bir tanktan ibarettir (Gülcü, 2012).

Nitelik bakımında yavaş yöntemle çok daha nitelikli sirke üretilmesine rağmen çabuk ve derin kültür yöntemi ekonomik ve üretim süreci bakımından avantajlı olduğundan ticari sirke üretimde daha fazla kullanılmaktadır (Morales ve ark., 2001a; Tan, 2005).

Sirke, yapısında şeker olan yaş veya kurutulmuş meyvelerin suyu yada şıraları, farklı proseslere tabii tutularak üretilir. Proseste iki adım vardır. Birincisinde, mayalar, oksijensiz metotla şekerleri etil alkole dönüştürürler. İkinci adımda ise; meydana gelen etil alkol, sirkede bulunan Acetobacter, Gluconacetobacter ve Gluconobacter bakteriler vasıtasıyla oksijenli ortam koşullarında asetik aside oksitlenir (Tosun, 2015).

Sirke, berrak, sulu, renksiz veya hammaddenin rengine sahip bir sıvıdır. Sirkenin bileşiminde bulunan maddeler fermantasyonda kullanılan hammaddeye bağlı olarak farklılık göstermekle birlikte tüm sirke çeşitlerinde ortak olan maddeler bulunmaktadır. Sirkenin; %80 gibi büyük bir kısmını su, geriye kalan %20'lik kısmını ise organik asitler, alkoller, polifenoller ve aminoasitlerden oluşmaktadır (Casale ve ark., 2006).

Sirkede en önemli nitelik parametresi asetik asit miktarıdır. Türk Gıda Kodeksi tebliğine göre en düşük asetik asit miktarı 4.00 g/100 mL olmalıdır. Sirkenin pH değeride 2.00-3.50 arasında olduğu belirtilmiştir (Aktan ve Kalkan, 1998).

TS 1880 EN 13188 Türk Gıda Kodeksi tebliğine göre sirkede bulunması gereken maddeler ve miktarları tablo 1.1'de verilmiştir.

Sirke, her ülkedeki farklı çeşitleriyle dünya çapında yaygın ürünlerden biridir (Mazza ve Murooka, 2009). Yapılan çalışmalarda sirkenin sağlık yönünden faydalı olduğu, antibakteriyal aktivite özelliğine sahip, insanlarda kan basıncını düşürdüğü, şeker hastalığı üzerinde azaltıcı etkisi olduğu, kardiyovasküler hastalıkları önleyici etkiye sahip olduğu, karaciğerde yağlanmayı azalttığı, antioksidan özelliğe sahip olduğu ve egzersiz çalışması bitiminde enerji sağlayıcı özellik gibi birçok biyolojik fonksiyona sahip olduğu bilinmektedir (Nishidai vd., 2000; Kondo vd., 2001; Sugiyama vd., 2003; Johnston vd., 2004; Budak vd., 2011).

**Tablo 1.1.** Sirkelerin TS 1880 ' e göre genel özellikleri

<b>Genel Özellikler</b>	<b>Kriterler</b>
Sirkelerde toplam asit miktarı asetik asit cinsinden 100 ml'de	: en az 4 g (% m/v)
Sirkelerde etil alkol miktarı	: en çok %0.5 v/v
Sirkelerde toplam katı madde miktarı (şeker dışında)	: litrede en az 8 g
Alkol sirkesinde ise toplam katı madde miktarı (şeker dışında)	: litrede en az 0,50
Sirkelerde kül miktarı	: en az 0,8 g olmalıdır.
Sirkelere anorganik ve organik asitler (asetik asit dahil),	: olmamalı
Boya	: olmamalı
Boya	: Gıda Katkı Maddeleri Yönetmeliğinde müsaade edilen boya maddeleri alkol sirkesinde kullanılabilir
Üzüm ve meyve sirkelerinde toplam kükürt dioksit miktarı	: toplam en çok 200 mg/L diğer çeşit sirkelerde toplam en çok 70 mg olmalıdır
Sirkelerde toplam Bakır ve Demir miktarı	: en çok 30 mg/L
Çinko miktarı	: en çok 0,6 mg/L
Toplam Kurşun ve Arsenik miktarı	: en çok 0,2 mg/L
Asetilmetil karbinol testi	: kırmızı tortu oluşmalıdır
Serbest mineral asit testinde	: metiloranj belirteci ile menekşe-sarı renk göstermelidir.
Uçucu olmayan asit miktarı	: litrede tartarik asit cinsinden 1.4 g'dan az olmamalıdır
Üzüm ve meyve sirkelerinde oksidasyon sayısı	: 300'den fazla, alkol sirkelerinde ise 60'dan fazla olmamalıdır.
Üzüm ve meyve sirkelerinde iyot sayısı	: 280'den fazla olmalıdır
Üzüm ve meyve sirkelerinde ester sayısı	: 15'den fazla olmalıdır. Alkol sirkelerinde ve suni sirkelerde 15'den azdır

Bal, bal arıları tarafından salgılanan invertaz enzimi ile bitki nektarlarından elde edilen tatlı, aromatik ve visköz bir şurup olarak tanımlanmaktadır (Akpınar, 2002). Balın yapısında yaklaşık olarak 200 çeşit bileşen bulunmaktadır. Bal içerdiği vitaminler, mineraller, flavonoidler, fenolik asitler, organik asitler, aminoasitler ve enzimler nedeniyle sindirimi kolay, besleyici ve pek çok hastalığa karşı koruyucu ve tedavi edici özellik gösteren fonksiyonel bir gıdadır (Özmen ve Alkın, 2006).

Balın kimyasal bileşimi coğrafi ve botanik kaynağına göre değişmekle birlikte ortalama olarak balın bileşimi tablo 1.2’de sunulmuştur. Katı madde içinde fruktoz, glukoz, maltoz ve sakkaroz olmak üzere şekerler önemli bir paya sahiptir. Ayrıca az miktarda protein, bazı B grubu vitaminler, C vitamini ve çeşitli mineraller de bulunmaktadır. Bal, içerdiği başta glukonik asit olmak üzere asetik, formik, süksinik, bütirik, laktik, malik, sitrik ve okzalik asitler gibi organik asitler nedeniyle asidik bir gıdadır (Özmen ve Alkın, 2006).

Çiçek ballarından biri olan kestane balı, Fagaceace familyasının Castanea cinsine ait ağaçlardan elde edilmektedir. Kestane ağacının 13 türü genellikle kuzey yarım kürenin değişik bölgelerine yayılmıştır. Türkiye’de Karadeniz, Marmara ve Ege Bölgelerinin ormanlık alanlarında Castanea sativa Mill. türü doğal olarak yetişmektedir (Subaşı, 2004; Özkarakaş, 2008). Kestane balı en lezzetli ve yüksek kaliteli ballardan biridir (CastroVázquez ve ark., 2010) . Özellikle tadı, koyu rengi ve aromasından dolayı diğer ballardan daha kolay ayırt edilebilmektedir (Kolaylı ve ark., 2006). Kestane balı acı tadı ve ağızda kalan lezzeti ile bilinmektedir (Yang ve ark., 2012).

Kestane balı yüksek fruktoz ve düşük glukoz içerdiği için sıvı halde daha uzun süre kalabilmektedir (Persano-Oddo ve Piro, 2004). Kestane balının astım ve solunum hastalıkları için iyi bir tedavi edici olduğuna inanılmaktadır (Orhan ve ark., 2003). B ve C vitaminleri açısından zengin olan kestane balı kasları kuvvetlendirici, kan dolaşımını düzenleyici, mide ve karaciğer yorgunluğunu giderici, bağışıklık sistemini güçlendirici ve antimikrobiyel etkilere sahiptir. Koyu renkli ballarda olduğu gibi fenolik bileşen içeriğinin (antioksidan özelliği ) yüksek olması sebebiyle kansere karşı koruyucudur (Gürel ve Karadal, 2012; Mutlu, 2016).



**Resim 1.1.** Organik kestane balı



**Tablo 1.2. Türk gıda kodeksi bal tebliği (Tebliğ No: 2005/49)**

Çiçek Balı	Çiçek Balı	Salgı Balı	Çiçek ve Salgı Balı Karışımı	Fırıncılık Balı
Nem (en fazla)	% 20 % 23 (püren- <i>Calluna</i> ballarında)	% 20	% 20	% 23 % 25 (püren- <i>Calluna</i> kaynaklı fıırıncılıkballarında)
Sakaroz(en fazla)	5 g/100g 15 g/100g (Yalancı akasya – <i>Robina psedoacacia</i> , adi yonca- <i>Medicago sativa</i> , <i>Banksia meziezii</i> çiçek balı, tatlı yonca- <i>edysarum</i> , kırmızı okaliptüs - <i>Eucalyptus camadulensis</i> , meşinağacı - <i>Eucryhia lucida</i> - <i>Eucyrphia milliganii</i> , narenciyeballarında) 10 g/100g (Lavanta çiçeği- <i>Lavandula spp.</i> , <i>Boraga officinalis</i> ballarında)	5 g/100g 10 g/100g (Kızıl çam <i>Pinus brutiave</i> fııstık çamlarından <i>Pinus pinea</i> elde edilen salgı ballarında)	5 g/100g	5 g/100g
Fruktoz +Glukoz (en az)	100g'da 60 gram	100g'da 45 gram	100g'da 45 gram	-
Fruktoz / Glukoz	0,9 - 1,4	1,0 - 1,4	1,0 - 1,4	-
Suda çözünmeyenmadde (en fazla)*	0,1 g/100g	0,1 g/100g	0,1 g/100g	0,1 g/100g
S. asitlik (en fazla)	50 meq/kg	50 meq/kg	50 meq/kg	80 meq/kg
Elektrik iletkenliđi	En fazla 0.8 mS/cm (Kocayemiş- <i>Arbutus unedo</i> , çan otu- <i>Erica</i> , ökaliptus, ihlamur- <i>Tilia spp.</i> , süpürge çalı- <i>Calluna vulg aris</i> ,okyanus mersini- <i>Leptospermum</i> ve çay ağacı- <i>Melaleuca spp</i> 'den elde edilenler hariç olmak üzere) En az 0.8 mS/cm (Kestane balında)	En AZ 0.8 mS/cm	En fazla 0.8 mS/cm En az 0.8 mS/cm (kestane balı ve salgıbalı karışımlarında)	En fazla 0.8 mS/cm
Diastaz sayısı (en az)	8 3 (Narenciye balı gibi yapısında doğal olarak düşük miktardaenzim bulunan ve doğal olarak HMF miktarı 15 mg/kg'danfazla olmayan balda)	8	8	-
HMF (en fazla)**	40 mg/kg	40 mg/kg	40 mg/kg	-
Balda protein ve ham bal delta Cl 3 değerleri arasındakifark	-1.0 veya daha pozitif	-1.0 veya daha pozitif - 1,6 veya daha pozitif (Kızılçam <i>Pinus brutia</i> ve fııstık çamlarından <i>Pinus pinea</i> elde edilen salgıballarında)	- 1.0 veya daha pozitif	- 1.0 veya daha pozitif
Balda protein ve ham bal delta Cl 3 değerlerinden hesaplanan C4 şekerleri oranı (en fazla)	%7	%7 %10 (Kızılçam <i>Pinus brutia</i> ve fııstık çamlarından <i>Pinus pinea</i> elde edilen salgı ballarında)	%7	%7
Prolin miktarı (en az)	180 mg/kg	180 mg/kg	180 mg/kg	180 mg/kg
Naftalin miktarı (en fazla)***	10 ppb	10 ppb	10 ppb	10 ppb

Polen çiçekli bitkilerin erkek cinsiyet hücreleri olup, dişi organın tozlaşmasını sağlamaktadır. Yağlı, buruşuk, dikenli ve yapışkan bir yapısı vardır. Arıların büyüyüp

gelişmelerini tamamlayabilmeleri ve salgı bezlerinin gelişmesi için gerekli olan başlıca protein kaynağıdır. Polen yokluğunda koloninin yavru üretip koloninin devamlılığının sağlanması mümkün değildir (Çankaya, 2008).

Polenin rengi değişik bir renk yelpazesi sahip olup sarıdan yeşile siyahtan mora beyazdan pembeye kadar değişebilir (Bayrak, 2005). Polenin insan sağlığı üzerine birçok faydalı etkisi vardır. Büyümeyi hızlandırıcı, metabolizmayı düzenleyici, bağışıklık sistemini geliştirici, enerji ve kuvvet vericidir. Solunum, sindirim, boşaltım sisteminde ve dolaşım meydana gelen hastalıklarında tedavi edici özelliğe sahiptir. Ayrıca yorgunluğu, kansızlığı iyileştirici etkiye sahiptir. Radyasyonun ve kanserin rehabilitasyonunda, antibiyotik etkisiyle enfeksiyonlarda ve diğer rahatsızlıklarda birçok olumlu tesirleri olduğu belirlenmiştir. Yaraların iyileşmesinde, cilt problemlerinin düzeltilmesinde etkilidir. Beyin fonksiyonlarını düzenleyerek, stres ve psikolojik problemlere karşı etkili olduğu tespit edilmiştir (Şahinler, 2000; Çakmak, 2001).



**Resim 1.2.** Polen

Propolis arı ürünlerinden biri olup, ağaçların kozalak ve kabuk kısımları, bitkilerin tomurcukları ve filiz kısımlarından toplanan yağlar, polenler, özel reçine ve mumlu maddelerin karışımı neticesinde arıların ürettiği bir maddedir (Tosi ve ark., 2002). Yunanlılar tarafından ilk defa keşfedilen propolis, doğal bir antibiyotik olarak insanlar tarafından eski çağlardan beri kullanılmıştır (Hegazi ve ark., 2001).

Propolis, bal arıları (*Apis mellifera*) tarafından çam, meşe, okaliptüs, huş, kavak, kestane gibi ağaçlardan ve bazı otsu bitkilerde bulunan tomurcuk, yaprak ve benzeri kısımlarından toplanan, arıların kovana bir izolasyon malzemesi olarak iyi durumda tutmak ve zararlı istilalarını önlemek için mumla karıştırarak kullandığı, yapışkan özelliğe sahip, reçine biçiminde kokusu olan ve rengi koyu sarıdan kahverengiye kadar değişen bir maddedir (Güney ve Yılmaz, 2013; Kutluca ve ark., 2006).

Propolis antibiyotik, antiviral, antifungal özelliklerinin olduğu ve bol miktarda flavanoid içerdiği için antioksidan etkisinin baldan iki kat daha fazla olduğu bildirilmiştir (Russo, 2004).

Yapılan çalışmalarda doğal balın ve propolisin mide mukozası üzerine koruyucu etkileri olduğu bildirilmiştir (Orsalic ve ark., 2005).



**Resim 1.3.** Propolis

Nohut, yemeklik tane baklagiller içerisinde önemli bir yere sahip olup, binlerce yıldan itibaren günümüze kadar tarımı yapılan ender bitkilerden biridir (Ceran ve Önder, 2016).

Genellikle yağ oranları düşüktür ve kolesterol içermezler (Pekşen ve Artık, 2005). Yemeklik tane baklagillerin kuru tanelerinin bileşimlerinde %18-36 oranında protein bulunmakta ve sindirilebilirliği oldukça yüksektir (%78). Esansiyel aminoasitler bakımından da hayvansal proteinlere yakın değerler göstermektedir. Taneler hem vitamin (A, B, C ve D) hem de minerallerce (Fe, P, Ca) zengindir (Atalay, 2009).

Gıda ürünü olan balın besin değeri yanında biyolojik aktif özellikleri değerini artırmaktadır. Balın biyolojik aktif özellikleri bileşiminde 1.00-2.00 g/100 g oranında bulunan çeşitli vitamin ve fenolik ajanlardan ileri gelmektedir. Sekonder metabolit olarak da bilinen bu bileşikler antioksidan, antimikrobiyal, antitumoral gibi pek çok biyolojik özelliğe sahiptirler. Enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyon ürünlerinden biri olan hidroksimetilfurfural (HMF) balın bileşiminde bulunan bir organik molekül olup, balın tazeliği ve ısıtılardan geçip geçmediği hakkında bilgi verir. HMF'nin toksik ve kanserojenik özelliğinden dolayı balda fazla bulunması istenen bir durum değildir. Ancak

HMF' nin bilinenin aksine antioksidan özelliğe sahip bir ajan olduğu yapılan bazı çalışmalarda dile getirilmektedir (Çavrar, 2009).

Kimyasal ve biyolojik açıdan herhangi bir zararlı reaksiyon ya da organizma üzerinde kontrol edici etki gösteren, onu zararsızlaştıran veya yok eden etkilerin hepsine biyolojik etkinlik adı verilir. Bu etki in vivo ve in vitro olarak test edilebilir. Fakat in vivo çalışmalar oldukça sorumluluk gerektiren, etik kurul kararı, çalışmalar olduğundan çalışmalar önce in vitro olarak yürütülür ve biyolojik etki potansiyeli ölçülür. Daha sonra in vivo çalışmalara geçilir. Biyolojik etki gösteren maddelere biyolojik aktif maddeler denir. Bitkiler diğer organizmalardan farklı olarak sınırsız sayıda biyolojik aktif madde üretebilme yeteneğine sahip canlılardır. Biyokimyasal araştırmalarda daha çok incelenen biyolojik etkinlik testleri; antioksidan aktivite (anti-aging), serbest radikal giderici aktivite, antitümoral, antikanserojen, antibakteriyel, antifungal, antiviral, antiinflatuar, antiherbisit ve anti-insektisit etkiler gibidir (Russell, 2007; Bakkali, 2008).

Antioksidanlar, bir reaksiyon zinciri içinde bir oksitlenebilir substrat oksidasyonunu inhibe edebilir veya geciktirebilir, bu nedenle, birçok hastalığın önlenmesinde çok önemli görünmektedir (Halliwell ve ark. 1992).

Antioksidan bileşiklerin antioksidatif kapasiteleri çeşitli yöntemlerle belirlenmektedir. Çeşitli mekanizmalar boyunca farklı radikallerin rol aldığı antioksidan kapasite analiz yöntemleri, elektron transferi (ET) ve hidrojen atom transferine (HAT) olarak iki gruba ayrılmaktadır (Huang ve ark., 2005; Re ve ark., 1999). HAT yöntemleri, oksijen radikal absorban kapsama gücü (ORAC), total radikal toplayıcı antioksidan parametre (TRAP) ve krosin ağartma yöntemini içerirken; ET yöntemleri, Folin-Ciocalteu reaktifi ile toplam fenol analizi (FRC), troloks eşiti antioksidan aktivite (TEAC), Demir (Fe) iyonu indirgeyen antioksidan güç (FRAP), bakır (II) kullanan total antioksidan aktivite metodu (CUPRAC), ve DPPH metotlarını içerir (MacDonald-Wicks ve ark., 2006).

Bu çalışma; organik kestane balına farklı ürünler ilave ederek bal sirkeleri üretilmesi, üretilen sirkelerin kimyasal içeriklerinin incelenmesi, organik üzüm ve elma sirkesiyle karşılaştırılması ve bal sirke çeşitlerinin Türk Gıda Mevzuatında yer alan standart sirke özellikleriyle karşılaştırılması amacıyla yapılmıştır.

## 1.2. Önceki Çalışmalar

Kılıç (1976) tarafından ülkemizde yapılan çalışmada sirkelerde uçucu olmayan asit oranı % 0.02-0.45, şeker miktarını 0.87-4.46 g/L olduğunu tespit etmiştir.

Şahin vd. (1977) yapmış oldukları çalışmalarında yavař yöntemle ürettikleri kuru üzüm sirkesinin katı madde miktarlarını 9.9-12.0 g/L, oksidasyon sayısını 294.8-524.0, yoğunluğunu 1.0100-1.019 g/cm<sup>3</sup>, iyot sayısını 292.1-382.2 arasında olduđu; öğütölmüş kuru üzümünden üretilen sirkenin kül miktarını 1.82 -2.16 g/L, öğütölmeden üretilen sirkenin kül miktarını 1.56-2.16 g/L olarak belirlemişlerdir.

Şahin ve Kılıç (1981) yaptıkları arařtırmada deęişik metotla üretilen 45 adet natürel sirke numunesi ile konsantre asetik asit, katı miktarını arttırıcı ve renk verici maddelerle taęiş ettikten sonra test etmişlerdir. Taęişli sirkelerin tespit edilmesinde kullanılabilecek kriterleri tespit etmeye çalışmışlardır. Doğal sirke ile taęiş edilmiş yapay sirkenin ayrımını tespit etmek için kullanılan asetil-metil analizinin yalnızca yarıyarıya asetik asit ilave edilerek hileli yapılan sirkelerde bile iki saat zarfında pozitif sonuç olduđunu ve bundan dolayı analizin sadece sirkenin doğallığının tespitinde yetersiz olduđunu rapor etmişlerdir.

Ebihara ve Nakajima (1988) sirke tüketimi ile glukoz ve insulin artışlarının inhibe edildiđi gastrointestinal sistemden etanol emiliminin geciktirilerek sađlandıđı ortaya koymuşlardır.

Kirk ve Sawyer (1991) sirkenin kimyasal özelliklerinin, doğallık ya da yapaylık ayrımı açısından önemli olduđunu belirlemişlerdir. Yapay sirkelerde; asetik asit fermantasyonu neticesinde meydana gelen birtakım fermantasyon yan ürünlerini (tiamin, kül, pantotenik asit, riboflavin vb.) bulunmadıđından, naturel ve taęiş edilmiş sirkenin kolaylıkla ayrımının yapılabileceđini belirlenmiştir.

Gürarda ve Aktan (1991) yaptıkları çalışmada, naturel ya da suni asit ilaveli sirkelerin tespitinin yapılmasında kullanılan asetil-metil karbinol analizinin tek başına yeterli olmadığını belirlemişlerdir. Çalışmada % 80 asetik asit ilaveli sirkelerin bile asetil-metil karbinol analizinin pozitif sonuç verdiđini tespit etmişlerdir. Ayrıca % 100 sentetik sirkeyi bu yöntemle belirlenebileceđi ve asetil-metil karbinol analizine ilave olarak uçucu olmayan asit oranı, iyot sayısı, toplam katı madde, ester sayısı, kül oranı, oksidasyon sayısı, uçucu asit gibi analizlerinde ek olarak yapılması gerektiđini belirtmişlerdir.

Laranjinha vd. (1994) çalışmalarında, klorojenik asit gibi polifenoller yönünden zengin olan elma sirkesinin LDL oksidasyonunu inhibe ettiği ve kardiyovasküler hastalıkları önlediğini tespit etmişlerdir.

Anlı vd. (1997) yaptıkları çalışmalarında; pamuk, ayçiçek ve çam balından üretilen bal şarabının, alkol oranlarını % 8.50-9.70, 7.90-8.60, 8.10-10.20; kuru madde miktarını 26.30-27.60, 26.70-28.40, 27.50-28.20 g/L, invert şeker içeriğini 35.00-39.00, 41.00 -43.00, 29.00-33.00 g / L, pH 3.03-3.07, 3.19 - 3.31, 3.11 - 3.22 genel asit oranı 6.70-7.10 g/L, 6.80 - 6.90 g/L, 6.60-6.70 g/L ve kül miktarını ise 2.35 - 2.52, 2.67-2.73, 3.14 - 3.21 g/L olarak bulmuşlardır.

Saeki vd. (1997) çalışmalarında, ısıya dirençli (termotolerant) değişik asetik asit bakterilerinin ürettiği sirkenin fermantasyon sürecinde, 90 saatlik zaman bitiminde asetik asit üretiminde daha elverişli sıcaklığın 38 °C olarak tespit etmişlerdir.

Theobald vd. (1998) yaptıkları çalışmalarında balzamik ve elma sirkesindeki hidroksi metil furfural (HMF) oranı karşılaştırmışlar ve balzamik sirkedeki HMF miktarının (0.30-3.30 g/L) elma sirkesindeki HMF oranının daha fazla miktarda olduğunu belirlemişlerdir. Yıllandırma durumunda ise HMF miktarının 5.50 g/kg'a kadar yükselebileceğini tespit etmişlerdir.

Morales vd. (1998) çalışmalarında, sirkede önemli organik asitleri (asetik asit, tartarik, sitrik, malik ve laktik) belirleyebilmek için farklı bir iyon-dışı HPLC metodu geliştirmişlerdir. Metodun; daha doğru, daha kolay ve daha çabuk uygulanabileceğini belirtmişlerdir.

Erbe ve Bruckner (1998) çalışmalarında sirke içindeki aminoasit miktarını incelemiş ve balzamik sirkelerin daha fazla L-amino asit 861.00-2000.00 mg/L, D-aminoasit 46.00-361.00 mg/L bulunduğunu ve bekleme sırasında D-alanin ve D-prolin oranının arttığını belirlenmişlerdir.

Horiuchi vd. (1999) yaptıkları çalışmada, düşük kalitedeki soğanlardan sirke üretmişlerdir. Maya ve *A. aceti* bakterisinin kırmızı soğan suyundan üretilen sirkeler için elverişli olduğunu tespit etmişlerdir. Çalışmada, soğandan üretilen sirkelerin kimyasal içeriklerinin ve potasyum içeriğini geleneksel yolla üretilen sirkeyle karşılaştırmışlardır.

Karşılaştırmaya göre, soğan sirkesinin potasyum içeriğinin daha yüksek, sodyum içeriğinin ise daha düşük olduğunu bildirmişlerdir.

Ilha vd. (2000) çalışmalarında, *Apis mellifera* balından sirke elde etmişlerdir. Balı saf su ile sulandırarak içine amonyumsülfat ve amonyumfosfat ilave ederek hazırlamışlar ve *S. cerevisia* ile inkübe etmişlerdir (4.00 g/L). Etanol, 25 °C sıcaklıkta ve 84 saatte üretilmiştir. Çalışma sonunda, % 9 oranında asetik asit (w/v) ve yaklaşık olarak % 1 alkol (v/v) bulunan sirke üretilmiştir. Dış görünüş % 95.37, % 79.07, renk % 94.81 ve lezzet % 75.56 oranında tüketici isteğine uygun olduğunu belirlemişlerdir.

Erbe ve Bruckner (2000) çalışmalarında, şeri sirkelerindeki aminoasit oranı balzamik sirkelerindekine eş biçimde bulunduğunu tespit etmişlerdir. Fakat, şeri sirkesinin L-aminoasit (244.00-456.00 mg/L) ve D-aminoasit (18.00-19.00 mg/L) oranının balzamik sirkesinden miktarın az olduğunu saptamışlardır.

Horiuchi vd. (2000) çalışmalarında, ortaya koydukları iki safhalı kesikli sistem sirke üretimi işleminde daha yüksek kalitede asetik asit içeren sirke elde etmişlerdir.

Samanidou vd. (2001) yaptıkları çalışmalarında, sirkede mevcut olan fenolik maddelerin antioksidan, antitümör, antikarsinojenik ve antimutajenik etkenlerle sağlığa yararlı etkide olduğunu belirlemişlerdir. Salisilik asit enfeksiyon azaltma ve keratin tabakasında etki yapma gibi ilaç özelliklerinin yanında antibakteriyel etkinin de bulunduğunu saptamışlardır. Kafeik asit, ferulik asit ve vanilik asit fenolik bileşiklerin antibakteriyel, antiromatizmal, antivirüs, ve ateş düşürücü özelliğe sahip olduklarını tespit etmişlerdir.

Achaerandio vd. (2002) çalışmalarında, sirkelerde var olan fenolik bileşiklerin uzaklaştırılmasıyla sirke renginin açık hale getirilmesinde modifiye edilen aktif karbon kullanılabilirliğini ortaya koymuşlardır. Fenolik bileşiklerden arındırma, sirkenin rengi, kimyasal dengesi ve raf süresi için elzem olduğunu belirtmişlerdir.

Palacios vd. (2002) çalışmalarında, şeri sirkelere farklı yıllandırma koşulları uygulanmasıyla meydana gelen biyokimyasal ve kimyasal değişimleri incelemişlerdir. Yıllandırma sırasında asetoin, glukonik, süksinik, tartarik, sitrik ve amino asit, konsantrasyonlarının arttığını belirlemişlerdir. Yıllandırmanın, sirkelerde renk değişimine sebep olduğu ve mikrobiyal aktivitede düşüğe yol açtığı tespit edilmiştir.

Fregapane vd. (2003) çalışmalarında, devamlı ve yarı devamlı metotla asetik asit oluşumunu karşılaştırmışlardır. Devamlı metotla üretilen asetik asit miktarını 68.20 g/L, yarı devamlı metotla üretimi yapılan asetik asit miktarını ise 45.10 g/L olarak belirlemişlerdir.

Parronda vd. (2003) yaptıkları çalışmada, peynir altı suyundan %5-6 arasında asetik asitli sirke üretimini gerçekleştirmişlerdir. Araştırmada, peynir altı suyundaki laktozun etil alkole değişimi amacıyla *Kluyveromyces fragilis* 'i maya olarak ve asetik asit fermantasyonu amacıyla *Acetobacter pastorianus* bakterisini ilave etmişlerdir.

Giordano vd. (2003) çalışmalarında, balzamik sirke içinde, maillard reaksiyonun meydana gelmesi esnasında ortaya çıkan 2-furfural ve 5-metilfurfural oranını tespit etmek amacıyla yeni metot bulmuşlardır. Bu yöntemle 2-furfural ve 5-metilfurfural oranının tespit ederek, naturel ve tağış edilmiş balzamik sirkelerin ayırt edilebileceğini belirlemişlerdir.

Azeredo vd. (2003) çalışmalarında, Brezilya'da satılan farklı ballardaki ortalama hidroksi metil furfural miktarını 35.70 mg/kg olarak tespit etmişlerdir.

Johnston vd. (2004) tarafından yapılan çalışmada, sirke kullanımına bağı olarak insülin hassasiyetinin tip-2 diyabetli bireylerde %19, prediyabetik bireylerde ise %39'a kadar gelişim gösterdiğini bildirmişlerdir.

Consonni ve Gatti (2004) uyguladıkları yöntem (1H NMR) ile balzamik sirkelerde metabolitleri saptayarak yıllandırma durumunu belirlemişler.

Tesyafe vd. (2004) geleneksel yöntemle tahta fıçı ve meşe yongalarıyla yıllandırılan sirkelerin katı madde ve toplam fenolik maddelerindeki farklılaşmayı inceledikleri yıllandırma çalışmalarında sonucunda en etkin değişikliğin toplam fenol bileşiklerinde olduğunu bulmuşlardır. Katı madde miktarında ise önemli bir değişiklik olmadığını belirlemişlerdir. Fenol bileşiklerindeki artışın sirinaldehit ve sinapinaldehitten kaynaklandığını ifade etmişlerdir. Fenolik maddelerin tağış edilmiş sirkelerde 80.00-100.00 mg/L, şarap sirkelerinde ise 150.00-400.00 mg/L'ye yakın olan bu artmanın nedeni meşe yongalarının yüksek derecedeki ekstraksiyonundan olduğunu tespit etmişlerdir.

Valero vd. (2005) yaptıkları çalışmada, beyaz, kırmızı üzüm ve elma şarabından yapılan sirkelerdeki uçucu bileşenler ve serbest aminoasit içeriklerini araştırmışlardır. Asetik asit bakterisine asimile edilebilir azotu tedarik edebilen bileşen içeriğinin, bütün sirkeler için



eş yapıda olduğunu açıklamış ve L-lösinin asetik asit bakterisinin temel azot menşei olması sebebiyle şarap sirkesinde daha etkili aminoasit olarak tespit etmişlerdir. Özellikle L-lösinin elma sirkesinde daha etkin azot menşei olduğunu ve bunuda kırmızı ve beyaz şarap sirkesinin takip ettiğini belirtmişler. Şarap sirkesi için L-prolininde önemli olduğunu ancak L-lösin gibi tamamen tüketilemediğini belirlemişlerdir.

Zappala vd. (2005) çalışmalarında, narenciye ballarında pH değerini 3.43-3.49, serbest asitlik değerini 26.00-29.80 meq/kg, nem değerini % 16.60 -19.50, kül değerini % 0.05-0.12, elektriksel iletkenliği 0.22-0.35 mS/cm, HMF 8.10-45.20 mg/kg arasında olduğunu tespit etmişlerdir.

Cocchi vd. (2006) balzamik sirke üzerine yaptıkları çalışmalarında, yıllandırma ile farklı zamanlarda alınan numunelerde organik asit ve şeker oranları araştırmışlardır. İnceleme sonunda yıllandırmanın değişik dönemlerindeki, madde miktarlarında tartarik 4.00-9.70 g/kg, sitrik 0.60-1.50 g/kg, malik 6.60-15.50 g/kg, butandioik asit 0.36-0.62 g/kg asit, fruktoz 131.00-279.00 g/kg, glikoz 153.00-294.00 g/kg, ksiloz 0.10-0.40 g/kg, riboz 0.08- 0.43 g/kg, ramnoz 0.06-0.20 g/kg, galaktoz 0.14-0.39 g/kg, mannoz 0.40- 1.47 g/kg, arabinoz 0.33-1.00 g/kg ve sakkaroz 0.47-6.86 g/kg farklılıklar tespit etmişlerdir.

Casale vd. (2006) çalışmalarında, sirkelerin depolanması esnasında oluşan farklılaşmayı ve yıllandırma sürecindeki değişiklikleri incelemişlerdir. Bu değişiklikleri belirlemek için çeşitli kemometrik tekniklerle birleştirilen yakın infrared spektroskopisi yöntemini kullanmış ve bu yöntemin depolama sırasında oluşan değişimleri kontrol etmek için kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Carlavilla vd. (2006) çalışmalarında, sirkelerdeki aminoasitleri belirlemek için pratik bir metot olan MECK-LIF yöntemini daha da geliştirmişler ve bu metot ile sirkedeki, 11 L- ve D-aminoasitin hassas bir şekilde analiz edilebileceğini belirtmişlerdir. Bu aminoasitlerin bakteriyel gelişim için bir gösterge olduğunu ve böylelikle mikrobiyal kontaminasyonun olup olmadığını bu aminoasitlerin miktarlarıyla tespit edilebileceğini bildirmişlerdir.

Xu vd. (2006) çalışmasında, sirke yapımı esnasında oluşan maillard reaksiyonlarıyla meydana gelen koyu renkli polimer olan melanoidinler sirkenin duyuusal niteliği ve karakteristiğinin belirlenmesinde etkin olduğu ve bu bileşiklerin sağlık için yararlı antioksidan aktivitesi gösterdiğini tespit etmişlerdir. Bundan başka yıllandırma ve depolama

gibi etkenlerin sirkenin antioksidan ve melanoidin aktivitesini etkileyebileceğini belirtmişlerdir.

Guerrero vd. (2006) çalışmalarında, sirkedeki uçucu bileşikleri belirlemek için GC-MS (gaz kromatografisi kütle spektrometresi) spektrometresiyle monte edilen SBSE (stir bar sorptive ekstraksiyonu)'nin diğer metotlarla kıyaslamışlardır. Böylece, SBSE'nin PDMS ve SPME 'ye göre çok daha pratik ve kullanışlı metot olduğunu tespit etmişlerdir.

Zhang vd. (2006) çalışmalarında, Çin sirkelerinin yapılarını belirlemek için elektronik bir koku algılama aracı yapmayı hedeflemişler ve nitelik açısından önemli olan hammadde, total asitlik, çeşit, fermantasyon metodu ve üretimi yapılan coğrafik alanlar gibi girdileri incelemişlerdir. İnceleme sonrasında fermantasyon tekniğinin karakterizasyonunda daha etkili olduğunu belirlemişlerdir. Ayrıca, incelemesi yapılan sirkelerde analizlerin doğruluğu tahmini olarak; nevine göre % 72.10, hammadde açısından % 76.50, toplam asitlik açısından % 77.90, üretim bölgesi açısından % 82.40 ve fermantasyon yöntemi açısından % 94.10 olarak tespit etmişlerdir.

Xu vd. (2007) yaptıkları çalışmada, sirke üretiminde maillard reaksiyonu ile meydana gelen kahverengi polimer melanoidlerin antioksidan özelliklerinden dolayı sağlığı koruduklarını göstermişlerdir. Ayrıca aynı çalışmada iki yıllık bir yıllandırma işlemi ile sirkelerde antioksidan ativitenin taze sirkelere göre arttığını rapor etmişlerdir.

Ünal (2007) değişik metotlarla üretimleri gerçekleştirilen çalışmada, şarap sirkelerinin total asitlik oranını 4.13-6.60 g/100 mL, invert şeker oranını 0.80-3.20 g/L, katı madde oranını 10.84-12.61g/L, özgül ağırlıkları 1.011 -1.014 g/ml ve sirkedeki total fenol bileşik oranını gallik asit türünden 423.90-499.90 mg/L aralığında olduğunu bulmuşlardır.

Kondo vd. (2009) çalışmalarında, sirkenin zayıflatma üzerindeki etkisini incelemişler ve 3 ay boyunca obez insan denemelerinde üç değişik içeriğe sahip 500 ml su vermişler ve sular 0, 15 ve 30 ml sirke olacak biçimde hazırlamışlardır. Denemenin yapıldığı kişiler 3 ay sonunda vücut ağırlığı, beden kitle oranları, bel çapı ve serum trigliserit seviyeleri ölçülmüş. Plesebo (%0 sirkeli su) ile karşılaştırıldığında 15 ve 30 ml sirkeli su tüketiminin istatistiksel olarak ilgili parametrelerde azalışa neden olduğunu rapor etmişlerdir.

Kadar vd. (2010) yaptıkları çalışmalarında, limon ve portakal ballarını incelemişlerdir. Yaklaşık renk oranlarının L\* 47.23-49.01; a\* 7.15-5.35; b\* 27.78-27.25 aralığında

değiştirdiğini ve ballar arasında ayrımının yapılmasında b\* niteliğinin ayırım edici olmadığı; limon balının daha kırmızı renkte (daha fazla a\* niteliği) ve daha mat (daha az L\* niteliğine) olduğunu tespit etmişlerdir.

Rodriguez vd. (2010) İspanya’da yaptıkları çalışmalarında, üretimi yapılan turunçgil ballarının renk tespitlerinde L\* niteliği 89.72–95.18, a\* niteliği (-)1.28–1.05 ve b\* niteliğinin ise 16.99–21.79 civarında olduğunu kaydetmişlerdir.

Saxena vd. (2010) çalışmalarında bal numunelerinde L değerinin >50 olduğunda açık renkte, L değerinin ≤50 olduğunda balın koyu renkte olduğunu belirlemişlerdir.

Budak (2010) yaptığı çalışmada sirke kullanımının trigliserid düzeyini düşürdüğünü belirlemiştir. Aynı çalışma sirkenin HDL-kolesterol düzeyini arttırdığı ve buna bağlı olarak kalp krizi, felç, damar tıkanması gibi hastalıkların ortaya çıkma olasılığını azaltabileceğini göstermiştir.

Budak (2010) üzüm ve elma sirkesi üretim aşamalarındaki örneklerin bazı özelliklerini incelemiştir. Üzüm sirkesi örneklerinde pH 2.87-3.91, özgül ağırlık 0,996-1.098 g/mL, titrasyon asitliği 0.53-12.29 g/100 mL, çözünür katı madde 6.50-22.50 g/L, total katı madde 1.66-22.58 g/100 mL, kül 1.90-4.80 g/L olarak belirlemiştir. Elma sirkesi örneklerinde ise pH 2.87- 4.30, özgül ağırlık 0.9987-1.0517 g/mL, titrasyon asitliği 0.19-7.37 g/100 mL, çözünür katı madde 3.83-11.67 g/100 mL, total katı madde 1.37-10.26 g/100 mL, kül 1.70-4.70 g/L aralısında değiştiğini rapor etmiştir.

Zhang vd. (2011) yaptıkları çalışmada bal sirkesinin aroma maddelerini incelemiştir. Katı fazlı mikroekstraksiyon metoduyla aroma bileşikleri ekstrakte edilip GC-MS ile analiz edilmiştir. Analizde 50’ den fazla bileşik tespit edilmiş olup, alan normalizasyon metodu kullanılarak miktarları belirlenmiştir. Sonuçta Esterlerin oranı % 30.38, alkollerin % 18.79, aldehitlerin % 15.22, ketonların % 3.09, Asit miktarı % 27.40, fenollerin % 2.51 ve hidrokarbonların ise % 1.07 oranında olduğu hesaplanmıştır. Araştırmacılar bu bileşiklerin bal sirkesinin lezzet ve aromasının meydana gelmesinde etkin bir katkısının olduğunu tespit etmişlerdir.

Ubeda vd. (2013) araştırmalarında, çilek meyvesinin üretim fazlası artıklarını kullanarak, alkol ve asetik asit fermentasyonu ile çilek sirkesi üretmişler. İncelemede sirke üretimi esnasında, toplam fenol, antioksidan aktivite ve monomerik antosiyanin oluşumunu

belirlemeyi hedeflemişlerdir. Sülfürdioksit ve pektolitik enzimlerin substrata eklenince parametrelerin de arttığı görülmüş, ölçülen tüm parametrelerin double fermentasyon süresince azaldığını ve asetik asit aşamasının, yüksek bir antioksidan kaybına neden olduğunu tespit etmişlerdir.

Kadaş (2013) yaptığı çalışmada alıç sirkesinin yüksek miktarda fenolik madde içerdiği, antioksidan kapasitesinin yüksek olduğunu, buna bağlı olarak kan şekerini düşürmede, kolesterolün azaltılmasında, trigliserid seviyesinin düşürülmesinde ve kilo kaybında etkin olduğunu bildirmiştir.

Budak vd. (2014) asetik asit, gallik asit, kateşin, epikateşin, klorojenik asit, kafeik asit, ferulik asit ve p-kumarik asit gibi biyoaktif bileşikleri yapısında doğal olarak bulunduran sirkenin tüketiminden kaynaklanan iyileştirici, antioksidatif, antidiyabetik, antimikrobiyal, antitümör, anti-obezite, antihipertansif ve kolesterol düşürücü etkileri açığa çıkmaktadır.

Svecova vd. (2015) Çekoslavakya'daki bal şarapları konusundaki çalışmalarında, glukoz ve fruktoz oranı 68.00–237.00 ve 62.00–243.00 g/L olup; HMF oranı 27.00–209.00 mg/L olarak belirlemişlerdir. Organik asitlerden malik asit oranı 35.50–878.00 mg/kg, sitrik asit oranı 44.00–465.00 mg/kg ve suksinik asit oranı ise 23.40–232.00 mg/kg arasında tespit edilmiştir.

Öztürk vd. (2015) Türkiye'nin farklı bölgelerinden toplanan yirmi geleneksel ev yapımı sirkenin antioksidan, antimikrobiyal, mineral ve uçucu profillerinin yanı sıra fizikokimyasal ve antimikrobiyal özellikleri ve mikrobiyal floralarını araştırmışlardır. Bu sirkelerin karakteristik özellikleri 5 endüstriyel sirkeyle karşılaştırmışlardır. Endüstriyel sirkeler yüksek antimikrobiyal etki gösterirken, sadece 3 geleneksel sirke yüksek antimikrobiyal etki göstermiştir. Bu sonuçlara göre, geleneksel sirkelerde genellikle yüksek mikrobiyal yük gözlemlenmişler, buna karşın endüstriyel sirkelerde nadiren mikroorganizma bulmuşlardır. Tüm sirkelerin fizikokimyasal özelliklerinin son derece değişken olduğunu gözlemlenmiştir. Geleneksel sirkelerde toplam 61 uçucu bileşik belirlemişlerdir.

### **1.3. Çalışmanın Amacı**

Biyoaktif maddeler; gıdaların yapısındaki besin öğelerinin yanı sıra biyolojik ve fizyolojik fonksiyonları ile sağlığa yararlı etki gösteren kimyasal bileşenlerdir. Biyoaktif bileşiklerin sağlık üzerine olumlu etkileri; enzimatik reaksiyonlarda kofaktör veya inhibitör,

biyokimyasal reaksiyonlarda substrat, faydalı bakteriler için fermantasyon substratı, zararlı bakteri gelişimini önleyici inhibitör, bağırsaktaki istenmeyen bileşiklerin uzaklaştırılmasında absorbant, reaksiyon kapasitesi yüksek ve zehirli kimyasallar için yakalayıcı ajan olarak bilinir (Kris-Etherson vd., 2002). Biyoaktif bileşikler karotenoidler, fitosterinler, terpenler ve polifenoller gibi bitki materyalleri ya da biyoaktif peptidler gibi fermente gıdalardaki bileşenlerdir (Schmid, 2010). Meyve ve sebzelerde bulunan biyoaktif bileşikler arasında başlıca fenolikler, vitaminler ve karotenoidler bulunur (Halliwell, 1996). Günümüzde yeni fonksiyonel gıdalar ve bileşikler tanımlamak için araştırmalar devam ederken sirke anasının biyoaktif bileşenleri ile ilgili bir çalışma bulunmamaktadır. Ancak, sirke anasının sirkeden kaynaklanan melanoidinler,  $\alpha$ -glukan, fruktooligosakkaritler, fenolik bileşikler, vitamin ve mineral benzer biçimde biyoaktif bileşiklerin içerebileceği düşünülmüştür.

Gıdalarda şimdiye kadar belirlenen birçok biyoaktif bileşen kimyasal yapı ve özelliklerine göre; karotenoidler, flavonoidler, fosfolipidler, klorofiller, steroller ve polifenoller olarak sınıflandırılmaktadır. Ayrıca, farmakolojik etkileri ortaya çıkan vitamin ve mineraller de biyoaktif bileşenler olarak kategorize edilmektedir. (Duda ve ark., 2015; Hamzalıoğlu ve Gökmen, 2016).

Fenolik bileşikler ve onların alt grubu olan flavonoidler, gıdalarda en fazla bulunan gıda bileşenleri olup, antioksidan özellik gösteren ve kardiyovasküler hastalıklar üzerine olumlu sağlık etkileri oluşturan biyoaktif bileşenlerdir. Diğer taraftan, fenolik bileşiklerin antioksidan aktiviteden sorumlu olduğu ve fenolik madde miktarına bağlı olarak antioksidan aktivitenin de arttığını bilinmektedir. Bunun dışında, flavonoidlerin alt grubu olan ve gıdaların renginden sorumlu antosiyaninler de biyoaktif bileşikler arasında yer alır (Chang ve ark., 2007; Perez-Vizcaino ve Duarte, 2010; Ünlüer, 2011; Charoenkiatkul ve ark., 2015; Hamzalıoğlu ve Gökmen, 2016;).

Bioaktif karbonil grubu içeren biyoaktif bileşiklerin birçoğu antioksidan özelliklerinin yanında, antiviral, antirombotik, antialerjik antikarsinojik, antiinflamatuvar, antibakterial, antitümör, antiobezite ve antimikrobiyal özelliklere de sahiptir (da Silva ve ark., 2016; Hamzalıoğlu ve Gökmen, 2016).

Biyoaktif bileşenlerce zengin gıdalara dayalı diyetin, kanser ve kardiyovasküler gibi kronik hastalıkların oluşma riskini azalttığı, diyabet, alzheimer, katarakt, felç gibi

rahatsızlıkları önlediği, bazı yaşlanma belirtilerini azalttığı epidemiyolojik birçok çalışma ortaya konulmuştur (Kahraman ve ark., 2002; Kris-Etherton ve ark., 2002; Biesalski ve ark., 2009; Andres ve ark., 2016; Hamzalıoğlu ve Gökmen, 2016).

Bu çalışmanın amacı; organik kestane balına nohut, polen ve propolis gibi antioksidan bakımından zengin maddelerin ilavesi yapılarak biyoaktif içerik bakımından farklı bal sirkelerinin üretilmesi elde edilen ürünlerin fiziksel, kimyasal ve biyoaktif içeriklerini tespit edilmesidir. Ayrıca halk arasında tüketimi fazla olan üzüm ve elma sirkesiyle biyoaktif özelliklerin karşılaştırılması ve Türk Gıda Mevzuatına uygunluğunun belirlenmesi amaçlanmıştır.

#### **1.4. Çalışmanın Kapsamı**

TS 1880 Sirke Standardına göre “sirke, tarım kökenli sıvılar veya diğer maddelerden, iki ayrı fermantasyonla (alkol ve asetik asit fermantasyonu) biyolojik yoldan üretilen, kendine özgü ürün” olarak tanımlanmıştır. Aynı standartta, sirke üretiminde kullanılan hammaddelere göre sirke çeşitleri; şarap sirkesi, meyve sirkesi, meyve şarabı sirkesi, elma şarabı sirkesi, alkol sirkesi, baharatlı sirke (aromalı sirke), tahıl sirkesi, malt sirkesi, bal sirkesi, peynir altı suyu sirkesi ve bira sirkesi olarak verilmiştir. Eski çağlarda sirke, yalnızca sofralarda tüketilmekle kalmamış; tarla işlerinde, avda, kara ve deniz seferlerinde de serinletici bir içki olarak yerini almıştır. Aynı zamanda sirke o dönemlerde ilaç olarak da kullanılmıştır. Günümüzde ise sirke, yalnızca yemeklerde, salatalarda değil turşu yapımında da kullanılır. Ayrıca mayonez, salça, salamura, hardal ve diğer benzeri gıda maddelerinin hazırlanmasında ve konserve edilmesinde, az miktarda da antiseptik olarak kullanılmaktadır. Sanayi tipi üretimde 4-5 haftalık sirkeleşme süreci birkaç güne düşürülmektedir. Sirke bakterileri, *Acetobacter sp.* ve *Gluconobacter sp.* cinslerine ait türler olup ticari sirke üretiminde yaygın olarak *Acetobacter sp.* türleri kullanılır. Sirke değişik hammaddelerden, farklı yöntemlerle elde edilen bir fermantasyon ürünüdür.

Bu çalışmanın maksadı, Türkiye de üretilen organik kestane balından uygun koşullarda bal sirkesini üretme kimyasal bileşimlerinin tespit etme ve biyoaktif bileşenleri bulmaktır. Bu amaçla da bal üretimi yapan firmadan organik kestane balı tedarik edilerek biyoaktif bileşenler bakımından zengin sirke üretimi amaçlanmıştır. Toplamda 11 adet farklı ürün üretilmesi amaçlanmıştır. Organik kestane balından sade olarak, polen, propolis ve

nohut ilaveli ürünler. Ayrıca üretilen sade kestane balı sirkelerine polen ve propolis ilavesi yapılarak ürünler elde edilmiştir. Ayrıca üretim sırasında bazı örneklere sirke ve ekmeke mayası ilaveli ürünler elde edilmiştir. Bu ürünlerin renk gibi fiziksel analizleri ile uçar asit, uçar olmayan asit, alkol, asetilmetil karbinol, ester miktarı, iyot sayısı, kül, oksidasyon sayısı, pH, toplam asitlik, toplam şeker, toplam katı madde, toplam şekerli katı madde, mineral analizleri gibi kimyasal analizler ve toplam antioksidan, toplam fenol, toplam flavanoid DPPH serbest radikal temizleme aktivitesi tayini, ABTS•+ radikal katyonu süpürücü etki tayini, toplam demir indirgeme antioksidan kapasitesi gibi biyoaktif özellikleri incelenmiştir. Ayrıca kullanılan hammaddelerden bal, propolis ve polenin biyoaktif özelliklerine bakılmıştır. Üzüm ve elma sirkelerinin biyoaktif bileşenleri ile karşılaştırma yapılmıştır.

## 2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

### 2.1. Kestane Balından Değişik Yöntemlerle Sirke Üretimi

Bu araştırmada sirke ham maddesi olarak organik kestane balı kullanılmıştır. Tabip Gıda firmasından temin edilen organik kestane balı, Gümüşhane Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü laboratuvarında organik kestane bal sirke çeşitleri üretilmiştir. Yüzey kültür yöntemi kullanıldı. 11 tane 2500 mL' lik kavanoza 110 g organik kestane balı konuldu. Briksi % 15 olana kadar su ilave edilerek karıştırıldı. Birinci kavanoza yalnızca organik kestane balı, ikinci kavanoza 15g ezilmiş nohut, üçüncüsüne 100 mL elma sirkesi, dördüncüsüne 15 g polen, beşinci kavonaza 15 g propolis, altıncısına 10 g ekmek mayası, yedincisine nohut ve polen, sekizincisine 15 g nohut ve propolis, dokuzuncusuna 15 g sonradan polen, onuncusuna 15 g sonradan propolis, onbirincisine 15 g propolis ilave edilerek mikserle karıştırılarak ağzı tülbent ile kapatıldı. Hazırlanan tüm numuneler 28-30 °C 'de etüve konuldu. Kestane balı sirkesi üretimi sırasında asitlik artışını takip etmek için sirke numuneleri haftada bir (1, 7, 14, 21, 28.) günlerde asetik asit analizi yapıldı. Ancak asitlik artışı yavaş olunca iki haftada bir (47, 62, 82 ve 102.) günlerde asitliğine bakıldı. Sıvıya ait yüzeyin üst kısmında adacıklar biçiminde incecik yapıda ve şeffafimsı bir zar meydana geldi, oluşan bu zarçık giderek genişleyerek tüm üst kısmı kapladı. Yüzeyde oluşan bu sirke zarının dağılmadan bütün kalmasına dikkat edildi. Beklenen asitlik değerine ulaşılmasına yakın alkol analizi yapılarak % 0.50 altında alkol kaldığında fermantasyon bitirildi. Sirkeleşme 4-14 haftada tamamlandı. Bal sirkeleri analiz yapılmıca kadar buzdolabında 4°C'de saklandı. Çalışma 3 Paralel olarak yürütülmüştür (toplam 33 kavanoz). Bal sirkelerin kodlaması Tablo 2.1.'de verilmiştir.

Tüm kimyasallar ve çözücüler (analitik saflık veya HPLC saflığı), Merck'ten (Darmstadt, Almanya) satın alındı. Kimyasal standartlar, Sigma-Aldrich'den (St. Louis, MO, ABD) satın alındı. Agilent Marka 7700 Serisi MP-AES cihazı Mineral Analiz için, Thermo Finigan marka HPLC Sistemi şeker analizleri, renk analizi için Minolta Chromameter (CR-200) kullanılmıştır. Kullanılan hacimli cam malzemeler A sınıfı olup ve otomatik pipetlerin kalibrasyonları yapılmıştır



**Tablo 2.1.** Üretilen sirkelerin kodlanması

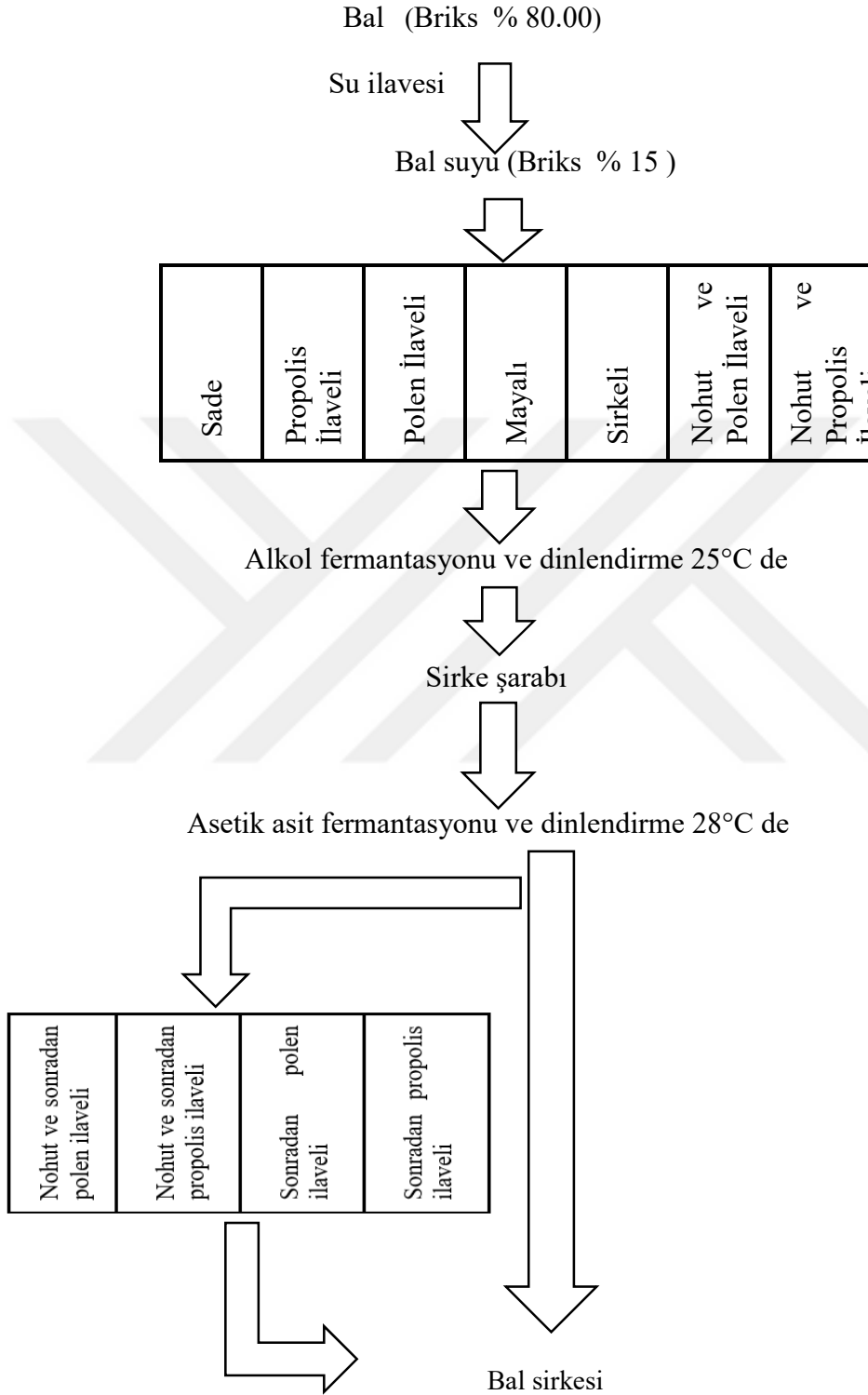
Kod	Sirke Çeşitleri
S1	Sade kestane balı
S2	Sade kestane balı +propolis
S3	Sade kestane balı +polen
S4	Sade kestane balı +maya
S5	Sade kestane balı +sirke
S6	Sade kestane balı + nohut+polen
S7	Sade kestane balı + nohut+propolis
S8	Sade kestane balı + nohut+sonradan polen
S9	Sade kestane balı + nohut+sonradan propolis
S10	Sade kestane balı + sonradan polen
S11	Sade kestane balı + sonradan propolis

Üretim aşamasında örneklere ait fotoğraflar Resim 2.1 de verilmiştir.



**Resim 2.1.** Üretim esnasında görüntüler

Bal sirkesi üretimine ait üretim akış şeması şekil 2.1' de verilmiştir.



Şekil 2.1: Yüzey kültür yöntemi ile bal sirkesi üretimi iş akım şeması

## **2.2. Genel Analizler**

Organik kestane balından farklı şekilde üretilen toplam 11 adet sirke kullanılarak aşağıdaki analizler yapıldı.

### **2.2.1. Toplam Asit, Uçucu ve Uçucu Olmayan Asit Miktarı Tayini**

#### **2.2.1.1. Cihaz ve Malzemeler**

- Pipet, 10 ml’lik tek işaretli
- Büret, 25 ml’lik 0,05 ml taksimatlı
- Erlen, 150 ml’lik
- Cam Damıtma Düzenegi

#### **2.2.1.2. Reaktifler**

- 0.5N Sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi (TS 545’e göre hazırlanıp ve ayarlandı)
- 0.1N Sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi (TS 545’e göre hazırlandı)
- Fenolftalein, 100 ml %96’lık etil alkole 1 gram fenolftalein katılması ile karıştırılarak hazırlanır.

#### **2.2.1.3. İşlem**

##### **2.2.1.3.1. Toplam Asit Tayini**

Bir erlene 10 ml sirke alınıp üzerine kaynatılarak soğutulmuş damıtık sudan 100 mL katıldı. Alkol sirkesi veya açık renk sirkelerde buna gerek yoktur. İndikatör olarak birkaç damla fenolftaleyn damlatılır. Ayarlı 0.5 N ayarlı NaOH ile titre edildi (TS 522).Asitlik tayini görüntüsü resim 2.2’de verilmiştir.



**Resim 2.2.** Asitlik tayini görüntüsü

#### 2.2.1.3.2. Uçar Asit Tayini

Buharlı damıtma düzeneği kullanıldı. Öncelikle düzenekte su buharı geçirildikten sonra 300 mL' lik buharlaşma kabına 50 mL sirke örneği konuldu. 50 dk içinde su buharı ile yapılan destilasyonda 200 mL destilat toplandı. Damıtma esnasında buhar sağlayan kabın ısısı buharlaşma kabında 25 mL sirke seviyesi kalacak biçimde ayarlandı. Elde edilen destilat 0.1 N ayarlı NaOH ile fenolftalein damlatılarak titre edildi (TS 522). Uçar asit tayin düzeneğini aşağıda resim 2.3'de verilmiştir.



**Resim 2.3.** Uçar Asit Tayin Düzeneği

### 2.2.1.3.3. Uçucu Olmayan Asit Tayini

Toplam asitlik miktarından toplam uçucu asit miktarının çıkarılmasıyla hesaplanır (TS 522).

### 2.2.1.4. Hesaplama ve Sonucunun Gösterilmesi

Sonuçlar g/L asetik asit cinsinden toplam asit miktarı aşağıdaki formüle göre hesaplandı.

$$\text{Toplam asit miktarı} = \text{Sarf edilen } 0.5 \text{ N ayarlı NaOH miktarı} \times 3 \quad (2.1)$$

Toplam Asit miktarı asetik asit cinsinden g/L dir.

Litrede sirkede uçar asitlik g olarak asetik asit cinsinden toplam asit miktarı aşağıdaki formüle göre hesaplandı.

$$\text{Toplam Asit miktarı} = \text{Sarf edilen } 0.1 \text{ N ayarlı NaOH miktarı} \times 0.12 \quad (2.2)$$

Uçar Asit miktarı asetik asit cinsinden g/L dir.

Litrede sirkede uçucu olmayan asitlik g olarak asetik asit cinsinden toplam asit miktarı aşağıdaki formüle göre hesaplandı.

$$\text{Uçucu Olmayan Asit Miktarı} = \text{Toplam Asitlik} - \text{Uçucu Asitlik} \quad (2.3)$$

Uçucu olmayan asit miktarı asetik asit cinsinden g/L dir.

## 2.2.2. Toplam Katı Madde Miktarı Tayini

### 2.2.2.1. Cihaz ve Malzemeler

- Pipet 25'lik (tek işaretli)
- Platin veya porselen kapsül (yaklaşık 100 ml hacimli)
- Kurutma dolabı (etüv)
- Su banyosu
- Hassas terazi, 0,1 mg hassasiyetle

- Desikatör
- Etüv

### 3.2.2.2. İşlem

Darası alınmış, dibi düz ve dip çapı yaklaşık 50 mm olan platin veya porselen kapsüle bir pipetle 25 ml sirke konularak su banyosunda 30 dakika bırakıldı. Sonra  $100\pm 2$  °C 'a ayarlı bir etüvde 3 defa sulandırılarak sabit tartıma gelinceye kadar (yaklaşık 2.5 saat) kurutuldu. Desikatörde 20 dk soğutuldu ve tartıldı (TS 1880) (kalıntı kül tayini için saklandı).

### 3.2.2.3 Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

Toplam katı madde miktarı (K) litrede gram olarak aşağıda formül ile hesaplanır:

$$K=(M_2-M_1)\times 40 \quad (2.4)$$

Burada;

$M_1$ =Kabın darası, g

$M_2$ =Kurutmadan sonraki (kap + numune) miktarı, g

Toplam katı madde miktarı bulunan şeker miktarından çıkarılarak şekersiz kuru madde miktarı bulunur. Toplam katı madde tayini resim 2.4' de verilmiştir.



**Resim 2.4.** Toplam katı madde tayini

### 2.2.3. Kül Miktarı Tayini

#### 2.2.3.1 Cihaz ve Malzemeler

- Porselen veya platin kroze
- Pipet 25'lik (tek işaretli)
- Kurutma dolabı (etüv)
- Su banyosu
- Hassas terazi 0,1 mg hassasiyette
- Desikatör
- Kül fırını, 525 °C 'a ayarlanabilen

#### 2.2.3.2. İşlem

Katı madde için alınmış numunede katı madde tayini yapıldıktan sonra kapsüldeki ürün kül tayini için kullanıldı. Kül tayini bir katı madde tayininin devamı şeklindedir. Platin veya porselen kapsüldeki bu örnek kül fırınında 525±10 °C 'da beyaz veya kül rengi alıp sabit tartıma gelinceye kadar yakıldı, desikatörde 20 dakika bekletildikten sonra hemen tartıldı, kapsülün darası çıkarıldıktan sonra kül miktarı bulundu (TS 1880).

#### 2.2.3.3. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

Numunenin kül miktarı (K) litrede gram olarak aşağıdaki formülle bulunur.

$$K=(M_3-M_1)\times 40 \quad (2.5)$$

Burada;

$M_1$ =Kabın darası, g

$M_3$ =Yakmadan sonraki (kül+kab) ağırlığı, g

Kül Tayini aşağıda resim 2.5' de verilmiştir.



**Resim 2.5. Kül Tayini**

#### **2.2.4. Alkol Miktarı Tayini**

##### **2.2.4.1. Cihaz ve Malzemeler**

- Damıtma düzeneği
- Ölçülü balon 100 mm'lik
- Piknometre 100 ml'lik
- Alkalimetre
- Hassas terazi, 0,1 mg hassasiyette

##### **2.2.4.2. Reaktifler**

- Sodyum Hidroksit Çözeltisi (NaOH) % 40 (m/v) lik
- Katı parafin veya Tannik asit

##### **2.2.4.3. İşlem**

Bir damıtma balonunun içine 100 ml sirke örneği konuldu ve içine ortam nötr oluncaya kadar % 40 m/v lik NaOH çözeltisi katılır. Köpürmeyi önlemek için balona birkaç parça parafin ilave edildi. Tahmini olarak ¼'lük kısmı damıtıldı. Elde edilen destilat saf su ile tekrar 100 ml'ye tamamladı. Piknometre yöntemi (TS 4889) kullanılarak 20 °C ' de ki yoğunluğu ve bu yoğunluktan TS 522 'deki cetvel yardımı ile hacim olarak yüzde (v/v) alkol miktarı bulundu (TS 522). Alkol tayini için kullanılan düzenek aşağıda resim 2.6' da verilmiştir.





**Resim 2.6.** Alkol tayini

### 2.2.5. Toplam Şeker Tayini

İnvert şeker türünden eşdeğeri hesaplanan bakır (II) çözeltisi bazik hale getirilmiş örneğin sulu çözeltiyle metilen mavisi indikatörü yardımıyla titre edilmesi esasına dayanır. Örnekte bulunan glikozun ve früktozun iki elektron vermesiyle yükseltgenirken, Cu (II) iyonları da Cu (I) haline indirgenmiş olur. Sarfiyattan hesaplama yapılarak örnekte invert şeker ve toplam şeker miktarı hesaplanır.

#### 2.2.5.1. Cihaz ve malzemeler

– Genel laboratuvar malzemeleri

#### 2.2.5.2. Reaktifler

– Fehling A çözeltisi

34.64 g bakır (II) sülfat pentahidrat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), tartıldı ve 500 mL lik ölçülü bir balonjojede 200 mL kadar saf su ile çözülür ve hacmine tamamlanır. 24' lik ömrü olduğundan bir gün önceden hazırlandı.

– Fehling B çözeltisi

173.00 g Sodyum potasyum tartarat tetrahidrat  $\text{KOCOC}(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{COONa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Senyet Tuzu) tartıldı ve 50 g sodyum hidroksit (NaOH) tartıldı. 500 ml'lik balonjojeye 300 mL kadar saf su ilave edilip çözüldü ve hacmine tamamlandı. Çözelti, 4 gün dinlendirildikten sonra, süzgeç kağıdından süzüldü ve renkli bir şişede muhafaza edildi.

– Metilen mavisi çözeltisi, (% 0,2'lik)

0.2 g metilen mavisi ( $C_{16}H_{18}NaCl$ ), tartıldı ve 100 ml'lik bir balon jodede saf su ile çözülerek hacmine tamamlandı.

– Sodyum hidroksit çözeltisi, (5 M)

20 g sodyum hidroksit (NaOH) tartılıp bir miktar saf su ilave edilip soğutarak hacmi 100 ml tamamlandı.

– Carrez I Çözeltisi (0.25 M Potasyum ferrosiyanyür)

52.80 g Potasyum ferrosiyanyür trihidrat [ $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ], tartıldı bir miktar saf su ile çözülüp hacmi 500 ml tamamlandı.

– Carrez II çözeltisi (1 M çinko asetat)

109.70 g Çinko asetat dihidrat [ $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ], tartıldı ve 15 mL asetik asit 300 mL saf su ile çözülüp balonjodede hacmi 500 ml tamamlandı.

– Stok invert şeker çözeltisi, (10 g/L)

0.95±0.01 g yaklaşımla saf sakkaroz ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ), 100 ml balonjojeye tartıldı 0.5 mL derişik hidroklorik asit (HCl 1.19 g/mL) ilave edilip, 60 °C ayarlanmış su banyosunda, arada bir karıştırılarak 20 dakika bekletildi ve hidroliz olması sağlandı.

– Standard invert şeker çözeltisi, (2,5 g/L)

Stok invert şeker çözeltisinden alınan 62.5 ml'lik bir kısım, 200 ml'lik ölçülü bir balonda (5-6) damla fenolftalein çözeltisi ile karıştırıldı 5 M NaOH ile nötrleştirildi ve hacmi 250 ml tamamlandı.

– Fehling çözeltisinin ayarlanması

Uygun bir erlene 5 mL Fehling A ve 5 mL Fehling B çözeltisi, 10 mL su ve 15 mL invert şeker çözeltisi ilave edildi. Karışım, uygun bir bek alevi üzerinde döndürülerek veya bir ısıtma tablası üzerinde magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak kaynama gözleninceye kadar ısıtıldı. Kaynatma işlemine, başladığı andan itibaren 2 dakika daha devam edildi. 2 dakikanın sonunda ısıtmaya son verildi. Karışıma, (10-12) damla metilen mavisi çözeltisi eklendi. Metilen mavisi şekerli ortamda mavi olduğu için bu safhada karışım mavileşti; çünkü karışımda halen indirgen şeker mevcut değildir (baştan konulan invert şekerin tamamı yükseltgenmiştir). Tam 5 mL Fehling A çözeltisinin eşdeğeri olan invert şeker miktarını (faktör) bulmak için, yukarıda elde edilen metilen mavisi katılmış karışım, bir büretten akıtılan standart invert şeker çözeltisi ile metilen mavisi ilavesinden sonra 3 dakika içinde titrasyon sonuna ulaşılacak şekilde, renk maviden kırmızıya dönünceye kadar titre edildi. Titrasyon sonunu tespit etmek için, karışımın üstteki berrak kısmının rengine bakılarak bu kısmın renginin maviden kırmızıya döndüğü an, eşdeğerlik noktası olarak alındı.

Titrasyonda harcanan standart invert şeker çözeltisi hacminin, baştan eklenen 15 mL ile toplanması sonucunda 5 mL Fehling A' nın eşdeğeri olan invert şeker çözeltisi hacmi (V) bulundu. 5 mL Fehling A' nın eşdeğeri olan invert şekerin mg olarak miktarı (F), yani faktör;

$$F = V \times 2,5 \quad (2.6)$$

eşitliğinden hesaplandı.

### 2.2.5.3. İşlem

Uygun biçimde hazırlanmış analiz numunesinden, 0,001 g yaklaşımla 1,0 g tartıldı ve 100 ml'lik ölçülü bir balona konuldu. Deney numunesi üzerine, (40-50) mL su konularak iyice karıştırılır. Karışım üzerine, 1 mL Carrez I ve 1 mL Carrez II çözeltileri ilave edilip çalkalanır. Hacim, su ile 100 mL ye tamamlanarak balon alt üst edilip tam homojenlik sağlanır. Carrez çözeltileri ilave edildiğinde oluşan çökelmeler, kaba gözenekli (siyah bantlı) süzgeç kâğıdından süzülür ve süzüntüden, 25 ml alınarak, 100 ml'lik balona aktarıldı. Ardından 5 ml derişik HCl ilave edildi. 60 °C de 30 dk inversiyona tabii tutuldu. Üzerine 5-6 damla fenolftalein ilave edildi ve 5 M NaOH ile hafif pembe renk elde edilinceye kadar ilave edildi. Titrasyon amacıyla kuru bir bürete alındı. 100 mL - 150 ml'lik bir erlene, 5 mL Fehling A çözeltisi 5 mL Fehling B çözeltisi 10 mL su ve 5 mL deney çözeltisi konulup karıştırılır. Karışım bir ısıtma tablası üzerinde magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak kaynama anı tespit edilir. Kaynama anından itibaren, ısıtma işlemi 2 dakika daha süzdürülür. 2 dakikanın sonunda karışıma, (10 - 12) damla metilen mavisi çözeltisi katılıp karıştırıldı ve büretteki deney çözeltisi ile 3 dakika içinde titrasyon bitirilecek biçimde, mavi renkten kiremit kırmızısı rengine dönünceye kadar titre edildi.

Büretten sonradan akıtılan hacmin toplamıdır ( $V_n$ ).

### 2.2.5.4. Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi

Toplam şeker, kütlece yüzde olarak invert şeker cinsinden aşağıdaki formül ile hesaplanıldı:

$$T.Ş. = (50 \times F) / (m \times V_n) \quad (2.7)$$

Burada;

T.Ş. = Numunedeki invert şeker (kütlece %),

F = Fehling A çözeltisinin göre tayin edilen faktör, (mg şeker/5 mL çözelti)

m= numune miktarı (ml),

$V_n$  = Titrasyonda harcanan standart invert şeker çözeltisi hacmi, (mL) dir. Şeker tayini resim 2.7' de verilmiştir.



**Resim 2.7.** Şeker Tayini

### 2.2.6. Sirkenin Doğal Olup Olmadığının Tayini

Sirkenin doğal ürünlerden biyolojik yolla üretilip üretilmediği aşağıdaki deneyle tespit edildi.

#### 2.2.6.1. Asetilmetil Karbinol Testi

##### 2.2.6.1.1. Alet ve Malzemeler

– Cam kapaklı silindir, 100 ml'lik

##### 2.2.6.1.2. Reaktifler

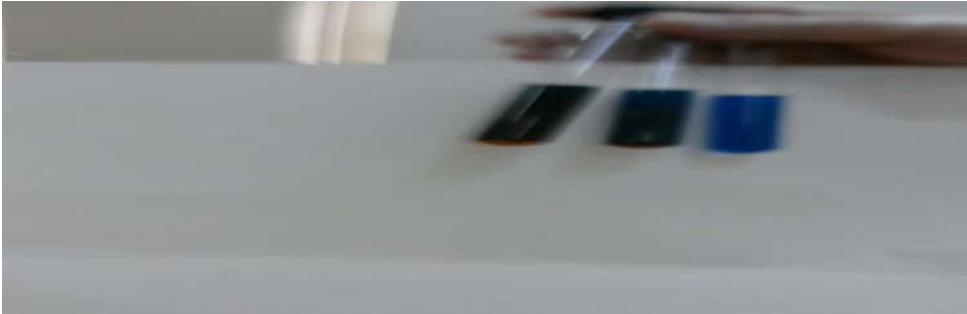
- Sodyum hidroksit çözeltisi (NaOH) (% 40 m/v lik)
- Fehling I ve Fehling II (TS 522 ‘ye göre hazırlanmış çözeltiler)

#### **2.2.6.1.3. İşlem**

100 ml sirke % 40 NaOH ile nötr hale getirilip damıtıldı. 20 ml destilat alınarak kapaklı tüpe konuldu. Üzerine eşit oranda karıştırılmış Fehling I ve II çözeltilerinden (TS 522) 2 ml ilave edildi. Bir süre bekledikten sonra kırmızı bir tortu ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) oluşup oluşmadığına bakıldı (doğal sirkelerde tortu oluşur) biyolojik fermantasyonla elde edilen ispiroto sirkesinde bu tortu çok az görülür. Konsantre asetik asitten sulandırılarak elde edilen ve kimyasal yolla üretilen sentetik asitli suni sirkelerde ise tortu oluşmaz (TS 1880).

#### **2.2.6.1.4. Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi**

- Kırmızı bir tortu ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) oluşumu Asetilmetil Karbinol negatif (-) sirke doğal.
  - Kırmızı bir tortu oluşumu yok Asetilmetil Karbinol pozitif (+) sirke yapay.
- Şeklinde değerlendirilir. Asetilmetilkarbinol Tayini aşağıda resim 2.8’ de verilmiştir.



**Resim 2.8.** Asetilmetilkarbinol tayini

#### **2.2.6.2. Serbest Mineral Asit Tayini**

##### **2.2.6.2.1. Alet ve Malzemeler**

- Taksimatlı pipet, 5 ml’ lik
- Erlen, 50 ml’ lik

##### **2.2.6.2.2. Reaktifler**

- Etil alkol, %96'lık
- Metiloranj, 100 ml suda 0.02 g metiloranj çözündürülür.

#### 2.2.6.2.3. İşlem

Bir erlene pipetle 2 ml sirke alınır, üzerine 2 ml etil alkol katıldı. Sonra iki damla metiloranj belirteci katıldı. Kırmızı- menekşe renk oluşursa sirkede mineral asitler bulunabilir ve sirke tabii olmayabilir. Kırmızı- menekşe renk oluşmuyorsa sirke doğaldır. Kırmızı renk düşük pH'ı ifade eder. % 4.00 asitli sirkelerde pH 2.9'un altına düşmez. Sentetiklerde ise pH 2.5'a kadar düşer (TS 1880).

#### 2.2.7.4. Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi

- Kırmızı menekşe renk oluşumu mineral asit pozitif (+) sirke yapay.
- Sarı renk oluşumu mineral asit negatif (-) sirke doğal şeklinde değerlendirilir.



**Resim 2.9.** Serbest mineral asit tayini

#### 2.2.7. Oksidasyon Sayısı Tayini

##### 2.2.7.1. Alet ve Malzemeler

- Damıtma tertibatı (400 ml balonlu)
- Pipetler 5, 10, 20 ve 50 ml'lik (tek işaretli)
- Kapaklı erlen 200 ml'lik
- Büret 50 ml'lik
- Su banyosu
- Süngertaşı

### 2.2.7.2. Reaktifler

- (1+3) Sülfürik asit
- 0,1 N Potasyum permanganat
- 0,02 N Sodyum tiosülfat
- %10 luk Potasyum iyodür

### 2.2.7.3. İşlem

Damıtma balonuna 60 ml sirke alınır. 15 ml saf su ilave edilir ve birkaç tane sünger taşı konulduktan sonra yavaş bir şekilde 60 ml destilat toplanıncaya kadar damıtılır. Bu destilattan 25 ml alınarak 200 ml lik cam kapaklı erlene konur. Geri kalan destilat iyot sayısı tayini için saklanır. Alınan destilat üzerine 10ml (1+3) sülfürik asit (dilüe) ve 10 ml 0,1 N Potasyumpermanganat reaktifi katılır. 18 °C’de 30 dk bırakılır. Sonra 5 ml %10 luk potasyum iyodür çözeltisi ilave edilir. Açığa çıkan iyot 0.02 N Sodyumtiosülfat ile titre edilir. İndikatör olarak titrasyon sonuna doğru nişasta çözeltisi katılır. Titrasyon sonunda A ml Sodyumtiosülfat sarf edilir. Ayrıca bir şahit deney hazırlanır. Deneyde 25 ml saf su alınır ve aynı deney yapılır. Bulunan Sodyumtiosülfat miktarı B ml olarak formülde kullanılır (TS 1880).

### 2.2.7.4. Hesaplama ve Sonuçların Gösterilmesi

Oksidasyon sayısı (OS) aşağıdaki formül ile hesaplanır.

$$OS=8 \times (B-A) \quad (2.8)$$

Burada;

A=Esas deneyde sarf edilen 0.02 N Sodyumtiosülfat miktarı

B=Şahit deneyde sarf edilen 0.02 N Sodyumtiosülfat miktarı, ml’ dir.

OS=Oksidasyon sayısı

## 2.2.8. İyot Sayısı Tayını

### 2.2.8.1. Cihaz ve Malzemeler

- Pipet 10 ml ve 25 ml lık (tek işaretli)
- Şilif kapaklı erlen, 200 ml' lik
- Büret
- Turnusol kâğıdı

### 2.2.8.2. Reaktifler

- 10 N KOH Çözeltisi
- 0.1 N İyot çözeltisi
- 0.02 N Sodyumtiyosülfat

### 2.2.8.3. İşlem

Oksidasyon sayısı tayininde artan destilattan 25 ml alınarak 200 ml cam kapaklı erlene konur. Turnusol kağıdı yardımı ile 10 N KOH ile nötr hale getirilir. 10 ml 0.1 N iyot çözeltisi ilave edilir. 15 dakika karanlıkta bekletildikten sonra 0.02 N Sodyumtiyosülfat ile titre edilir. Ayrıca destilat yerine 25 ml su alınarak aynı şahit olarak da yapıldı (TS 1880).

### 2.2.8.3. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

İyot sayısı (İ), aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\dot{I}=8 \times (B-A) \quad (2.9)$$

Burada;

A=esas deneyde sarf edilen 0,02 N Sodyumtiyosülfat miktarı

B=şahit deneyde sarf edilen 0,02 N Sodyumtiyosülfat miktarı, İ=iyot sayısı

## 2.2.9. Ester Tayin

### 2.2.9.1. Cihaz ve Malzemeler

- Damıtma tertibatı(400 ml balonlu)
- Pipetler 5,10 25,5 0 ml lik (tek işaretli),
- Büret



- Su banyosu
- Geri soğutucu
- Süngertaşı

### 2.2.9.2. Reaktifler

- 1 N KOH
- 0.02 N HCl
- 0,1 KOH
- Fenolftalein çözeltisi

### 2.2.9.3. İşlem

Damıtma balonuna 100 ml sirke alındı, birkaç tane sünger taşı ilave edilerek 30 ml destilat toplanıncaya kadar damıtıldı. Destilata fenolftalein damlatıldı ve 1 N KOH ile pembe renk meydana gelinceye kadar nötrleştirildi. Daha sonra pembe renk kayboluncaya kadar damla damla 0.02 N HCl ilave edildi. Üzerine 10 ml 0.1 KOH çözeltisi konuldu. Su banyosu üzerinde 2 saat geri soğutucu yardımı ile sabunlaştırıldı ve soğutuldu. Birkaç damla fenolftalein damlatıldı ve 0.02 N HCl ile titre edildi. Şahit deney için 30 ml destilat yerine saf su kullanılarak aynı deney tekrarlandı (TS 1880).

### 2.2.9.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

Ester sayısı (E) aşağıdaki formül ile hesaplanır.

$$E=2 \times (B-A) \quad (2.10)$$

Burada;

A=esas deneyde sarf edilen 0.02 N HCl mL

B=şahit deneyde sarf edilen 0.02 N HCl mL

E=Ester sayısı

Ester sayısı tayini aşağıda resim 2.10' da verilmiştir.



**Resim 2.10.** Ester sayısı tayini

### **2.2.10. Renk Analizi**

#### **2.2.10.1. Cihaz ve Malzemeler**

- Renk Tayin Cihazı

#### **2.2.10.2. İşlem**

Renk analizi, numunelerde herhangi bir seyreltme işlemi yapılmaksızın doğrudan MINOLTA CR-300 (Minolta Osaka, Japan) renk ölçüm cihazı kullanılarak belirlenmiş ve parlaklık değeri olan  $L^*$  ile renk koordinatları olan  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri saptanmıştır. Kolorimetre cihazı her ölçümden önce kalibrasyonu için  $L = 97.96$ ,  $a = 0.08$  ve  $b = 1.78$  beyaz fayans kullanıldı. Parlaklık değeri olan  $L^*$  (aydınlık/karanlık) ile  $a^*$ (kırmızı/yeşil) ve  $b^*$ (sarı/mavi) renk koordinatlarının değerleri belirlenmiştir.  $\Delta L$ : parlaklık farkı ( $L - L_0$ ),  $\Delta a$ : Kırmızılık farkı ( $a - a_0$ ),  $\Delta b$  sarılık farkı ( $b - b_0$ ) olup  $\Delta E = \sqrt{(\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)}$   $\Delta E$  renk farkının tekli olarak ifadesidir. Renk analizi için yaklaşık 20 ml sirke örneği, ışık kaynağının önündeki numune kabına yerleştirildi(Quek vd., 2007).

#### **2.2.10.2. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi**

$L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri direk cihazdan okundu. Renk tayini cihazı resim 2.11’ de verilmiştir.



## Resim 2.11. Renk Tayini

### 2.2.11. Toplam Fenolik Madde İeriđi

#### 2.2.11.1. Cihaz ve Malzemeler

- Spektrofotometre (760 nm)
- Mikropipet 100 µL, 1000 µL, 5000 µL
- Deney t¼pleri kapaklı
- Terazi

#### 2.2.11.2. Reaktifler

- % 2 lik Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- Folin –ciocalteu’s reaktifi
- Gallik asit (2, 4, 6, 12 ve 16 µg/mL) özeltisi

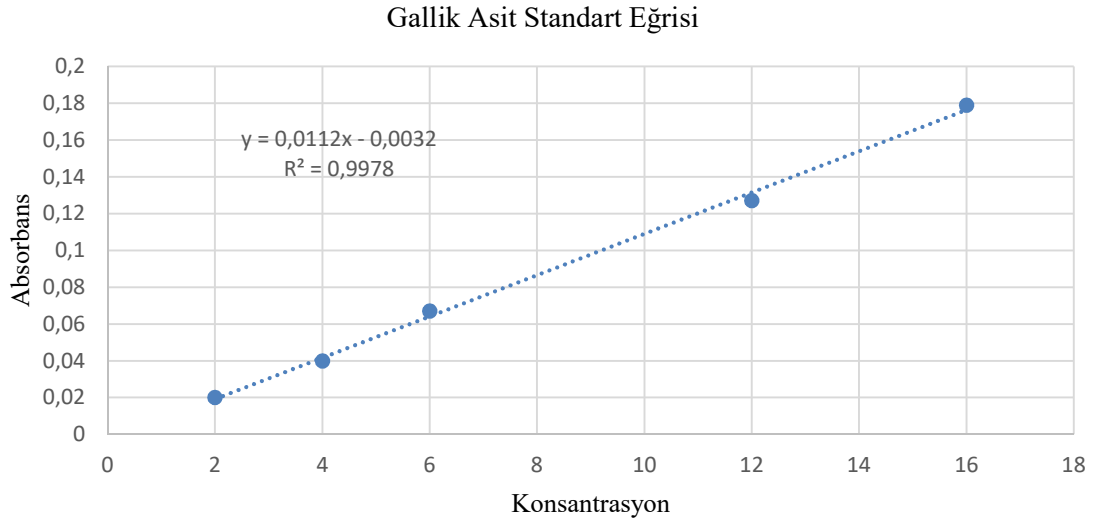
#### 2.2.11.3. İşlem

100 µL sirke örneđinden alınarak 4.5 ml deiyonize su ilave edildi. Karışıma 100 µL folin–ciocalteu’s reaktifi ilave edildi. Karışım vortekslenir ve 10 dakika oda şartlarında inkübe edildikten sonra üzerine 300 µL %2 lik Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> özeltisi ilave edildi. Son karışım tekrar vortekslenildikten sonra 30 dakika oda şartlarında karanlıkta inkübe edilip inkübasyon süresinin sonunda karışımın 760 nm deki absorbansı okundu. Kör olarak 4.6 mL su +100 µL folin–ciocalteu’us reaktifi + 300 µL Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> karışımı kullanıldı. Sirke örneklerinde fenolik madde miktarları; gallik asidin (2, 4, 6, 12 ve 16 µg/mL) özeltisi ile elde edilen kalibrasyon

grafiğinin doğru denklemi kullanılarak toplam fenolik mg GA Eşdeğeri/ L sirke olarak ifade edilmiştir (Kasangana vd. 2015).

#### 2.2.11.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

Toplam fenolik madde analizi kalibrasyon eğrisi aşağıda şekil 2.2 'de verilmiştir.



Şekil 2.2 . Toplam fenolik madde analizi kalibrasyon eğrisi

$$C = (((Abs + 0.0032) / 0.0112)) \times 10 \quad (2.11)$$

C = Konsantrasyon mg GA Eşdeğeri/ L

#### 2.2.12. Toplam Antioksidan Madde İçeriği

##### 2.2.12.1. Cihaz ve Malzemeler

- Spektrofotometre ( 695 nm)
- Mikropipet 100 µL, 1000 µL, 5000 µL
- Deney tüpleri kapaklı
- Terazi

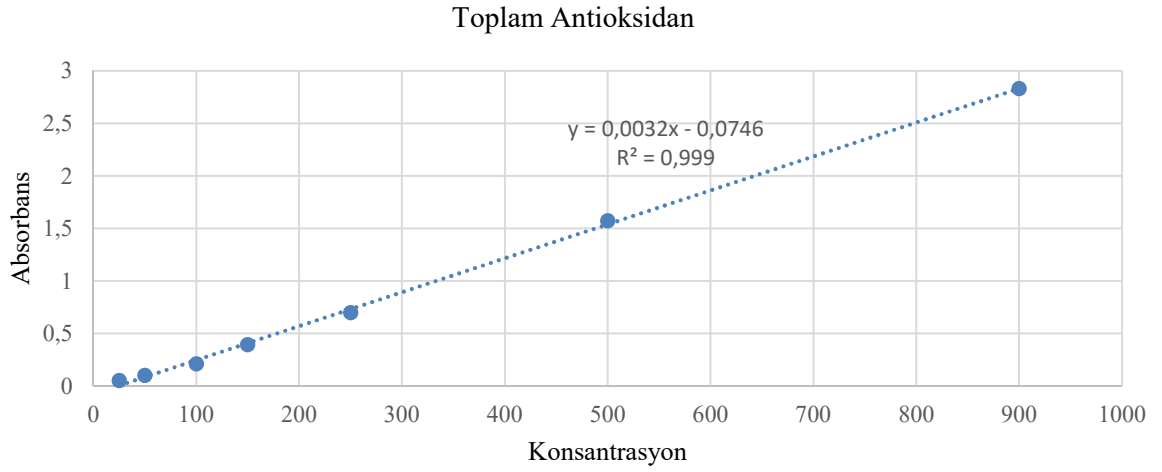
### 2.2.12.2. Reaktifler

- Monobazik Sodyumfosfat ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )
- Ammonium heptamolybdate tetrahydrate (ammonium molybdate) ( $\text{H}_{24}\text{Mo N O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ )
- Analitik saflıkta Sülfirik Asit ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Analitik saflıkta Askorbik Asit (25, 50, 100, 150, 250, 500 ve 900  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) çözeltisi
- Reaktifin hazırlanması ( 1ml 0.6 mM Sülfirik Asit ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 28 mM Monobazik Sodyumfosfat ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), 4 mM Ammonium heptamolybdate tetrahydrate (ammonium molybdate) ( $\text{H}_{24}\text{Mo N O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ ) 20 ml saf suda çözülür ve hacmi 50 ml'ye saf su ile tamamlanır.

### 2.2.12.3. İşlem

500  $\mu\text{L}$  sirke örneğinden alınarak 2500  $\mu\text{L}$  deiyonize su ilave edilir. Karışıma 1000  $\mu\text{L}$  molybdate ( reaktifi 3.2.13.2) ilave edildi. Karışım vortekslenir ve 90 dakika 95 °C su banyosunda ağızları kapalı biçimde inkübe edildi. Su banyosundan alınarak oda şartlarında sıcaklığa gelmesi için 20-30 dk beklendi. Kör olarak örnek yerine 250  $\mu\text{L}$  saf su kullanıldı. Elde edilen reaksiyon karışımlarının absorbansı 695 nm Spektrofotometre okundu. Standartlardan 500  $\mu\text{L}$  alınıp aynı işlemler yapıldı. Sirke örneklerinde toplam antioksidan madde miktarları; Askorbik asidin (25, 50, 100, 150, 250, 500 ve 900  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) çözeltisi ile elde edilen kalibrasyon grafiğinin doğru denklemi kullanılarak toplam antioksidan mg AA Eşdeğeri/ L sirke olarak tespit edilmiştir (Kasangana vd. 2015). Toplam antioksidan analizi kalibrasyon eğrisi şekil 3.3' de verilmiştir.

### 2.2.12.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi



**Şekil 3.3.** Toplam antioksidan analizi kalibrasyon eğrisi

$$C = (((Abs + 0.0746) / 0.0032)) \times 2 \quad (2.12)$$

C = Konsantrasyon mg AA Eşdeğeri/ L

### 2.2.13. Toplam Flavanoid Madde İçeriği

#### 2.2.13.1. Cihaz ve Malzemeler

- Spektrofotometre ( 506 nm)
- Mikropipet 100 µL, 1000 µL, 5000 µL
- Deney tüpleri kapaklı
- Terazi

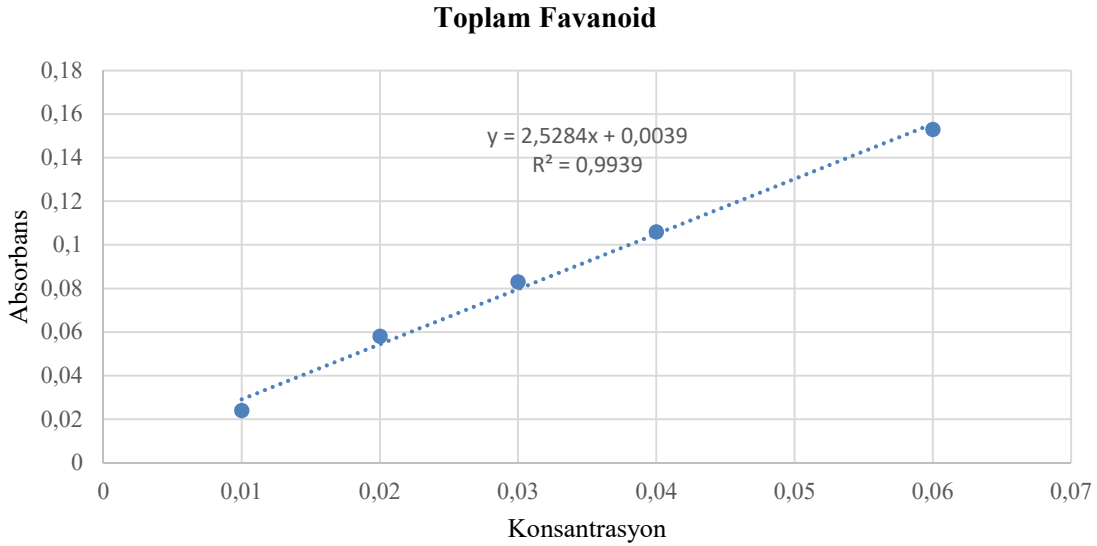
#### 2.2.13.2. Reaktifler

- Metanol ( HPLC saflıkta) % 30 v/v
- Analitik saflıkta Sodyumnitrit NaNO<sub>2</sub> (0.5 M)
- Analitik saflıkta Alüminyumklörür AlCl<sub>3</sub> (0.3 M)
- Analitik saflıkta Sodyumhidroksit NaOH (1 M)

#### 2.2.13.3. İşlem

500 µL sirke örneğinden alınarak 3200 µL metanol (% 30 v/v) ilave edilir. Karışıma 1000 µL molybdate ( reaktifi 3.2.13.2) reaktifi ilave edildi. Karışım vortekslendi ve üzerine 0.5 M Sodyumnitrit çözeltisinden 150 µL ilave edilerek arkasından 150 µL 0.3 M Aliminyumklörür eklendi. 5 dk beklendi. 1 ml 1 M NaOH çözeltisi ilave edildi. Karışım tekrar vortekslendi 10 dk beklendikten sonra 506 nm’ de spektrofotometerde absorbası okundu. Kör olarak 500 µL saf su kullanıldı. Standartlardan 500 µL alınıp aynı işlemler yapıldı. Sirke örneklerinde toplam flavanoid madde miktarları; Kateşin (0.01, 0.02, 0.03, 0.04, ve 0.06 µg/mL) çözeltisi ile elde edilen kalibrasyon grafiğinin doğru denklemi kullanılarak toplam flavanoid mg Kateşin Eşdeğeri/ L sirke olarak tespit edilmiştir (Kasangana vd. 2015). Toplam antioksidan analizi kalibrasyon eğrisi şekil 3.4’ de verildi.

#### 2.2.13.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi



Şekil 3.4. Toplam flavanoid analizi kalibrasyon eğrisi

$$C = \left( \frac{\text{Abs} - 0,0039}{2,5284} \right) \times 2 \quad (2.13)$$

C = Konsantrasyon mg Kateşin Eşdeğeri/ L

#### 2.2.14. DPPH Serbest Radikal Temizleme Aktivitesi Tayini

##### 2.2.14.1. Cihaz ve Malzemeler

– Spektrofotometre ( 506 nm)

- Mikropipet 100 µL, 1000 µL, 5000 µL
- Deney tüpleri kapaklı
- Terazi

#### 2.2.14.2. Reaktifler

- Metanol ( HPLC saflıkta)
- Analitik Saflıkta DPPH (2,2 diphenyl 1- picpylhrazyl)
- Analitik Saflıkta Troloks ( (±)-6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchromane-2-carboxylic acid).
- Troloks çalışma çözeltisi metanolde 10, 20, 30, 40 ve 50 µg/ml
- Analitik Saflıkta L-Ascorbic acid
- Askorbik çalışma çözeltisi metanolde 2, 5, 10, 15 ve 20 µg/ml
- Ana stok DPPH ( 10 mM) Reaktifinin hazırlanması: 39.5 mg DPPH(2,2 diphenyl 1- picpylhrazyl) 10 ml metanol içinde çözülür. Elde edilen çözelti daha sonraki kullanımlar için buzdolabında saklanır.
- DPPH çalışma çözeltinin hazırlanması: Ana stok çözeltisinden 2.5 ml alınıp 250 ml ' ye metanol ile tamamlanır. Tamamlanan çözeltinin absorbanı 517 nm de okunduğunda  $0.980 \pm 0.02$  gelmelidir. Duruma göre seyreltme ya da ana stoktan ilave edilerek absorbanı  $0.980 \pm 0.02$  değere ayarlanır.

#### 2.2.14.3. İşlem

100 µL sirke örneğinden alınarak 3000 µL DPPH çalışma çözeltinin ilave edilir. Karışım vortekslenir 30 dk beklendi. Elde edilen çözelti sonra 517 nm' de Spektrofotometre absorbanı okundu. Kör olarak 100 µL metanol kullanıldı. Standartlardan (Askorbik asit ve Troloks) 100 µL alınıp aynı işlemler yapıldı. Sirke örneklerinde DPPH radikal temizleme miktarları; aşağıdaki şekilde hesaplandı (Ahmed vd. 2015).

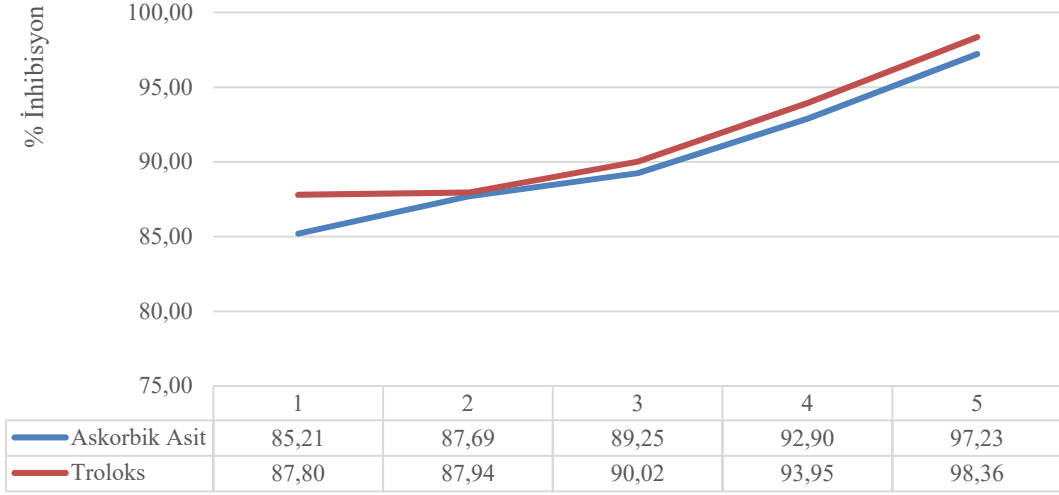
#### 2.2.14.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

$$\% \text{ İnhibisyon Kapasite} = \left( \frac{Ac-As}{Ac} \right) \times 100 \quad (2.14)$$

DPPH Antioksidan Kapasite: % inhibisyon kapasite



Hesaplamalar üsteki görüldüğü biçimde yapılmıştır. % İnhibisyon kapasite grafiği aşağıda verilmiştir.



Çalışma Sayısı

Şekil 2.5. AA ve Trolox standartları DPPH % inhibisyon grafiği

## 2.2.15. ABTS<sup>•+</sup> Radikal Katyonu Süpürücü Etki Tayini

### 2.2.15.1. Cihaz ve Malzemeler

- Spektrofotometre ( 506 nm)
- Mikropipet 100 µL, 1000 µL, 5000 µL
- Deney tüpleri kapaklı
- Terazi

### 2.2.15.2. Reaktifler

- Metanol ( HPLC saflıkta)
- Analitik saflıkta Potasyumpersulfat (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)
- Analitik saflıkta ABTS (2,2' - azino- bis (3- etilbenzotiyazolin- 6- sülfonik asit))
- Analitik saflıkta Trolox ((±)-6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchromane-2-carboxylic asit).
- Trolox çalışma çözeltisi metanolde 10, 20, 30, 40 ve 50 µg/ml

– Analitik Saflıkta L-Askorbik asit

– Askorbik çalışma çözeltisi metanolde 2, 5, 10, 15 ve 20 µg/ml

– **Ana stok ABTS<sup>•+</sup> Çözeltisi Reaktifinin Hazırlanması:** 0.0384 mg ABTS ve 0.0134 g Potasyumpersulfat 10 ml bidistile saf su içinde çözülür. Elde edilen çözeltiden 10 ml alınıp 100 ml balonjojeye bidistile saf su ile sulandırılır(1:9 v/v). Kararlı hale gelmesi için 12 saat karanlıkta saklanır. Çözelti eğer +4 °C saklanırsa yedi gün kullanılabilir.

– **ABTS<sup>•+</sup> Çalışma Çözeltinin Hazırlanması:** Ana stok çözeltisinden 1 ml alınıp 60 ml metanol ile seyreltilir. Çözeltinin absorbanı 734 nm de okunduğunda absorbanı 0.706±0.001 gelmelidir. Duruma göre metanol ile seyreltme yada ana stoktan ilave edilerek absorbanı 0.706±0.001 değere ayarlanır.

### 2.2.15.3. İşlem

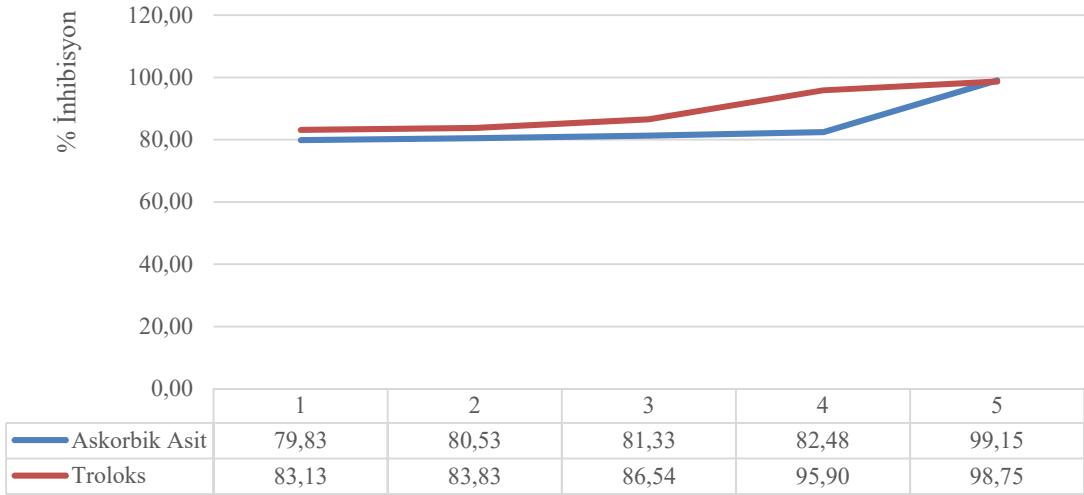
150 µL sirke örneğinden alınarak 2850 µL ABTS çalışma çözeltinin ilave edilir. Karışım vortekslenir 120 dk karanlıkta beklendi. Elde edilen çözelti sonra 734 nm’ de Spektrofotometre absorbanı okundu. Kör olarak 150 µL metanol kullanıldı. Standartlardan (Askorbik asit ve Troloks) 150 µL alınıp aynı işlemler yapıldı. Sirke örneklerinde ABTS katyonu süpürücü etki tayini miktarları aşağıdaki şekilde hesaplandı (Ahmed vd. 2015).

### 2.2.15.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

$$\% \text{ İnhibisyon Kapasite} = \left( \frac{Ac-As}{Ac} \right) \times 100 \quad (2.15)$$

**ABTS<sup>•+</sup> Antioksidan Kapasite:** % *in ibisyon kapasite*

Hesaplamalar üsteki görüldüğü biçimde yapılmıştır. % İnhibisyon kapasite grafiği aşağıda verilmiştir.



Çalışma Sayısı

**Şekil 2.6.** AA ve Trolox standartları ABTS•<sup>+</sup> % inhibisyon grafiği

## 2.2.16. Toplam Demir İndirgeme Antioksidan Kapasitesi

### 2.2.16.1. Cihaz ve Malzemeler

- Spektrofotometre ( 506 nm)
- Mikropipet 100 µL, 1000 µL, 5000 µL
- Deney tüpleri kapaklı
- Terazi

### 2.2.16.2. Reaktifler

- Metanol ( HPLC saflıkta) % 30 v/v
- Analitik saflıkta 2,4,6-Tri(2-pyridyl)-s-triazine, TPTZ
- Analitik saflıkta Sodyumasetat trihidrat (  $C_2H_3NaO_2 \cdot 3 H_2O$ )
- Analitik saflıkta Glasial asetik asit
- Analitik saflıkta Hidroklorik asit (HCl)
- Analitik saflıkta Demir üç klorür heksahidrat (  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ )
- Analitik saflıkta Demir iki sülfat heptahidrat (  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )
- 300 mM asetat buffer: Litrelik balona 3.1 g Sodyumasetat trihidrat tartılır. Bir miktar saf su ile çözülür. Üzerine 16 ml Glasial asetik asit ilave edilir. pH'sı 3.60 a ayarlanır.

–40 mM HCl çözeltisi: d 1.19, % 37 ‘lik derişik HCl ‘ den 3.4 ml alınarak hacmi 1 litreye tamamlanır.

–10 mM TPTZ çözeltisi: 3.123 g TPTZ 40 mM HCl çözeltisi ile hacmi 1 litreye tamamlanır.

–20 mM  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  çözeltisi: 5.406 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  saf su ile hacmi litreye tamamlanır.

–FRAP çözeltisi: 10:1:1 ( Asetat buffer çözeltisi: 10 mM TPTZ çözeltisi: 20 mM  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ). FRAP çözeltisi kullanılmadan önce 37 °C de 15 dk inkübe edilir.

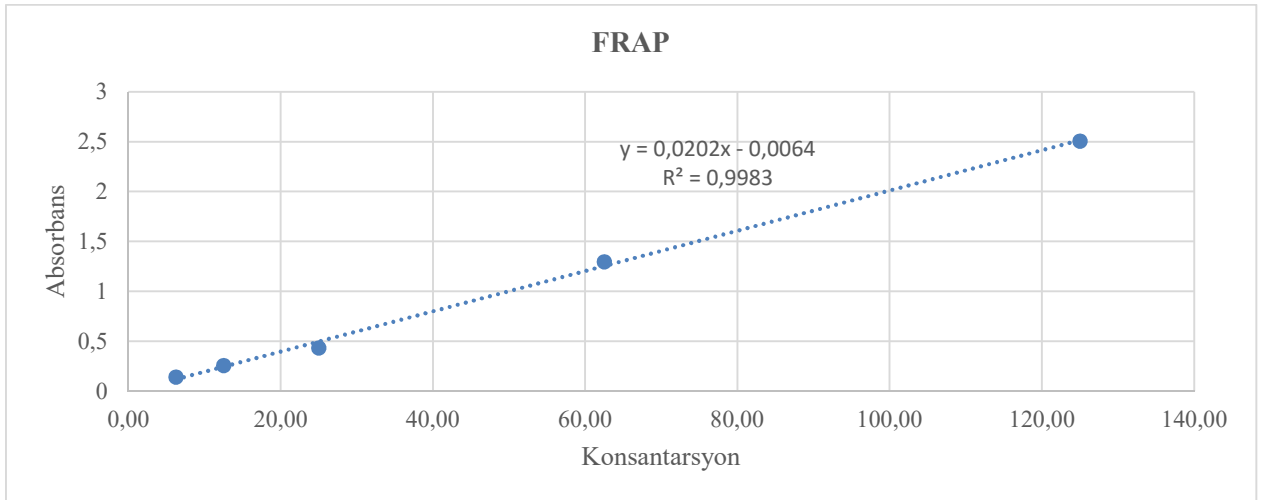
–Ana Stok 1000 mg/L Demir iki sülfat heptahidrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) çözeltisi: 0.1830 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  tartılarak 1 litreye tamamlanır.

–Çalışma standartları: Ana stok Demir iki sülfat heptahidrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) çözeltisinden 6.2, 12.50, 25.00, 62.50 ve 125.00  $\mu\text{l/ml}$  çözeltiler hazırlanır.

### 2.2.16.3. İşlem

250  $\mu\text{L}$  sirke örneğinden alınarak 2750  $\mu\text{L}$  FRAP çözeltisi ilave edilir. Karışım vortekslenir ve 30 dk beklenir. Kör olarak 500  $\mu\text{L}$  saf su kullanıldı. Standartlardan 250  $\mu\text{L}$  alınıp aynı işlemler yapıldı. Sirke örneklerinde toplam flavanoid madde miktarları; AA (6.2, 12.50, 25.00, 62.50 ve 125.00  $\mu\text{l/ml}$ ) çözeltisi ile elde edilen kalibrasyon grafiğinin doğru denklemi kullanılarak Toplam demir indirgeme antioksidan kapasitesi mg AA Eşdeğeri/ L sirke olarak tespit edilmiştir (Ahmed vd. 2015). Toplam demir indirgeme antioksidan kapasitesi şekil 2.8’ de verilmiştir.

### 2.2.16.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi



Şekil 2.8. Toplam Demir İndirgeme Antioksidan Kapasitesi

$$C = (((Abs + 0.0064) / 0.0202)) \times 2 \quad (2.16)$$

C = Konsantrasyon mg AA Eşdeğeri/ L

### 2.2.17. pH Tayini

#### 2.2.17.1 Cihaz ve Malzemeler

- pH metre cihazı (0.01 aralıkta ölçüm yapabilen)
- Beher
- Saf Su
- pH 4:00, pH 7:00 tampon çözeltiler.

#### 2.2.17.2. İşlem

Numune homojen hale getirilinceye kadar çalkalandı ve bir beherin içine konuldu. pH metre cihazının kalibrasyonu 4:00 ve 7:00 tampon çözeltilerle yapıldı. Cihaz elektrodu homojen hale getirilmiş numuneye daldırıldı. Okuma  $20 \pm 2$  °C de yapıldı (TS 1748 ISO 1842).

#### 2.2.17.3. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

Cihazda okunan sonuçlar direkt kullanıldı.



Resim 2.12. pH Tayini

## 2.2.18. Mineral Madde Analizi

### 2.2.18.1. Reaktifler

- Analitik saflıkta Nitrik asit ( $\text{HNO}_3$ ).
- 1000 ppm 'lık Fe, Mn, Cu, Al, Zn, Co, Ni, Cr, Cd, Pb, Na, K, Ca, Mg çözeltileri.
- Mikropipet 100  $\mu\text{L}$ , 1000  $\mu\text{L}$ , 5000  $\mu\text{L}$
- Deney tüpleri kapaklı

### 2.2.18.2. Cihaz ve Malzemeler

- Terazi
- Kül Fırını (525  $^{\circ}\text{C}$ )
- MP/AES cihazı
- Azot jeneratörü

MP/AES cihazı aşağıda resim 2.13' de verilmiştir.



**Resim 2.13.** MP/AES cihazı

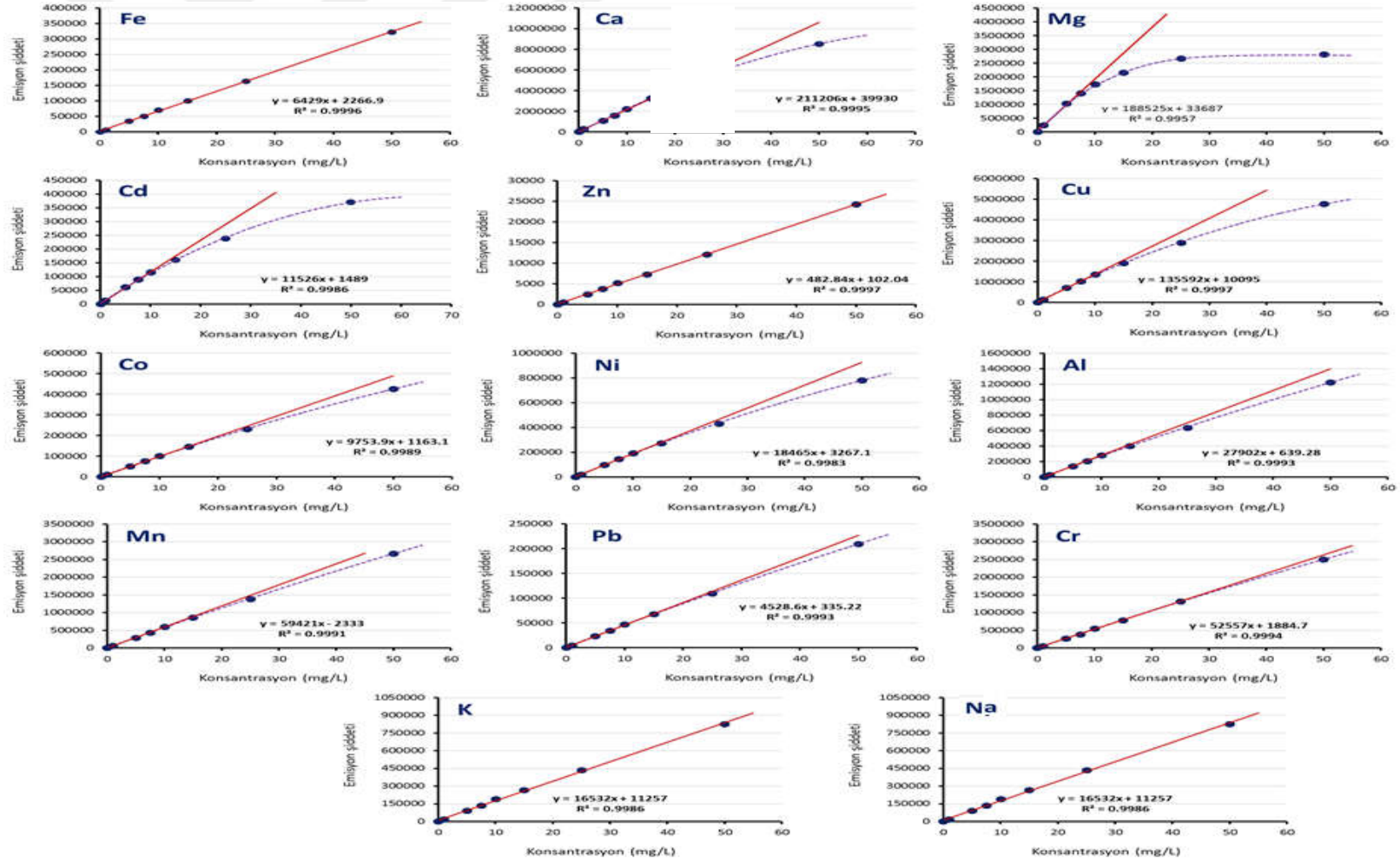
### 2.2.19.3. İşlem

Yaklaşık 25 ml sirke örneği daha önce 550 °C’de kurutulup, soğutulan ve darası alınan krozelere tartıldı. Kroze etüve kondu. 105 °C’lik etüvde 1–2 saat kurutuldu. Kurutulan örnek kül fırınına alındı ve 500–550 °C’lerde beyazlaşmaya kadar yakıldı. Kül fırınından alınan kroze üzerine birkaç damla hidrojen peroksit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) damlatıldı. Krozelerde kalan kalıntı % 20 HNO<sub>3</sub> ile çözülerek hacimleri 500 ml’ tamamlandı. Fe, Mn, Cu, Al, Zn, Co, Ni, Cr, Cd, Pb, Na, K, Ca, Mg 1000 ppm’lik çözeltilerinden tablo 3.2 de verilen çalışma aralıklarında µg/ml çözeltiler hazırlandı. MP/AES aşağıda verilen şartlarda okuması yapıldı. Aynı şekilde numuneler 0.45 mikron filtreden geçirilerek okuması yapıldı (NMKL 170 ve NMKL 161).Cihazda kullanılan şartlama değerleri Tablo 2.2’ de verilmiştir.

**Tablo 2.2.** MP/AES Cihazı Şartları

	Al	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Ni	Pb	Zn	Na
Dalga boyu, nm	396.15	393.36	228.80	340.51	425.43	324.75	371.99	766.49	285.21	403.07	352.45	405.78	213.85	610.23
Sisleştirici basıncı, kPa	240	120	140	240	240	240	120	240	240	240	240	240	140	240
Kararlılık ve numune alma süresi, s	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Peristaltik pompa hızı, rpm	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
LOD, µg/L	0.59	0.59	0.11	0.21	0.26	0.10	0.16	0.66	0.37	0.19	0.17	0.12	0.12	0.62
LOQ, µg/L	1.94	1.94	0.38	0.69	0.86	0.33	0.53	2.20	1.20	0.63	0.56	0.30	0.38	1.88
RSD, %	1.95	1.85	0.35	0.72	1.31	0.65	1.20	1.81	1.15	0.67	0.90	1.49	0.98	1.81
Çalışma aralığı, mg/L	1.94– 10.00	1.94– 25.00	0.38– 10,00	0.69– 15.00	0.86– 25.00	0.33– 10.00	0.53– 30.00	2.20– 30.00	1.20– 5.00	0.63– 10.00	0.56– 10.00	0.30– 10.00	0.38– 30.00	1.88– 30.00





Şekil 2.9. Mineral standartları kalibrasyon eğrileri

#### 2.2.19.4. Hesaplama ve Sonucun Gösterilmesi

$$C = (((Alan+b)/a)) * Sulandırma oranı \quad (2.17)$$

C = Konsantrasyon mg / L

#### 2.3. İstatistik Analiz

Yapılan çalışmaların sonuçlarına ait ortalamalar ve standart sapmaları Microsoft Ofise 2010 Excel programı yardımıyla hesaplandı. Sonuçlara rakamlar, “ortalama sonuç ±standart sapma ” biçiminde verildi. ANOVA (Anaysis of Variance ) yinelemesiz çift etken istatistiki değerlendirme kullanıldı  $F_{deneyse} < F_{kritik}$  değerlendirmesi  $p < veya > 0.05$  değerlendirmesi ile Duncan’s testi sonuçları ile yorumlandı.

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1. Üretilen Sirkelerin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Sirkelerin sahip olduğu fiziksel ve kimyasal özelliklere ait sonuçları Tablo 3.5' de sunulmuştur. Her bir özelliğin incelenmesi aşağıda analiz bazında yapıldı.

##### 3.1.1. Alkol İçeriği

Yapılan çalışmada organik bal sirkesi numunelerinin alkol miktarları (Tablo 3.5)'de verilmiştir. Tablodaki oranlara göre üretimi gerçekleştirilen bal sirkesi örneklerinin alkol değeri 0.06 g/100 mL ile 0.31 g/100 mL arasında tespit edilmiştir. Kalıntı alkol oranı TS 1880 EN 13188' de şaraptan üretilen sirke haricindeki sirkelerde hacimce 0.50 g/100 mL, şaraptan üretilen sirkelerde ise hacimce 1.50 g/100 mL ve hususi üretimi yapılan sirkelerde hacimce 3.00 g/100 mL'den fazla olamaz olarak verilmiştir. Üretilen sirkelerin alkol oranları mevzuat açısından bakıldığında 0.50 g/100 mL den küçük olduğundan elde edilen sonuçlar uygundur. Şahin vd. (1977), 10.00 g/100 mL alkol içeren şaraptan sirke üretimi yapmışlar ve fermantasyon bitiminde kalıntı alkol oranını % 0.30-0.70 g/100 mL aralığında tespit etmişlerdir. Şarap sirkeleri üzerinde Ünal (2007) tarafından yapılan çalışmada alkol oranlarını hacimce % 1.0 altında olduğu saptanmıştır. Sirkeler üzerinde Gerbi vd. (1998), tarafından yapılan çalışmada alkol miktarları hacimce 0.20 ile 0.50 ml/100 mL aralığında olduğu bulunmuştur. 23 adet şarap sirkesi numunesi üzerinde Şahin ve Kılıç (1981) tarafından yapılan çalışmada 6 adet numunede alkol oranı hacimce 1.50 g/100 mL'in üstünde olduğu tespit edilmiştir. Sirkelerdeki alkol oranlarının literatürde bazı numunelerde fazla çıkmasının sebebi asetik asit fermantasyonun yeterli olmadığı yani alkolün tamamının asetik aside dönüşmediği biçiminde düşünülebilir. Yaptığımız çalışmada alkolün tamamı asetik aside fermente olmuştur.

Üretimi yapılan tüm sirkelerde Alkol g/100 mL analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} > F_{deneysel}$  olduğundan (3.49>2.29) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin Alkol sonuçları birbiri ile uyumlu olup aralarında önemli bir fark ( $p>0.05$ ) yoktur. Alkol oranı 0.06 ile 0.34 g/100 mL arasında değişmiştir. Tablo 6.1' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Üretimi yapılan tüm sirkelerde Alkol mL/100 mL analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} > F_{deneysel}$  olduğundan

(3.49>2.29) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin Alkol sonuçları birbiri ile uyumlu olup aralarında önemli bir fark ( $p>0.05$ ) yoktur. Tablo 3.1’ de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre alkol miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 7 grupta toplanmıştır. Sonuçlar en çok % 0.50 mL/100 mL TS 1880 EN 13188 standartında yer alan oranın altındadır. En düşük 0.06 mL/100 mL ve en fazla 0.34 mL/100 mL olarak bulunmuştur. Bal numunesinde şekerden alkol oluşumu ve alkolünde asetik aside dönüşümünde örneklerdeki alkolün tamamı asetik aside dönüşmüştür. Tablo 3.1’ de farklı harflerle belirtilen örnekler alkol içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

**Tablo 3.1.** Alkol analizleri sonuçların Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama % mL/ 100 mL	Değerlendirme
S1	0.06	A*
S3	0.11	B
S7	0.13	C
S8, S9, S2	0.20, 0.20, 0.22	D, D, D
S6, S11, S4	0.27, 0.27, 0.29	E, E, E
S5	0.31	F
S10	0.34	G

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler alkol içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.2.Toplam Asitlik

Hazırlanan farklı ürünün birbirleri arasında asitliği en iyisi sade, nohut, sirkeli, mayalı, nohut+propolis, nohut+sonradan propolis 45. günde asitliği % 4 oldu.

Hazırlanan farklı ürünün 15. gün asitliği Nohut+propolis %1.24, sade %1.78, Nohut %1.18 olarak tespit edildi. 30. günde mayalı %1.2, sirkeli %2.4, Nohut+propolis %1.8, Sade % 3, sade+sonradan polen % 2.4 oldu.

Polen+sade asitliği 45. günde asitliği düşükken, sade+sonradan polen asitliği % 4 olmuştur. 60. günde nohutlu+sonradan polen % 4 olmuştur. Polen tek başına asitliği düşüktür.

Araştırmada organik bal sirkesi numunelerinin toplam asit miktarı 4.09-4.55 g/100 ml arasında değişmektedir. Sade kestane balı sirkesi 4.39 g/100 mL, Sonradan propolisli kestane balı sirkesi 4.34 g/100 mL, Sonradan polenli kestane balı sirkesi 4.17 g/100 mL,

nohut polenli kestane balı sirkesi 4.14 g/100 mL, nohut propolisli kestane balı sirkesi 4.36 g/100 mL, nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 4.32 g/100 mL, nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 4.22 g/100 mL, sirkeli kestane balı sirkesi 4.55 g/100 mL, nohutlu kestane balı sirkesi 4.23 g/100 mL, mayalı kestane balı sirkesi 4.18 g/100 mL, sade propolisli kestane balı sirkesi 4.09 g/100 mL' dir (Tablo 3.5). Üretimi yapılan kestane balı sirkesi numuneleri arasında, en fazla total asitlik değeri, Sirkeli kestane balı sirkesinde iken en düşük toplam asitlik değeri Sade propolisli kestane balı sirkesinde bulunmuştur (Tablo 3.5).

Değişik hammaddelerden geleneksel yöntemlerle üretilmiş ev yapımı sirkelerde Öztürk ve diğ. (2015), toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 2.70-7.20 g/100 mL aralığında değiştiklerini tespit etmişlerdir. Söz konusu bu çalışmada üzüm sirkelerinde toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 0.32-5.72 g/100 mL arasında iken; elma sirkelerinde toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 0.66-7.20 g/100 mL, enginar sirkelerinde toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 1.22 g/100 mL; nar sirkelerinde toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 1.04-3.38 g/100 mL, limon sirkesinde toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 4.34 g/100 mL ve vişne sirkesinde toplam asit miktarını (Asetik asit cin.) 5.50 g/100 ml değerlerinde olduğunu tespit etmişlerdir. Değişik 65 farklı sirke numuneleri üzerinde Gerbi ve diğ. (1998), yapmış oldukları araştırmada; şarap ve elma sirkelerinde toplam asitliğin (Asetik asit cin.) 5.40-6.60 g/100 mL arasında bulmuşlardır. Şarap sirkeleri üzerinde Ünal (2007) tarafından yapılan araştırmada total asit miktarının (Asetik asit cin.) 4.14-6.59 g/100 mL aralığında bulunmuştur. Düşük hızlı yöntemle üretilen sirkelerde asit oranı derin kültür yöntemiyle üretilmiş olanlara nazaran 5.79-6.59 g/100 mL aralığında olduğu bulunmuştur. Dünya çapında yaygın bir sirke çeşidi olan elma sirkesinin asitlik değeri 5.00 g/100 mL düzeyindedir (Abe vd., 2007; Caligiani vd., 2007; Budak, 2010).

Üretimi yapılan tüm sirkelerde toplam asit miktarı g/100 mL analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} > F_{deneyse}$  olduğundan (3.49>1.84) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin asitlik miktarı sonuçları birbiri ile uyumlu olup aralarında önemli bir fark ( $p>0.05$ ) yoktur. Tablo 6.2' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.2' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre alkol miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 8 grupta toplanmıştır. Yapmış olduğumuz çalışmada asitlik miktarı asetik asit cinsinden 4.00-5.00 g/ 100 mL aralığına gelince sirke üretim işlemine son verilmiştir. TS 1880 EN 13188'de sirkenin toplam asit içeriği (Serbest

Asetik asit cin.) Şarap sirkesinin total asit oranı (suda serbest asetik asit cinsinden) 1000 mL’de 60 g’dan az olmamalıdır biçiminde verilmiştir. Not olarakta 1)TSE Notu: Türk Gıda Kodeksi Sirke Tebliği yayımlanincaya kadar; toplam asit içeriği 1000 mL’de 40 g’dan az olmamalıdır belirtilmiştir. Dolayısıyla yapılan çalışmada asitlik miktarı TS 1880 EN 13188 uygun olarak üretilmiştir. Tablo 3.2’ de farklı harflerle belirtilen örnekler alkol içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

**Tablo 3.2.** Asitlik analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama g/ 100 mL	Değerlendirme
S2	4.07	A*
S6	4.14	B
S10	4.17	C
S4	4.18	D
S9	4.21	E
S3	4.23	F
S8, S11, S7, S1	4.32, 4.34, 4.36	G, G, G
S5	4.55	H

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler asitlik içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.3. pH Tayini

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinin pH değeri 2.35-3.41 arasında değişim göstermiştir. Sade Kestane Balı Sirkesi 2.35, Sonradan Propolisli Kestane Balı Sirkesi 2.35, Sonradan Polenli Kestane Balı Sirkesi 2.39, Nohut polenli kestane balı sirkesi 3.41, Nohut propolisli kestane balı sirkesi 2.89, Nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 2.69, Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 3.07, Sirkeli kestane balı sirkesi 2.45, Nohutlu kestane balı sirkesi 2.88, Mayalı kestane balı sirkesi 3.41, Sade propolisli kestane balı sirkesi 2.83 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.5).

Öztürk vd. (2015) geleneksel olarak üretimi yapılan sirkeler üzerine yapmış oldukları çalışmalarında; pH değerlerinin 2.70-3.90 aralığında olduğunu belirlemişlerdir. Üzüm sirkesinde pH değerini 2.70-3.90 aralığında, elma sirkesinde ise bu değerini 2.71-3.50 aralığında olduğunu tespit edilmiştir. Gerbi vd. (1998) yapmış oldukları araştırmada, sirkedeki pH oranını 2.78 olarak bulmuşlardır. Aktan ve Kalkan (1998) üzüm sirkesindeki pH değerini 2.50-3.00 aralığında tespit etmişlerdir. Yapılan bu çalışmada pH değerleri literatürde yapılan bu çalışma sonuçlarına benzerlik göstermektedir.

Üretimi yapılan tüm sirkelerde pH analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( $3.49 < 97.8$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin pH sonuçları arasında önemli bir fark ( $p < 0.05$ ) bulunmuştur. Tablo 6.3' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.3' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre alkol miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 5 grupta toplanmıştır. Yapmış olduğumuz çalışmada pH analizi Tablo 3.3' de farklı harflerle belirtilen örnekler pH içeriği bakımından birbirinden farklıdır. TS 1880 EN 13188 pH değeri ile ilgili bir kriter yoktur. Asitlik değeri ile ilgili olup asit miktarı arttıkça pH değeri düşmektedir.

**Tablo 3.3.** pH analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S11, S10, S1, S5	2.35, 2.39, 2.43, 2.45	A, A, A, A*
S8	2.69	B
S2, S3, S7	2.83, 2.88, 2.89	C, C, C
S9	3.07	D
S6, S4	3.41, 3.41	E, E

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler pH sonuçları bakımından birbirinden farklıdır.

#### 3.1.4. Asetilmetil Karbinol Testi

Sirkenin üzüm, diğer meyvelerden ya da tarımsal ürünlerden biyolojik yolla üretilip üretilmediği asetilmetil karbinol deneyi yapılarak tespit edilir. Doğal yolla üretilen sirke içeriğinde bulunan invert şekerler Fehling çözeltisi ile reaksiyona girerek  $Cu_2O$  çökeltisini oluşturur. Biyolojik fermantasyonla yoluyla üretilen ispiro sirkesinde bu tortu miktarı çok az olarak görülür. Derişik asetik asitten sulandırılmak suretiyle üretilen ve kimyasal yolla üretilen sentetik asetik asitli tabii olmayan sirkelerde bu tortu oluşmaz. Yapmış olduğumuz çalışmada tüm numunelerde tortu oluşmuştur. Var veya yok analizi olduğundan herhangi bir istatistiki değerlendirme yapılmamıştır.

#### 3.1.5. Ester Miktarı

Ester Değeri, 100 mL sirke örneğinde bulunan esterleri sabunlaştırmak için gereken 0.01 M potasyum hidroksitin mililitre sayısıdır. Elde edilen ester değeri işlem esnasında oluşan alkolün mevcut karboksilik asit ile ne derece etkileşime girdiğinin göstergesidir. Esterler ayrıca sirke lezzetine katkıda bulunurlar.

Yapılan çalışmada kestane balı sirkesi ve polen, propolis katkılı numunelerde ester miktarı; sade kestane balı sirkesi 17.13, sonradan propolisli kestane balı sirkesi 18.33, sonradan polenli kestane balı sirkesi 18.40, nohut polenli kestane balı sirkesi 17.47, nohut propolisli kestane balı sirkesi 20.53, nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 21.33, nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 20.40, sirkeli kestane balı sirkesi 19.53, nohutlu kestane balı sirkesi 21.40, mayalı kestane balı sirkesi 17.40, sade propolisli kestane balı sirkesi 16.60 tespit edilmiştir (Tablo 3.5). Sayısal olarak 16.60-21.40 arasında bir değişim göstermişlerdir (Tablo 3.5). Kestane balı sirkesi örneklerinden en yüksek ester sayısı nohutlu kestane balı sirkesi iken en düşük ise sade kestane balı sirkesidir (Tablo 3.5).

Çalışmamda ester miktarı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} > F_{deneysel}$  olduğundan ( $3.49 > 1.60$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin ester analizi sonuçları birbiri ile uyumlu olup aralarında ester analizi açısından ( $p > 0.05$ ) önemli bir fark yoktur. Tablo 6.4’ de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.4’ de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre alkol miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 5 grupta toplanmıştır. Yapmış olduğumuz çalışmada ester analizi Tablo 3.4’ de farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır. TS 1880 ester sayısı değeri 15 den fazla olmalıdır biçiminde belirtilmiştir. Asitlik değeri ile ilgili olup asit miktarı arttıkça pH değeri düşmektedir.

**Tablo 3.4.** Ester analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama % mL/ 100 mL	Değerlendirme
S1, S4, S6	17.13, 17.40, 17.45	A, A, A*
S11, S2, S10	18.33, 18.40, 18.40	B, B, B
S5	19.53	C
S9, S9	20.40, 20.53	D, D
S3, S8	21.33, 21.40	E, E

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.



**Tablo 3.5.** Elde Edilen Sirkelerin Fiziksel ve Kimyasal Analizleri

Yapılan Analizler	S1	S11	S10	S6	S7	S8	S9	S5	S3	S4	S2
Alkol g/100 mL	0.11±0.09*	0.27±0.12*	0.34±0.13*	0.06±0.00*	0.22±0.14*	0.29±0.05*	0.13±0.12*	0.31±0.09*	0.20±0.14*	0.20±0.06*	0.27±0.07*
Asetilmetil Karbinol	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#	T.E.#
Ester Miktarı	17.13±0.23	18.33±0.12	18.40±0.20	17.47±0.31	20.53±0.31	21.33±0.31	20.40±0.20	19.53±0.31	21.40±0.20	17.40±0.20	16.60±0.20
İyot Sayısı	2.67±1.22	3.47±1.22	2.67±1.85	14.93 ± 1.67	5.33±0.92	1.60±0.80	3.20±1.60	1.87±1.22	3.47±1.22	3.73±1.22	1.87±0.46
Kül g/100 mL	0.13±0.04	0.89±0.01	0.89±0.03	0.10±0.08	0.09±0.07	0.16±0.13	0.18±0.07	0.16±0.09	0.05±0.08	0.10±0.12	0.05±0.08
Oksidasyon Sayısı	149.07±3.95	113.60±2.12	204.80±2.12	68.53 ±1.22	252.53±1.67	386.13±1.67	380.27±1.22	296.27±2.44	320.5 ± 1.22	330.67±1.22	202.13±3.23
pH	2.35±0.01	2.35±0.01	2.39±0.07	3.41±0.09	2.89±0.04	2.69±0.07	3.07±0.03	2.45±0.04	2.88±0.07	3.41±0.05	2.83±0.04
Toplam Asitlik g/100 mL	4.39±0.01	4.34±0.24	4.17±0.14	4.14±0.04	4.36±0.22	4.32±0.18	4.22±0.23	4.55±0.07	4.23±0.12	4.18±0.20	4.09±0.03
Toplam Şeker (g/L)	77.95±5.65	63.52±1.51	11.13±0.07	4.28± 0.15	11.91± 0.28	51.98± 1.53	11.92± 0.08	27.81 ± 1.06	9.84± 0.11	4.10± 0.01	11.13± 0.07
Toplam Katı Madde (g/L)	153.35±6.28	115.57±2.98	162.59±1.90	17.40±2.37	35.43±7.71	115.57±2.98	31.14±0.82	89.70±3.01	29.47±0.56	30.56±2.47	27.10±2.09
Toplam Şekersiz Katı Madde (g/L)	75.41±11.56	52.05±4.40	151.46±1.87	13.12±0.14	23.52±0.43	63.59±0.54	19.22±0.21	61.89±0.67	19.63±0.23	26.46±0.14	15.97±0.24
Uçar Asit (g/L)	32.51±0.09	14.45±0.04	17.04±0.06	7.45±12.51	21.82±0.15	25.38±0.22	33.28±0.21	26.56±0.12	25.3±0.09	19.92±0.16	16.54±0.12
Uçar Olmayan Asit (Tartarik asit cin)(g/L)	11.41±0.96	28.83±2.29	24.64±1.39	34.41±28.65	21.79±2.14	17.84±1.73	8.88±2.07	18.91±0.66	17.04±1.09	21.90±2.11	24.32±0.39

# Tespit edilmedi. \*Standart sapma

### 3.1.6. Uçar Asit

Çalışmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinin uçar asit miktarları 13.95-55.46 g/L arasındadır. Uçar asit miktarı en yüksek Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi iken en düşük Nohut polenli kestane balı sirkesi olduğu tespit edilmiştir.(Tablo 3.5). Sirkedeki uçucu asidi, asetik asitten kaynaklanmaktadır. Sirke numunelerinin uçucu asit oranı 39.30 g/L ile 54.90 g/L aralığında tespit edilmiştir (Ünal, 2007). Şahin ve Kılıç (1981), yapmış oldukları araştırmada, şarap sirkesindeki uçucu asit oranını 32.30-64.50 g/L aralığında tespit etmişlerdir.

Yapmış olduğum araştırmada uçar asit miktarı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( $2.35 < 6339.32$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin uçar asit analizi sonuçları aralarında uçar asit analizi açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 13.95-55.46 g/L arasında değişmiştir. Tablo 6.5' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Toplam asit içinde uçar asit ve uçucu olmayan asit bulunmaktadır. Tablo 3.6' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre uçar asit miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 9 grupta toplanmıştır. TS 1880 EN 13188 sirkenin uçar asit içeriği ile bilgi verilmemiştir. Sirkedeki uçucu asitliğin yaklaşık %90-95'ini asetik asit oluşturmaktadır. Sirkedeki asetik asit miktarı arttıkça, sirkenin uçucu asitliği yükselmektedir. Tablo 3.6 de Farklı harflerle belirtilen örnekler uçar asit içeriği bakımından birbirinden farklıdır. Yapılan çalışmada propolis, polen ve nohut ilave edilen örnekler arasında belirgin fark yoktur. Tüm katkılı örneklerde herhangi bir sebebe bağlı olmadan farklı miktarlarda olmuştur. Literatürde bulunan değerlerle uyumlu çıkmıştır.

**Tablo 3.6.** Uçar asit analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama g/ L	Değerlendirme
S6	13.95	A*
S11	14.52	B
S2, S10	16.55, 17.04	C, C
S4	19.92	D
S7	21.82	E
S3, S8	25.30, 25.38	F, F
S5	26.56	G
S1	32.50	H
S9	55.46	I

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.7. Uçar Olmayan Asit

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinin uçar olmayan asit miktarı 8.88-34.41(g/L) arasındadır. Uçar olmayan asit miktarı en yüksek Nohut polenli kestane balı sirkesi iken en düşük Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi olduğu tespit edilmiştir.

Yapmış olduğum araştırmada uçucu olmayan asit miktarı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( 2.35 < 27.40) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin uçar olmayan asit analizi sonuçları aralarında uçar olmayan asit analizi açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 8.88-34.41g/L arasında değişmiştir. Tablo 6.6' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Toplam asit içinde uçar asit ve uçucu olmayan asit bulunmaktadır. Toplam asit içinde uçar asit ve uçucu olmayan asit bulunmaktadır. Tablo 3.7' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre uçar asit miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 7 grupta toplanmıştır. Sirkedeki uçucu asitliğin yaklaşık %90-95'ini asetik asit oluşturmaktadır. Tablo 3.7' de Farklı harflerle belirtilen örnekler uçar asit içeriği bakımından birbirinden farklıdır. Yapılan çalışmada propolis, polen ve nohut ilave edilen örnekler arasında belirgin fark yoktur. TS 1880' e göre Uçucu olmayan asit miktarı litrede tartarik asit cinsinden 1.40 g/L' dan az olamaz biçiminde verilmiştir. Elde edilen ürünlerin hepsi TS 1880' e göre uygun olduğu tespit edilmiştir.

**Tablo 3.7.** Uçar olmayan asit analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama g/L	Değerlendirme
S9	8.80	A*
S1	11.41	B
S3, S8, S5	17.04, 17.84, 18.91	C, C, C
S4, S4	21.79, 21.89	D, D
S2, S10	24.23, 24.64	E, E
S6	27.44	F
S11	28.99	G

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.8. Toplam Katı Madde Miktarı

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinin toplam katı madde miktarı 17.40- 162.59 g/L arasındadır. Sade kestane balı sirkesi 15.34 g/L, sonradan propolisli kestane balı sirkesi 115.57 g/L, sonradan polenli kestane balı sirkesi 162.59 g/L, nohut polenli kestane balı sirkesi 17.40 g/L, nohut propolisli kestane balı sirkesi 35.43 g/L, nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 115.57 g/L, nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 31.14 g/L, sirkeli kestane balı sirkesi 89.70 g/L, nohutlu kestane balı sirkesi 29.47 g/L, mayalı kestane balı sirkesi 30.56 g/L, sade propolisli kestane balı sirkesi 27.10 g/Ldir (Tablo 3.5). Toplam katı madde miktarı en yüksek, sonradan polenli kestane balı sirkesi iken en düşük Nohut polenli kestane balı sirkesi olduğu tespit edilmiştir (Tablo 3.5).

Anlı vd. (1997) bal şarabı sirkesi üzerine çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada sirkelerin katı madde miktarlarını; 27.60-28.20 g/L aralığında olduğunu belirlemişlerdir. Şahin vd. (1977), kuru üzümünden yavaş metotla üretimi yapılan sirkelerde katı madde miktarlarını 9.90-11.90 g/L olarak tespit etmişlerdir. Şahin ve Kılıç (1981) çalışmalarında örneklerde katı madde oranını 5.43-17.61 g/100 mL olarak rapor etmişlerdir. Ünal (2007) uyguladığı araştırmada değişik metotla ürettiği şarap sirkelerinin katı madde oranını 10.85-12.60 g/L olduğunu tespit etmiştir. Morales vd. (2001) araştırmalarındaki sirkelerin katı madde oranı 10.30-12.90 g/L olarak belirlemişlerdir.

Yapmış olduğum araştırmada toplam katı madde miktarı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( 2.35 < 665.50) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin toplam katı madde miktarı analizi sonuçları açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 17.40 -162.58 g/L arasında değişmiştir. Tablo 6.15' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Toplam katı madde şeker ve diğer suda çözünen maddelerden oluşmaktadır. Tablo 3.8' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre uçur asit miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 9 grupta toplanmıştır. Sirkedeki toplam kuru madde şeker, polen ve propolisdeki çözünen maddelerden kaynaklanmaktadır. Tablo 3.8' de Farklı harflerle belirtilen örnekler toplam kuru içeriği bakımından birbirinden farklıdır. TS 1880' e göre toplam kuru miktarı 8.00 g/L' dan az olamaz biçiminde verilmiştir. Elde edilen ürünlerin hepsi TS 1880' e göre uygun olduğu tespit edilmiştir.

**Tablo 3.8.** Toplam katı madde analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama g/L	Değerlendirme
S1	15.33	A*
S6	17.40	B
S2	27.10	C
S3, S9, S4	24.23, 24.64	D, D, D
S7	34.43	E
S5	89.70	F
S8	104.90	G
S11	115.57	H
S10	162.58	I

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.9. Kül Miktarı

Çalışmada üretilen organik bal sirkesi örneklerinin kül miktarı 0.05-0.89 g/100 mL arasındadır. Sade kestane balı sirkesi 0.13 g/100 mL, sonradan propolisli kestane balı sirkesi 0.89 g/100 mL, sonradan polenli kestane balı sirkesi 0.89 g/100 mL, nohut polenli kestane balı sirkesi 0.10 g/100 mL, nohut propolisli kestane balı sirkesi 0.09 g/100 mL nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 0.16 g/100 mL, nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 0.18 g/100 mL, sirkeli kestane balı sirkesi 0.16 g/100 mL, nohutlu kestane balı sirkesi 0.05 g/100 mL, mayalı kestane balı sirkesi 0.10 g/100 mL, sade propolisli kestane balı sirkesi 0.05 g/100 mL'dir (Tablo 3.5). Bal örnekleri arasında en yüksek miktar sonradan polenli kestane balı sirkesinde iken en düşük miktar sade propolisli kestane balı sirkesinde tespit edilmiştir (Tablo 3.5).

Gerbi vd. (1998) şarap sirkesinin kül miktarını 0.20-0.26 g/100 mL aralığında değiştiğini; Şahin vd. (1977) öğütülerek hazırlanan kuru üzüm sirkesinin kül miktarını 0.18-0.22 g/100 mL, öğütülmeden üretilen sirkenin kül miktarını 0.16- 0.22 g/100 mL olarak belirlemişlerdir. TS 1880 sirke standardında en az 0.05 g/L olacak şekilde verilmiştir. Yapılan çalışmada kül oranı uygun çıkmıştır.

Araştırmada toplam kül miktarı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( 2.35 < 59.47) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin toplam kül miktarı analizi sonuçları aralarında toplam kül miktarı açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 1.48 ile 8.92 g/L arasında değişmiştir. Tablo 6.7' de anova testine ait istatistik

değerlendirme verilmiştir. Kül sirkede bulunan inorganik maddelerin miktarı ile alakalı bir durumdur. Tablo 3.9’ da Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre uçur asit miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 5 grupta toplanmıştır. Tablo 3.9’ da Farklı harflerle belirtilen örnekler toplam kül içeriği bakımından birbirinden farklıdır. Elde edilen ürünlerin hepsi TS 1880’ e göre uygun olduğu tespit edilmiştir.

**Tablo 3.9.** Toplam kül analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama g/L	Değerlendirme
S2, S3, S5, S6, S7, S1,S9	1.47, 1.48, 1.57, 1.63, 1.65, 1.68, 1.76	A*, A, A, A, A, A, A
S8	2.14	B
S4	2.95	C
S10, S11	8.45, 8.92	D, D

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.10. Toplam Şeker

Araştırmada üretilen organik bal sirkesi örneklerinin toplam şeker miktarı 4.10-77.95 g/L arasındadır (Tablo 3.5).

Sade kestane balı sirkesi 77.95 g/L, sonradan propolisli kestane balı sirkesi 63.52 g/L, sonradan polenli kestane balı sirkesi 11.13 g/L, nohut polenli kestane balı sirkesi 4.28 g/L, nohut propolisli kestane balı sirkesi 11.91 g/L, nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 51.98 g/L, nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 11.92 g/L, sirkeli kestane balı sirkesi 27.81 g/L, nohutlu kestane balı sirkesi 9.84 g/L, mayalı kestane balı sirkesi 4.10 g/L, sade propolisli kestane balı sirkesi 11.13 g/L ‘dir (Tablo 3.5). Bal sirkesi örneklerinin en yüksek şeker miktarı sade kestane balı sirkesi iken en düşük ise mayalı kestane balı sirkesi olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.5).

Üzümden üretilen sirke numunelerinde invert şeker oranı 1.33-2.83 g/L aralığında değişim gösterdiği tespit etmiştir (Ünal, 2007). Şahin ve Kılıç (1981) yapmış oldukları araştırmada, şaraptan yapılan sirkelerindeki invert şeker oranı 1.90-3.20 g/L ve 0.81-1.97 g/L aralığında olduğunu tespit etmişlerdir. (Kılıç, 1976)’ ın yapmış olduğu araştırmada ülkemizdeki sirkelerin şeker oranlarının 0.87-4.46 g/L arasında değiştiğini rapor etmiştir.

Yapmış olduğum araştırmada toplam şeker miktarı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan (  $2.35 < 607.51$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin toplam şeker miktarı analizi sonuçları aralarında toplam şeker miktarı açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 4.10-77.95 g/L arasında değişmiştir. Tablo 6.8’ de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.10’ da Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam şeker miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 8 grupta toplanmıştır. Tablo 3.10’ da Farklı harflerle belirtilen örnekler toplam kuru içeriği bakımından birbirinden farklıdır. TS 1880’ de toplam şeker miktarı ile ilgili bir kriter yoktur.

**Tablo 3.10.** Toplam şeker analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama g/L	Değerlendirme
S4, S6	4.10, 4.28	A*, A,
S1, S2	7.79, 8.91	B, B
S3	9.84	C
S10	11.13	D
S7, S9	11.91, 11.92	E, E
S5	49.09	F
S8	51.98	G
S11	63.52	H

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.11. Serbest Mineral Asitlerin Tayini

Mineral asitler, organik kısmın bulunmadığı, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HBr, HNO<sub>3</sub> gibi inorganik asitlere verilen başka bir addır. Tağşiş amacıyla sirkelere söz konusu bu asitler katılabilirler. Sirke içersinde çalışmada serbest mineral asit testinde metiloranj belirteci ile menekşe-sarı renk oluşumuna bakıldı. Üretimi yapılan tüm kestane bal sirke örneklerinin hepsi de menekşe- sarı renk göstermiştir. Bu analizde var yok analizi olduğundan istatistiki bir değerlendirme yapılmadı.

### 3.1.12. Oksidasyon Sayısı

Çalışmada analizi yapılan organik bal sirkesinin örneklerinin oksidasyon sayısı 68.53-386.13 arasındadır. Sade Kestane Balı Sirkesi 149.07, Sonradan Propolisli Kestane Balı Sirkesi 113.60, Sonradan Polenli Kestane Balı Sirkesi 204.80, Nohut polenli kestane balı sirkesi 68.53, Nohut propolisli kestane balı sirkesi 252.53, Nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 386.13, Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 380.27, Sirkeli kestane

balı sirkesi 296.27, Nohutlu kestane balı sirkesi 320.5, Mayalı kestane balı sirkesi 330.67, Sade propolisli kestane balı sirkesi 202.13 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.5). Bal sirkesi örneklerinde en yüksek oksidasyon sayısı nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi iken en düşük ise Nohut polenli kestane balı sirkesi olarak tespit edilmiştir.

Şahin ve diğ. (1977) üzüm kurusundan elde ettikleri sirkede oksidasyon sayısının 294.80-524.00 olarak bulmuşlardır. TS 1880 standartında oksidasyon sayısı için üzüm ve meyve sirkelerinde en fazla 300 değeri verilmiştir.

Çalışmada oksidasyon sayısı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( $2.35 < 10748.65$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin oksidasyon analizi sonuçları aralarında oksidasyon miktarı açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 68.53-386.13 arasında değişmiştir. Tablo 6.9' da anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.11' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam şeker miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 8 grupta toplanmıştır. Tablo 3.11' de Farklı harflerle belirtilen örnekler toplam kuru içeriği bakımından birbirinden farklıdır. TS 1880' de oksidasyon sayısı ile ilgili üzüm ve meyve sirkelerinde oksidasyon sayısı 300' den fazla, alkol sirkelerinde ise 60' dan fazla olmamalıdır biçiminde vermiştir. Elde edilen sonuçlar literatür bulunan çalışmalara uygun çıkmıştır.

**Tablo 3.11** Oksidasyon sayısı analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S6	68.53	A*
S11	113.60	B
S1	149.07	C
S2, S10	202.13, 204.80	D, D
S7	252.53	E
S5	307.47	F
S3, S4	320.53, 330.66	G, G
S9, S8	380.27, 386.13	H, H

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.13. İyot Sayısı

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden iyot sayısı 1.60- 14.93 arasındadır (Tablo 3.5).



Sade Kestane Balı Sirkesi 2.67, Sonradan Propolisli Kestane Balı Sirkesi 3.47, Sonradan Polenli Kestane Balı Sirkesi 2.67, Nohut polenli kestane balı sirkesi 14.93, Nohut propolisli kestane balı sirkesi 5.33, Nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 1.60, Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 3.20, Sirkeli kestane balı sirkesi 1.87, Nohutlu kestane balı sirkesi 3.47, Mayalı kestane balı sirkesi 3.73, Sade propolisli kestane balı sirkesi 1.87 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.5). Bal sirkesi örneklerinden en yüksek iyot sayısı sade kestane balı sirkesi iken en düşük ise nohut sonradan polenli kestane balı sirkesidir (Tablo 3.5).

Şahin ve diğ. (1977), üzüm kurusundan elde ettikleri sirkede iyot sayısı 292.00-382.00 olarak bulmuşlardır. TS 1880 standartında iyot sayısı için sayı için üzüm ve meyve sirkelerinde en fazla 200 değeri verilmiştir. Çalışmada iyot sayısı analizi sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan ( 2.35 < 23.22) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin iyot sayısı analizi sonuçları aralarında iyot sayısı miktarı açısından ( $p < 0.05$ ) önemli bir fark vardır ve 1.60 ile 14.93 arasında değişmiştir. Tablo 7.10' da anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.12' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam şeker miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 4 grupta toplanmıştır. Tablo 3.12' de Farklı harflerle belirtilen örnekler iyot sayısı bakımından birbirinden farklıdır. TS 1880' de iyot sayısı ile ilgili Üzüm ve meyve sirkelerinde iyot sayısı 280'den fazla olmalıdır. Alkol sirkelerinde ise 4-25 arasında değişir. Doğal olmayan sirkelerde 0-20 olmamalıdır biçiminde vermiştir. Elde edilen sonuçlar uygun çıkmıştır.

**Tablo 3.12.** İyot sayısı analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S8, S2, S5	1.60, 1.87, 1.87	A*, A, A
S10	2.67	B
S9, S1, S3, S11, S4	3.20, 3.20, 3.47, 3.47, 3.73	C, C, C, C, C
S7	5.33	D
S6	14.93	E

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.1.14. Renk Analizi

Bal sirkesi örneklerinde Renk L\* değerleri tüm örneklerde 21.70-33.96; a\*değerleri 3.63-10.21; b\* değerleri 0.80-9.28 arasında değişim göstermiştir (Tablo 3.13).

Öztürk vd. (2015) geleneksel olarak yapılan sirkeler üzerindeki araştırmada; L\* değerini 0.28-18.67; a\* değerini 0.09-14.88; b\* değerini ise 0.43-14.11 arasında olduğunu bulmuşlardır. Bal sirkesi üzerinde yapılan araştırmada L\* değeri, 0.58-33.00; a\* değeri, 0.17-15.76 ve b\* değeri; 2.91-28.35 aralığında tespit edilmiştir (Alak, 2015).

Ölmez (2009) çalışmasında Türkiyenin farklı bölgelerinde topladığı ballarda L\*, a\*, b\* değerlerini sırasıyla 24.56-41.21, 0.11-1.00, 0.87-9.84 arsında değiştiğini tespit etmiştir. Sharma vd. (2010) Hindistan balları üzerine yaptıkları çalışmada L\*, a\*, b\* oranlarını 26.30-36.80, 0.10-4.90 ve 0.70-14.40 olarak belirlemişlerdir.

Devillers vd. (2004) araştırmalarında kestane, ayçiçeği, kolza, akasya, çam, gibi farklı orijinli ballar üzerine renk analizi yapmışlardır ve çalışma sonunda koyu renkte olan balın kestane, açık renkte olan balın ise akasya balı olduğunu tespit etmişlerdir.

İnsan gözü renk farklılıklarını algılayabilme bakımından sınırlıdır. Renk analizcilerinin birçoğu laboratuvarındaki ideal izleme şartlarında 2.0 'den daha yüksek olan  $\Delta E$  değerlerindeki farklılıkları kolaylıkla ayırt etmelerine rağmen  $\Delta E$  değerlerinin 1.0 'in altında olduğu durumlarda renk farklılıklarını tespit edemezler. Yapılan çalışmada  $\Delta E$  farkı Propolisli Kestane Balı Sirkesinde 24.00, Mayalı kestane balı sirkesi 27.26, Sirkeli kestane balı sirkesi 29.37 ve Nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 29.90 olarak bulunmuştur. Bu sirke örnekleri diğerlerine nazaran biraz daha koyu renktedir.

Diğer sirkelerin renkleri ise birbirine çok yakın biçimde gözlemlenmiş.  $\Delta E$  değerleri 31.41–34.68 aralığında değişmiştir. Çalışmada renk analizleriyle ilgili  $\Delta E$  sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritik} < F_{deneysel}$  olduğundan (  $2.35 > 5.42 E-17$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin  $\Delta E$  analizi sonuçları aralarında  $\Delta E$  açısından ( $p>0.05$ ) önemli bir fark yoktur ve 24.00 ile 34.68 arasında değişmiştir. Tablo 6.11' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.14' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre  $\Delta E$  miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 9 grupta toplanmıştır. Tablo 3.14' de Farklı harflerle belirtilen örnekler  $\Delta E$

birbirinden farklıdır. Sirkeye ait güncel mevzuatta renk analizleri ile alakalı bir kriter bulunmamaktadır.

**Tablo 3. 13.** Renk analizleri

Kod	L*	a*	b*	ΔE
S1	29.55±0.18 <sup>#</sup>	4.05±0.02 <sup>#</sup>	2.10±0.06 <sup>#</sup>	31.41±1.23 <sup>#</sup>
S2	33.96±0.49	5.91 ±0.02	3.80 ±0.06	34.68±1.69 <sup>#</sup>
S3	30.41±0.55	4.09± 0.08	8.83 ±0.06	31.93±1.77 <sup>#</sup>
S4	26.79±0.09	3.88 ±0.01	3.21 ± 0.07	27.26±1.89 <sup>#</sup>
S5	28.48±0.06	3.78± 0.04	6.11± 0.08	29.37±1.46 <sup>#</sup>
S6	31.19±0.16	4.40± 0.03	1.45± 0.03	31.53±0.87 <sup>#</sup>
S7	30.35±0.06	3.76 ± 0.09	9.28 ± 0.12	31.96±1.12 <sup>#</sup>
S8	29.55±0.18	4.05± 0.02	2.10 ± 0.06	29.90±1.44 <sup>#</sup>
S9	30.75±0.05	3.63 ±0.06	9.15 ± 0.07	32.29±1.67 <sup>#</sup>
S10	21.70±0.14	10.21±0.10	0.96±0.03	24.00±1.03 <sup>#</sup>
S11	32.98±0.25	4.89±0.07	0.80±0.03	33.35±0.95 <sup>#</sup>

<sup>#</sup>Standart sapma.

Çalışmada renk analizleriyle ilgili L\* sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritisik} < F_{deneysel}$  olduğundan (  $2.35 > 7.12 E-17$ ) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin L\* analizi sonuçları aralarında L\* açısından ( $p>0.05$ ) önemli bir fark yoktur ve 26.79 ile 33.96 arasında değişmiştir. Tablo 6.12’ de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.15’ de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre L\* miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 8 grupta toplanmıştır. Tablo 3.15’ de farklı harflerle belirtilen örnekler L\* birbirinden farklıdır. Sirkeye ait güncel mevzuatta renk analizleri ile alakalı bir kriter bulunmamaktadır.

**Tablo 3.14.** ΔE Analizinin duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S4	26.79	A*
S5	28.48	B
S8	29.53	C
S7, S11, S3, S9	30.35, 30.35, 30.41, 30.75	D, D, D, D
S1, S6	30.97, 31.19	E, E
S10	32.98	F
S2	33.96	H

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

**Tablo 3.15.** L\* Analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S9	3.63	A*
S7, S11, S5	3.76, 3.76, 3.78	B, B, B
S4	3.87	C
S8, S3	4.05, 4.09	D, D
S6	4.40	E
S1	4.73	F
S10	4.89	H
S2	5.91	I

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

Çalışmada renk analizleriyle ilgili a\* sonuçlarının istatistiksel analizine göre  $F_{kritisik} < F_{deneyisel}$  olduğundan (  $2.35 > 4.52$  E-21) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin a\* analizi sonuçları aralarında a\* açısından ( $p > 0.05$ ) önemli bir fark yoktur ve 3.63 ile 5.91 arasında değişmiştir. Tablo 6.13' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.16' da Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre a\* miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 7 grupta toplanmıştır. Tablo 3.16' da Farklı harflerle belirtilen örnekler a\* birbirinden farklıdır. Sirkeye ait güncel mevzuatta renk analizleri ile alakalı bir kiriter bulunmamaktadır.

**Tablo 3.16.** a\* Analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S11	24.00	A*
S4	27.26	B
S5	29.37	C
S8	29.88	D
S1,S6	31.41, 31.53	E, E
S3, S7, S9	31.93, 31.96, 32.29	F, F, F
S10	33.35	G
S2	34.68	H

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

$F_{deneyisel}$  olduğundan (  $2.35 > 4.52$  E-21) analizleri gerçekleştirilen 11 farklı sirkenin b\* analizi sonuçları aralarında a\* açısından ( $p > 0.05$ ) önemli bir fark yoktur ve 26.79 ile 33.96 arasında değişmiştir. Tablo 6.14' de anova testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Tablo 3.17' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre

b\* miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 7 grupta toplanmıştır. Tablo 3.17’ de Farklı harflerle belirtilen örnekler b\* birbirinden farklıdır. Sirkeye ait güncel mevzuatta renk analizleri ile alakalı bir kriter bulunmamaktadır.

**Tablo 3.17.** a\* Analizinin Duncan testi sonuçları

Örnek kodları ve gruplar	Ortalama	Değerlendirme
S10	0.80	A*
S6	1.45	B
S8, S1	2.10, 2.23	C, C
S4	3.21	DC
S2	3.80	E
S5	6.11	F
S3	8.23	H
S9, S7, S11	9.15, 9.28, 9.28	I, I, I

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.2. Üretilen Sirkelerin Biyoaktif Özellikleri

#### 3.2.1. Toplam Fenolik Madde İçeriği

Organik bal sirkesi örneklerine ait toplam fenolik madde içeriği 43.78- 182.86 mg GAE /L arasındadır (Tablo 3.22).

S8, S4, S10, S1, S5, S7, S6, S3, S11, S9, S2 kodlu numunelerde sırasıyla 110.17mg GAE /L, 119.83 mg GAE /L, 121.51 mg GAE /L, 126.13 mg GAE /L, 127.82 mg GAE /L, 129.50 mg GAE /L, 131.46 mg GAE /L, 144.34 mg GAE /L, 171.51 mg GAE /L, 174.59 mg GAE /L, 182.86 mg GAE /L, 182.99 mg GAE /L tespit edilmiştir (Tablo 3.22). Bal sirkesi örneklerinden en yüksek fenolik madde sade propolisli kestane balı sirkesi iken en düşük ise sade kestane balı sirkesi olduğu görülmüştür (Tablo 3.22).

Alak ( 2015) Bal sirkesi numunelerinin total fenolik madde oranlarını yaklaşık olarak 105.18-890.27 mg/kg aralığında bulmuştur. İtalyada yapılan çalışmada bal sirkesinde fenolik madde oranı yaklaşık olarak 105.18 mg/kg, çam balı sirkesinde yaklaşık olarak 336.94 mg/kg, çam balıyla elma karışımından üretilen bal sirkesinde yaklaşık olarak 518.12 mg/kg, çiçek balı sirkesinde 412.92 mg/kg, çiçek balıyla elma karışımından üretilen bal sirkesinde 316.25 mg/kg, İstanbul’da üretilen bal sirkesinde 786.35 mg/kg, Muğla’da üretilen bal sirkesinde 890.27 mg/kg olarak tespit etmiştir.

Sanz vd. (2005) İspanya balları üzerine çalışma yapmışlardır. Araştırmada toplam polifenol içeriği ortalama 780.00 mg/kg olarak belirlemişlerdir. Halim vd. (2011) Malezyada yaptıkları araştırmada, total polifenol içeriğinin en fazla tualang balında (840.00 mg/kg GAE) ve en az ananas balında (280.00 mg/kg GAE) olduğunu tespit etmişlerdir. Wilczynska (2010) çalışmasında, Polonya ballarında total fenolik madde miktarının 17.57-189.52 mg/100g aralığında olduğunu rapor etmiştir.

Farklı araştırmalarda elma sirkesinin toplam fenolik madde içeriği 757.65 mg/L (Budak vd., 2011) ve 202.00 mg/L (Ninfali vd., 2005) olarak tespit edildi.

Ünverir vd. (2011), toplam fenolik madde içeriğini nar sirkesi örneklerinde 1218.60-1754.10 mg GAE/L aralığında belirlemişlerdir.

Toplam fenolik madde şarap sirkesinde 306-867 mg GAE/L (Davalos vd., 2005), Sherry sirkesinde 200.00-1000.00 mg GAE/L (Alonso vd., 2004) değerleri arasında, Trabzon hurması sirkesinde 324.00 mg gallik asit/kg (Ubeda vd., 2011), geleneksel üzüm sirkesi örneklerinde 2690.00 mg/L ve endüstriyel üzüm sirkesi örneklerinde 2461.00 mg/L

(Budak ve Guzel-Seydim, 2010) değerinde belirlenmiştir. Elma sirke anası ile benzer sonuçlara sahip geleneksel balsamik sirkede toplam fenolik madde 1460.00-5430.00 mg/kg aralığında belirlenmiştir (Masino vd., 2008).

Kestane balının toplam fenolik madde içeriği 2333.33, propolisin toplam fenolik içeriği 8831.93, polenin toplam fenolik madde içeriği 5302.52 dir (Tablo 3.21).

Üzüm sirkesi fenolik madde içeriği 182.99, elma sirkesinin fenolik madde içeriği 66.87 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.21).

Propolis ve polen ilave edilen sirkelerin toplam fenolik madde içeriğinin arttığı tespit edilmiştir. Tablo 3.18 de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam fenolik miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 5 grupta toplanmıştır.

Toplam antioksidant miktarları bal, polen ve propolis örneklerinde 2300 mg AAE/kg dan fazladır. Sirke numunelerinde ise bu oran 110.84-182.86 mg AAE/L aralığında değişmiştir. Üzüm sirkesi ve elma sirkesinde 182.99-66.87 mg AAE/L bulunmuştur. Propolis ve polen ilave edilen sirkelerin toplam fenolik madde içeriğinin arttığı tespit edilmiştir.

**Tablo 3. 18.** Toplam fenolik analizinin Duncan testi sonuçları

<b>Örnek kodları ve gruplar</b>	<b>Ortalama</b>	<b>Değerlendirme</b>
Elma Sirkesi	66.87	A*
S8, S4, S10, S1, S5, S7, S6, S3, S11, S9, S2, Üzüm Sirkesi	110.17, 119.83, 121.51, 126.13, 127.82, 129.50, 131.46, 144.34, 171.51, 174.59, 182.86, 182.99	B, B, B, B, B, B, B, B, B, B, B, B,
Kestane Balı	2333.33	C
Polen	5302.52	D
Propolis	8831.93	E

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.2.2. Toplam Antioksidan Madde İçeriği

S4, S3, S7, S9, S6, S5, S2, S1, S8, S11, S10 kodlu numunelerde sırasıyla 106.84 mg AAE/L, 138.62 mg AAE/L, 157.69 mg AAE/L, 177.25 mg AAE/L, 182.86 mg AAE/L, 220.52 mg AAE/L, 242.38 mg AAE/L, 278.22 mg AAE/L, 282.82 mg AAE/L, 302.38 mg AAE/L, 305.93 mg AAE/L tespit edilmiştir (Tablo 3.22).

Bal sirkesi örneklerinden en yüksek toplam antioksidan Sonradan Polenli Kestane Balı Sirkesi iken en düşük Nohut polenli kestane balı sirkesi olduğu görülmüş (Tablo 3.21).

Alak (2015) Bal sirkesi numunelerinde antioksidan miktarlarını yaklaşık olarak 233.01-1431.00 mg/kg aralığında tespit etmişlerdir. İtalyada yapılan çalışmada bal sirkesinde antioksidan miktarı yaklaşık olarak 233.01 mg/kg, çam balı sirkesinde 485.01 mg/kg, çam balıyla elma karışımından yapılan bal sirkesinde 318.99 mg/kg, çiçek balı sirkesinde 285 mg/kg, çiçek balıyla elma karışımından üretilen bal sirkesinde 369.00 mg/kg, İstanbul bal sirkesinde 737.01 mg/kg, Muğla bal sirkesinde ise 143.00 mg/kg tespit etmiştir.

Budak (2010) elma ve üzüm sirkelerinin antioksidan kapasite tayinlerini araştırmıştır. Araştırmada Troloks EA değeri TEAC ve ORAC yöntemine göre aktivitesini 12.07 mM ve 69.10  $\mu$ mol TE/mL aralığında üzüm şarabında olduğunu tespit etmiştir. Pinsirodom vd. (2008) distile sirkedeki antioksidan miktarını ortalama 5.60  $\mu$ g TE/mL, elma sirkesinde 4.71  $\mu$ g TE/mL, kırmızı şarap sirkesinde 3063.00  $\mu$ g TE/mL olarak tespit etmişlerdir. Xu vd. (2007) Zhenjiang sirkesindeki antioksidan miktarını 40.00-50.00  $\mu$ g TE/100 mL olarak belirlemişlerdir.

Mariana-Atena vd. (2007) çalışmalarında, Romanya’da elma sirkesi üretimi yapmışlar ve FRAP yöntemi kullanarak antioksidan miktarını 0.45 mM/L olarak tespit etmişlerdir.

Farklı elma türlerine ait elma suyu örneklerinin ORAC değerleri 25.72-42.34  $\mu\text{mol TE/g}$  (Wu et al., 2004) arasında belirtilirken TEAC değerleri 2.84-7.59 mmol troloks /L (Karaman vd., 2010) aralığında belirlenmiştir. Elma sirkesi örneklerinin antioksidan kapasitesi ise ORAC yöntemine göre 3.00-5.89  $\mu\text{mol TE/mL}$  ve TEAC yöntemine göre 5.40-13.5 mmol Troloks /L (Budak vd., 2011) değerleri arasında saptanmıştır.

Ünverir vd. (2011b), tarafından nar sirkesinde yapılan çalışmada TEAC değeri 17.13-22.32 mmol Troloks /mL ve çalışmamıza benzer olarak ORAC değeri 15.92- 31.51  $\mu\text{mol TE/mL}$  aralığında bildirilmiştir.

ORAC değerleri, kırmızı şarap sirkesinde 4.63 mM troloks (Cerezo vd., 2010), Trabzon hurması sirkesinde 1479-2111  $\mu\text{mol TE/kg}$  (Ubeda vd., 2011), karpuz sirkesinde 1.32  $\mu\text{mol TE/mL}$  (Budak vd., 2012b), kavun sirkesinde 1.16  $\mu\text{mol TE/mL}$  (Budak vd., 2012c), ve çilek sirkesinde 9202.00-11082.00  $\mu\text{mol TE/kg}$  (Ubeda vd., 2012) aralığında tayin edilmiştir. Elma sirke anası ve nar sirke anasının ORAC değerlerine benzer olarak vişne sirkesinde 63.74  $\mu\text{mol TE/mL}$  (Ertekin-Filiz vd., 2012) ve dut sirkesinde 19.07  $\mu\text{mol TE/mL}$  (Budak vd., 2012a) ORAC değeri tespit edilmiştir.

TEAC değeri geleneksel Balsamik sirkede 14.50- 58.20 mM TE aralığında (Masino vd., 2008), dut sirkesinde 7.72 mM TE (Budak vd., 2012a), vişne sirkesinde 19.17 mM TE (Ertekin-Filiz vd., 2012) ve geleneksel yöntemlerle üretilmiş elma posası ilave edilmiş elma sirkesinde 13.50 mmol/L iken posa ilave edilmemiş elma sirkesi örneğinde 11.90 mmol/L (Budak vd., 2011) olarak bildirilmiştir.

Kestane balında antioksidan değeri 605.58’ dir. Propolisin antioksidan değeri 1575.27dir. Polen antioksidan değeri 1195.47dir (Tablo 3.21).

Üzüm sirkesinin antioksidan değeri 55.11 iken elma sirkesinin antioksidan değeri 48.12 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.21).

Tablo 3.19’ da Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam antioksidan miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 10 grupta toplanmıştır. Tablo 3.19’ da Farklı harflerle belirtilen örnekler toplam antioksidan birbirinden farklıdır. Toplam antioksidant miktarları bal, polen ve propolis örneklerinde 600



mg AAE/kg dan fazladır. Sirke numunelerinde ise bu oran 106.84-305.93 mg AAE/L aralığında değişmiştir. Üzüm sirkesi ve elma sirkesinde 48.12-55.10 mg AAE/L bulunmuştur. Propolis ve polen ilave edilen sirkelerin toplam antioksidan madde içeriğinin arttığı tespit edilmiştir.

**Tablo 3.19.** Toplam antioksidan analizinin Duncan testi sonuçları

<b>Örnek kodları ve gruplar</b>	<b>Ortalama mg AAE/L,kg</b>	<b>Değerlendirme</b>
Üzüm Sirkesi, Elma Sirkesi	48.12, 55.10	A*
S4	106.84	B
S3, S7	138.62, 157.69	C, C
S9, S6	177.25, 182.86	D, D
S5, S2	220.52, 242.38	E, E
S1, S8, S11	278.22, 282.82, 302.38	F, F, F,
S10	305.93	G
Kestane Balı	605.56	H
Polen	1195.48	I
Propolis	1575.27	K

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

### 3.2.3. Toplam Flavanoid Madde İçeriği

Araştırmada üretilen organik bal sirkesi örneklerinden toplam flavanoid madde içeriği 99.33-142.70 mg GAE /L arasındadır (Tablo 3.22). S5, S1, S3, S7, S2, S4, S6, S11, S9, S8, S10 kodlu numularda sırasıyla 99.33 mg GAE /L, 99.85 mg GAE /L, 100.12 mg GAE /L, 103.55 mg GAE /L, 104.23 mg GAE /L, 117.78 mg GAE /L, 120.95 mg GAE /L, 127.01 mg GAE /L, 129.38 mg GAE /L, 134.13 mg GAE /L, 136.77 mg GAE /L, 142.70 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.22).

Kestane balı toplam flavanoid madde içeriği 809.47, propolisin 15786.00, polenin ise 3999.89 dir (Tablo 3.21).

Üzüm sirkesinin toplam flavanoid madde içeriği 103.54, elma sirkesinin toplam flavanoid değeri 50.55 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.21). Bal sirkesi örneklerinden en yüksek toplam flavanoid değeri sonradan polenli kestane balı sirkesi en düşük toplam flavanoid değeri sade kestane balı sirkesidir (Tablo 3.22).

Tablo 3.20' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam antioksidan miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 10 grupta toplanmıştır. Tablo 3.20' de Farklı harflerle belirtilen örnekler toplam antioksidan

birbirinden farklıdır. Toplam flavanoid miktarları bal, polen ve propolis örneklerinde sırasıyla 809.47, 3999.90, 15786.01 mg AAE/kg dan fazladır. Sirke numunelerinde ise bu oran 99.33 142.70 mg AAE/L aralığında değişmiştir. Üzüm sirkesi ve elma sirkesinde 103.55-50.55 mg AAE/L bulunmuştur. Propolis ve polen ilave edilen sirkelerin toplam flavanoid madde içeriğinin arttığı tespit edilmiştir.

**Tablo 3.20.** Toplam antioksidan analizinin Duncan testi sonuçları

<b>Örnek kodları ve gruplar</b>	<b>Ortalama mg AAE/L, kg</b>	<b>Değerlendirme</b>
Elma Sirkesi	50.55	A*
S5, S1, S3, Üzüm Sirkesi, S7, S2, S4, S6, S11, S9, S8, S10	99.33, 99.85, 100.12, 103.55, 104.23, 117.78, 120.95, 127.01, 129.38, 134.13, 136.77, 142.70	B, B, B, B, B, B, B, B, B, B, B, B,
Kestane Balı		C
Polen		D
Propolis		E

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.

**Tablo 3.21.** Toplam Fenolik, Antioksidan, Flavanoid ve FRAP deęerleri

		<b>Kestane Balı</b>	<b>Propolis</b>	<b>Polen</b>	<b>Üzüm Sirkesi</b>	<b>Elma Sirkesi</b>
<b>Toplam Antioksidan</b>	mg AA E /L	605.88±20.99*	1575.27±32.07*	1195.47±42.42*	55.11±0.27*	48.12±0.39*
<b>Toplam Fenolik</b>	mg GAE /L	2333.33±95.12	8831.93±123.43	5302.52±143.54	182.99±4.31	66.87±4.15
<b>Toplam Flavanoid</b>	mg GAE /L	809.47±76.47	15786±276.12	3999.89±173.23	103.54±2.74	50.55±6.76
<b>FRAP</b>	mg AA E /L	2819.72±25.56	9736.89±48.99	7381.33±36.36	133.01±1.12	123.63±2.02

\*Standart sapma.

**Tablo 3. 22.** Toplam Fenolik, Antioksidan, Flavanoid ve FRAP deęerleri

	<b>S1</b>	<b>S2</b>	<b>S3</b>	<b>S4</b>	<b>S5</b>	<b>S6</b>	<b>S7</b>	<b>S8</b>	<b>S9</b>	<b>S10</b>	<b>S11</b>
<b>Toplam Antioksidan<sup>#</sup></b>	278.22±6.48*	242.38±0.01*	305.98±6.18*	302.98±0.98*	220.52±1.51*	182.86±1.28*	157.69±2.30*	282.82±2.17*	177.25±1.65*	305.93±6.18*	302.38±0.98*
<b>Toplam Fenolik<sup>#</sup></b>	119.83±1.68	182.86±0.01	121.52±2.54	182.23±9.66	127.82±0.84	131.46±1.28	129.50±0.84	110.17±3.66	174.59±2.57	121.51±2.10	171.51±2.52
<b>Toplam Flavanoid<sup>#</sup></b>	99.85±1.99	117.78±0.79	100.12±9.17	120.95±5.99	90.33±1.83	127.01±3.74	104.73±2.77	136.77±7.25	134.13±9.17	142.70±1.98	129.38±5.99
<b>FRAP<sup>#</sup></b>	225.53±1.31	277.13±0.01	198.42±1.43	215.79±3.39	217.41±0.99	225.25±1.56	216.60±0.79	168.56±0.25	202.78±1.04	198.42±0.48	190.30±1.55

<sup>#</sup>Konsantrasyon mg AAE/L, \*Standart sapma

### 3.2.4. DPPH Serbest Radikal Temizleme Aktivitesi Tayini

C µg/mL; 10, 20, 30, 40, 50 Askorbik Asit; 85.21, 87.69, 89.25 ,92.9, 97.23 Trolox; 87.8 , 87.94 , 90.02 ,93.95 ,98.36 dır (Tablo 3.24). Kestane balının % DPPH inhibisyonu 86.27, 88.16, 89.51, 91.69, 93.10 dir. Propolisin 87.16, 88.58, 91.29 ,95.9, 98.13 dür. Polen ise 86.67,87.43,89.73,92.17,95.08 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.24).

Üzüm sirkesinde % DPPH inhibisyonu 40.95, 51.37, 68.01,70.53, 78.69 değerlere sahipken elma sirkesinde %DPPH inhibisyonu 44.44, 47.94, 49.54, 53.15, 61.31'dir (Tablo 3.24).

Bakır (2014) Elma sirkesinde DPPH miktarını % 13.31, üzüm sirkesinde DPPH miktarını % 28.40 olarak tespit etmiştir.

Sade Kestane Balı Sirkesi, 37.27, 50.53, 66.85, 77.63, 87.29. Sonradan Propolisli Kestane Balı Sirkesi 32.79, 44.70, 55.56 ,67.14 ,78.62 . Sonradan Polenli Kestane Balı Sirkesi 44.59 ,47.54 ,61.71 ,74.46 ,82.55. Nohut polenli kestane balı sirkesi 39.82, 43.68, 47.10, 61.57, 86.12. Nohut propolisli kestane balı sirkesi 43.61, 56.98, 65.68, 68.16, 87.72 Nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 49.73, 57.67, 63.50, 77.60, 89.76. Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 33.55, 35.96, 56.61, 80.44, 88.09. Sirkeli kestane balı sirkesi 38.36, 43.93, 56.14, 68.56, 89.84, Nohutlu kestane balı sirkesi 32.68, 52.90, 62.19, 68.09, 84.15 .Mayalı kestane balı sirkesi 35.92 , 50.16, 62.30, 76.83, 83.02 Sade propolisli kestane balı sirkesi 54.13, 61.64, 74.24, 80.80, 90.67 olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.25).

Karadut meyvesinin antioksidan aktivite değeri DPPH yöntemine göre Tomas ve ark. (2015) tarafından 946.00 mg Trolox/100g dw, Budak (2015) tarafından 16.22-21.17 µmol/g olarak belirlemiştir. Bae ve Suh (2007) farklı dut örneklerinde antioksidan kapasiteyi DPPH yöntemi ile 225.9-537.6 µg ve EC50 değerini 0.094-0.119 mg olarak belirlemiştir. Trabzon hurması püresi, şarabı ve sirkesinde DPPH yöntemine göre toplam antioksidan aktivite değerleri sırasıyla 1289.00-1540.00, 1649.00-1870.00, 1457.00-1731.00 µmolTE/kg olarak belirlenmiş olup sirke üretim sürecinde antioksidan aktivite değerlerinin önemli değişim göstermediği ortaya konulmuştur.

Haroun (2006) çalışmasında, çam ballarında antioksidant aktiviteyi 20.94-358.70 GAE/kg arasında olduğunu belirlemiştir. Sharma vd. (2010) Hindistan balları üzerine

yaptıkları çalışmada örneklerin DPPH yönteminde % 44-71 arasında olduğunu rapor etmiştir. Beretta vd. (2005) çalışmalarında DPPH radikal temizleme aktivitesinin en düşük miktarını 47.62 mg/ml karahindiba çiçeği balında, en yüksek miktarının ise 1.63 mg/ml ile kocayemiş balında olduğunu belirlemişlerdir.

Propolis vee polen ilave edilen sirkelerin DPPH radikal temizleme aktivitesinin arttığı gözlemlenmiştir.

### **3.2.5. ABTS●+ Radikal Katyonu Süpürücü Etki Tayini**

Konsantrasyon µg/mL; 2, 5, 10, 15 ve 20 Askorbik Asit konsantrasyonunda % inhibisyon olarak; 79.83, 80.53, 81.33, 82.48, 99.15 Trolox % inhibisyon olarak; 83.13,83.83, 86.54, 95.9, 98.75dir (Tablo 3.24). Kestane balının ABTS % inhibisyon olarak 80.23, 80.63, 81.48, 82.58, 83.83. Propolisin % inhibisyon olarak 84.93, 87.94, 90.94, 92.04, 92.94. Polenin % inhibisyon olarak 83.63, 86.09, 87.04, 88.89, 90.54 (Tablo 3.24).

Üzüm sirkesinin ABTS % inhibisyon olarak 42.05, 68.32 ,86.24, 87.89, 88.99 değerlere sahipken elma sirkesinin ABTS % inhibisyon olarak 23.52, 42.89, 57.91, 73.47, 85.24'dir (Tablo 3.24).

Bakır (2014) elma sirkesinde ABTS 36.64,üzüm sirkesinde ABTS 55.88 olarak saptamıştır.

Budak (2010) Üzüm suyu, üzüm cibre fermantasyonu sonu, üzüm şarabı, yüzey kültür üzüm sirkesi, derin kültür üzüm sirkesi örneklerinin ABTS+ değerleri sırasıyla 5,71; 11,26; 12,07; 11,82;10,44 mM ve ORAC değerleri sırasıyla 7,75;16,64; 69,10; 10,50; 7,63 µmol TE/mL olarak bulmuştur. Üzüm suyunun toplam antioksidan aktivitesi diğer örneklere göre önemli düzeyde daha düşüktür.

Sade kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 13.56, 26.88, 32.43, 37.14, 46.2. Sonradan Propolisli Kestane Balı Sirkesi % inhibisyon olarak 29.18, 46.80, 57.41, 68.72, 90.39. Sonradan Polenli Kestane Balı Sirkesi % inhibisyon olarak 33.98, 56.81, 73.17, 85.29, 88.69 . Nohut polenli kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 38.49, 66.17, 71.77, 79.58, 92.59. Nohut propolisli kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 35.59, 72.02, 83.53, 90.59, 93.74. Nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 49.85, 75.58, 78.73, 83.73, 85.94. Nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 36.49, 58.96, 66.22, 80.33, 85.49. Sirkeli kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 20.07,

21.97, 34.33, 44.59, 50.35. Nohutlu kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 10.36, 36.34, 50.40, 59.46, 72.72. Mayalı kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 26.78, 44.94, 59.56, 67.52, 75.68. Sade propolisli kestane balı sirkesi % inhibisyon olarak 66.27, 87.19, 90.49, 91.74, 92.49 tespit edilmiştir (Tablo 3.25).

Propolis ve polen ilave edilen sirkelerin ABTS+ değeri aktivitesinin arttığı gözlemlenmiştir.

### **3.2.5. Toplam Demir İndirgeme Antioksidan Kapasitesi**

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden FRAP 75.19-277.13 mg AA E /L arasındadır (Tablo 3.22).

Bakır (2014) elma sirkesinde FRAP değerini 29.57, Üzüm Sirkesinde FRAP değerini 41.82 olarak tespit etmiştir.

Sade Kestane Balı Sirkesi 104.32 mg AA E /L, sonradan propolisli kestane balı sirkesi 190.30 mg AA E /L, Sonradan polenli kestane balı sirkesi 198.42 mg AA E /L, nohut polenli kestane balı sirkesi 104.04 mg AA E /L, nohut propolisli kestane balı sirkesi 216.60 mg AA E /L, nohut sonradan polenli kestane balı sirkesi 168.56 mg AA E /L, nohut sonradan propolisli kestane balı sirkesi 81.57 mg AA E /L, sirkeli kestane balı sirkesi 96.20 mg AA E /L, nohutlu kestane balı sirkesi 75.19 mg AA E /L, mayalı kestane balı sirkesi 94.58 mg AA E /L, sade propolisli kestane balı sirkesi 277.13 mg AA E /L tespit edilmiştir (Tablo 4.4). Organik kestane balının FRAP değeri 2819.72 mg AA E /L. Propolisin FRAP değeri 9736.89 mg AA E /L. Polenin FRAP değeri 7381.33 mg AA E /L dir (Tablo 4.3). Üzüm sirkesinin FRAP değeri 124.12 mg AA E /L iken elma sirkesinin FRAP değeri ise 128.08 mg AA E /L olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.22).

Karadut suyunun FRAP değeri, Tomas ve ark. (2015) 1836 mg TE/100 g, Budak (2015) 12,26-14,11 µmol/g olarak tespit edilmiştir. Karadut şarabının FRAP değeri Tsai ve ark. (2004) 5717,20 µmol/L olarak belirlenmiş olmasına rağmen karadut sirkesinin FRAP değeri ile ilgili çalışma yapılmamıştır.

Tablo 3.23' de Duncan testine ait istatistiki değerlendirme verilmiştir. Buna göre toplam antioksidan miktarları 11 numunede bir birine yakınlık bakımından 8 grupta toplanmıştır. Tablo 3.23' de farklı harflerle belirtilen örnekler toplam demir indirgeme antioksidan kapasitesi analizinin birbirinden farklıdır. Toplam demir indirgeme antioksidan

kapasitesi analizinin miktarları bal, polen ve propolis örneklerinde 2812 mg AAE/kg dan fazladır. Sirke numunelerinde ise bu oran 168.56-277.13 mg AAE/L aralığında değişmiştir. Üzüm sirkesi ve elma sirkesinde 123.63-133.00 mg AAE/L bulunmuştur. Propolis ve polen ilave edilen sirkelerin toplam antioksidan madde içeriğinin arttığı tespit edilmiştir.

**Tablo 3.23.** Toplam demir indirgeme antioksidan kapasitesi analizinin Duncan testi sonuçları

<b>Örnek kodları ve gruplar</b>	<b>Ortalama mg AAE/L,kg</b>	<b>Değerlendirme</b>
Üzüm Sirkesi, Elma Sirkesi	123.63, 133.00	A*
S3, S8, S11	168.56, 190.30, 196.40	B, B, B
S4, S5, S7, S9, S10,	215.79, 217.41, 216.60,	C, C, C, C, C
S1, S6	202.78, 198.42	
S2	225.53, 225.25	D, D
Kestane Balı	277.13	E
Polen	2819.70	F
Propolis	7381.30	G
	9736.83	H

\* Farklı harflerle belirtilen örnekler ester içeriği bakımından birbirinden farklıdır.



Tablo 3.24. ABTS ve DPPH % İnhibisyon

	Konsant rasyon $\mu\text{g/mL}$	Askorbik Asit	Troloks	Kestane Balı	Propolis	Polen	Üzüm Sirkesi	Elma Sirkesi
ABTS % İnhibisyon	2	79.83 $\pm$ 1.02*	83.13 $\pm$ 0.78*	80.23 $\pm$ 1.00*	84.93 $\pm$ 0.34*	83.63 $\pm$ 0.87*	42.05 $\pm$ 0.55*	23.52 $\pm$ 0.76*
	5	80.53 $\pm$ 0.90	83.83 $\pm$ 1.00	80.63 $\pm$ 1.32	87.94 $\pm$ 0.54	86.09 $\pm$ 0.44	68.32 $\pm$ 0.34	42.89 $\pm$ 0.76
	10	81.33 $\pm$ 0.45	86.54 $\pm$ 0.65	81.48 $\pm$ 0.66	90.94 $\pm$ 0.65	87.04 $\pm$ 0.67	86.24 $\pm$ 0.45	57.91 $\pm$ 0.78
	15	82.48 $\pm$ 0.23	95.9 $\pm$ 0.00	82.58 $\pm$ 0.71	92.04 $\pm$ 0.78	88.89 $\pm$ 0.23	87.89 $\pm$ 0.45	73.47 $\pm$ 0.77
	20	99.15 $\pm$ 0.67	98.75 $\pm$ 0.34	83.83 $\pm$ 0.76	92.94 $\pm$ 0.99	90.54 $\pm$ 0.55	88.99 $\pm$ 0.56	85.24 $\pm$ 0.88
	C $\mu\text{g/mL}$	Askorbik Asit	Troloks	Kestane Balı	Propolis	Polen	Üzüm Sirkesi	Elma Sirkesi
DPPH % İnhibisyon	10	85.21 $\pm$ 0.42	87.8 $\pm$ 0.54	86.27 $\pm$ 0.76	87.16 $\pm$ 0.65	86.67 $\pm$ 0.67	40.95 $\pm$ 0.67	44.44 $\pm$ 0.89
	20	87.69 $\pm$ 0.61	87.94 $\pm$ 0.63	88.16 $\pm$ 0.34	88.58 $\pm$ 1.01	87.43 $\pm$ 0.78	51.37 $\pm$ 0.78	47.94 $\pm$ 0.97
	30	89.25 $\pm$ 0.80	90.02 $\pm$ 0.34	89.51 $\pm$ 0.45	91.29 $\pm$ 0.69	89.73 $\pm$ 0.78	68.01 $\pm$ 0.89	49.54 $\pm$ 0.34
	40	92.9 $\pm$ 0.66	93.95 $\pm$ 0.65	91.69 $\pm$ 0.55	95.9 $\pm$ 0.67	92.17 $\pm$ 0.89	70.53 $\pm$ 0.45	53.15 $\pm$ 0.34
	50	97.23 $\pm$ 0.54	98.36 $\pm$ 0.66	93.1 $\pm$ 0.56	98.13 $\pm$ 0.22	95.08 $\pm$ 0.89	78.69 $\pm$ 0.56	61.31 $\pm$ 0.56

\*Standart sapma.

**Tablo 3.25.** ABTS ve DPPH % İnhibisyon

	C	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11
	µg/mL											
<b>ABTS</b> % İnhibisyon	2	13.56±0.71*	66.27±0.76*	10.36±0.71*	26.78±0.56*	20.07±0.73*	38.49±0.67*	38.49±0.67*	36.49±0.89*	49.85±0.98*	33.98±0.45*	29.18±0.90*
	5	26.88±1.01	87.19±0.67	36.34±0.32	44.94±0.65	21.97±0.45	66.17±0.78	66.17±0.78	58.96±0.65	75.58±0.97	56.81±0.56	46.8±0.23
	10	32.43±0.54	90.49±0.56	50.40±0.33	59.56±0.55	34.33±0.56	71.77±0.51	71.77±0.51	66.22±0.78	78.73±0.67	73.17±0.65	57.41±0.32
	15	37.14±0.33	91.74±0.45	59.46±0.34	67.52±0.68	44.59±0.67	79.58±0.49	79.58±0.49	80.33±0.89	83.73±0.78	85.29±0.67	68.72±0.43
	20	46.2±0.65	92.49±0.56	72.72±0.45	75.68±0.87	50.35±0.66	92.59±0.45	92.59±0.45	85.49±0.99	85.94±0.89	88.69±1.10	90.39±0.77
<b>DPPH</b> % İnhibisyon	10	37.27±0.71	54.13±0.78	32.68±0.80	35.92±0.67	38.36±0.55	39.82±0.44	39.82±0.44	33.55±0.78	49.73±0.67	44.59±0.76	32.79±0.43
	20	50.53±0.80	61.64±0.87	52.90±0.73	50.16±0.68	43.93±0.57	43.68±0.57	43.68±0.57	35.96±0.89	57.67±0.68	47.54±0.78	44.7±0.54
	30	66.85±0.34	74.24±0.86	62.19±0.31	62.30±0.89	56.14±0.67	47.10±0.68	47.10±0.68	56.61±0.87	63.50±0.66	61.71±0.87	55.56±0.56
	40	77.63±0.34	80.80±0.69	68.09±0.67	76.83±0.87	68.56±0.68	61.57±0.89	61.57±0.89	80.44±0.54	77.60±0.78	74.46±0.67	67.14±0.66
	50	87.29±0.43	90.67±0.54	84.15±0.54	83.02±0.87	89.84±0.88	86.12±0.56	86.12±0.56	88.09±0.56	89.76±0.77	82.55±0.78	78.62±0.66

\*Standart sapma

### 3.3. Mineral Analizi

Arařtırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Fe deęerleri Sade+S.Polen 3.91 mg/L, Nohut+S.Propolis 15.62 mg/L, Nohut+S.Polen 3.69 mg/L, Sade 2.35 mg/L, Sirkeli 4.18 mg/L, Mayalı 29.97 mg/L, Nohut+Propolis 11.74 mg/L, Nohut+Polen 5.52 mg/L, Sade+Propolis 7.36 mg/L, Sade+S.Propolis 5.15 mg/L, Nohutlu 2.41 mg/L olarak tespit edilmiřtir (Tablo 3.26).

Akbař (2008) yaptıęı alıřmasında, üzüm sirkesi örneklerinin demir miktarlarını 1.95 mg/L ile 10.50 mg/L arasında bulmuřtur.

Elibol (2009) yaptıęı alıřmada üzüm sirkesindeki demir miktarını 2.75 mg/kg olarak tespit etmiřtir.

Aykın (2013) yaptıęı alıřmada elma sirkesindeki Fe miktarını 1599.18 mg/L olarak belirlemiřtir.

Arařtırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Mn deęerleri Sade+S.Polen 1.39 mg/L, Nohut+S.Propolis 1.68 mg/L, Nohut+S.Polen 1.66 mg/L, Sade 1.10 mg/L, Sirkeli 1.12 mg/L, Mayalı 1.06 mg/L, Nohut+Propolis 1.77 mg/L, Nohut+Polen 1.54 mg/L, Sade+Propolis 1.58 mg/L, Sade+S.Propolis 1.38 mg/L, Nohutlu 1.35 mg/L olarak tespit edilmiřtir (Tablo 3.26).

Elibol (2009) yaptıęı alıřmada üzüm sirkesindeki Mn miktarını 0.613 mg/kg olarak tespit etmiřtir.

Arařtırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Cu deęerleri Sade+S.Polen 0.34 mg/L, Nohut+S.Propolis ND, Nohut+S.Polen ND, Sade ND, Sirkeli 0.35 mg/L, Mayalı ND, Nohut+Propolis 0.39 mg/L, Nohut+Polen 0.28 mg/L, Sade+Propolis 0.37 mg/L, Sade+S.Propolis 0.40 mg/L, Nohutlu 0.38 mg/L olarak tespit edilmiřtir (Tablo 3.26).

Akbař (2008) yaptıęı alıřmasında, üzüm sirkesi örneklerinin bakır miktarlarını 0.00-0.35 mg/L arasında deęiřtięini tespit etmiřtir.

Arařtırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Al deęerleri Sade+S.Polen 15.80 mg/L, Nohut+S.Propolis 12.70 mg/L, Nohut+S.Polen 12.10 mg/L, Sade 12.30 mg/L, Sirkeli 17.30 mg/L, Mayalı 7.40 mg/L, Nohut+Propolis 13.80 mg/L, Nohut+Polen 6.40

mg/L, Sade+Propolis 12.20 mg/L, Sade+S.Propolis 19.60 mg/L, Nohutlu 10.70 mg/L olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.26).

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Zn değerleri Sade+S.Polen 6.79 mg/L, Nohut+S.Propolis 5.61 mg/L, Nohut+S.Polen 2.36 mg/L, Sade 0.79 mg/L, Sirkeli 0.65 mg/L, Mayalı 3.04 mg/L, Nohut+Propolis 1.52 mg/L, Nohut+Polen 1.08 mg/L, Sade+Propolis 2.72 mg/L, Sade+S.Propolis 0.73 mg/L, Nohutlu 3.89 mg/L olarak tespit edilmiştir (Tablo 4.26).

Akbaş (2008) yaptığı çalışmada, üzüm sirkesi örneklerinin çinko miktarlarını 0.05-0.67 mg/L arasında değiştiğini belirlemiştir.

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Co, Ni , Cr , Pb, Cd değerleri bütün hepsi ND olarak tespit edilmiştir. (Tablo 3.26).

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Na değerleri Sade+S.Polen 57.30 mg/L, Nohut+S.Propolis 65.00 mg/L, Nohut+S.Polen 22.30 mg/L, Sade 46.00 mg/L, Sirkeli 41.50 mg/L, Mayalı 57.50 mg/L Nohut+Propolis 92.80, Nohut+Polen 69.0, Sade+Propolis 113.50 mg/L, Sade+S.Propolis 66.30 mg/L, Nohutlu 51.80 mg/L olarak tespit edilmiştir(Tablo 4.26).

Elibol (2009) yaptığı çalışmada üzüm sirkesindeki Na miktarını 187.9 mg/kg olarak tespit etmiştir.

Aykın (2013) yaptığı çalışmada elma sirkesindeki Na miktarını 740.03 mg/L olarak belirlemiştir.

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden K değerleri Sade+S.Polen 480.00 mg/L, Nohut+S.Propolis 530.00 mg/L, Nohut+S.Polen 615.00 mg/L, Sade 618.00 mg/L, Sirkeli 463.00 mg/L, Mayalı 453.00 mg/L, Nohut+Propolis 660.00 mg/L, Nohut+Polen 448.00 mg/L, Sade+Propolis 1483.00 mg/L,Sade+S.Propolis 393.00 mg/L, Nohutlu 523.00 mg/L olarak tespit edilmiştir(Tablo 3.26).

Elibol (2009) yaptığı çalışmada üzüm sirkesindeki K miktarını 12.81 mg/kg olarak tespit etmiştir.

Aykın (2013) yaptığı çalışmada elma sirkesindeki K miktarını 25814.17 mg/L olarak belirlemiştir.

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Ca değerleri Sade+S.Polen 65.30 mg/L, Nohut+S.Propolis 196.50 mg/L, Nohut+S.Polen 162.80 mg/L, Sade 103.00 mg/L, Sirkeli 49.30 mg/L, Mayalı 55.00 mg/L, Nohut+Propolis 79.00 mg/L, Nohut+Polen 85.80 mg/L, Sade+Propolis 147.30 mg/L, Sade+S.Propolis 77.80 mg/L, Nohutlu 57.50 mg/L olarak tespit edilmiştir (Tablo 3.26).

Elibol (2009) yaptığı çalışmada üzüm sirkesindeki Ca miktarını 27.34 mg/kg olarak tespit etmiştir.

Aykın (2013) yaptığı çalışmada elma sirkesindeki Ca miktarını 425,85 mg/L olarak tayin edilmiştir.

Araştırmada kullanılan organik bal sirkesi örneklerinden Mg değerleri Sade+S.Polen 22.90 mg/L, Nohut+S.Propolis 25.70 mg/L, Nohut+S.Polen 33.60 mg/L, Sade 10.10 mg/L, Sirkeli 14.50 mg/L, Mayalı 24.80 mg/L, Nohut+Propolis 27.70 mg/L, Nohut+Polen 30.70 mg/L, Sade+Propolis 18.00 mg/L, Sade+S.Propolis 14.60 mg/L, Nohutlu 23.20 mg/L olarak tespit edilmiştir (Tablo 4.26).

Elibol (2009) yaptığı çalışmada üzüm sirkesindeki Mg miktarını 83.12 mg/kg olarak tespit etmiştir.

Aykın (2013) yaptığı çalışmada elma sirkesindeki Mg miktarını 546.70 mg/L olarak tayin edilmiştir.

TS 1880 Türk standartında sirkelerde toplam bakır(Cu) ve demir(Fe) miktarı en çok 30 mg/L, çinko (Zn) miktarı en çok 0.6 mg/L, toplam kurşun (Pb) ve arsenik (As) miktarı en çok 0.2 mg/L olmalıdır biçiminde verilmiştir. Yapılan çalışmada söz konusu mineraller uygun çıkmıştır.

**Tablo 3. 26.** Mineral İçerikleri

	<b>Fe</b> mg/L	<b>Mn</b> mg/L	<b>Cu</b> mg/L	<b>Al</b> mg/L	<b>Zn</b> mg/L	<b>Co</b> mg/L	<b>Ni</b> mg/L	<b>Cr</b> mg/L	<b>Cd</b> mg/L	<b>Pb</b> mg/L	<b>Na</b> mg/L	<b>K</b> mg/L	<b>Ca</b> mg/L	<b>Mg</b> mg/L
<b>S1</b>	2.35±0.12	1.10±0.01	ND <sup>#</sup>	12.30±0.45	0.79±0.3	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	46.00±2.03	618±9.13	103.00±1.13	10.10±0.21
<b>S2</b>	7.36±0.13	1.58±0.00	0.37±0.00	12.20±0.21	2.72±0.01	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	113.5±0.77	483±6.76	147.30±0.65	18.00±0.29
<b>S3</b>	2.41±0.08	1.35±0.00	0.38±0.00	10.70±0.34	3.89±0.01	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	51.80±0.91	523±8.19	57.50±0.51	23.20±0.61
<b>S4</b>	9.97±0.23	1.06±0.03	ND <sup>#</sup>	7.40±0.51	3.04±0.01	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	57.50±0.89	453±9.23	55.00±0.75	24.80±0.39
<b>S5</b>	4.18±0.31	1.12±0.00	0.35±0.03	17.30±0.39	0.65±0.00	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	41.5±0.87	463±8.88	49.30±0.66	14.50±0.35
<b>S6</b>	5.52±0.15	1.54±0.01	0.28±0.00	6.40±0.24	1.08±0.01	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	69.00±0.89	448±7.15	85.80±0.34	30.70±0.92
<b>S7</b>	11.74±0.24	1.77±0.04	0.39±0.00	13.80±0.33	1.52±0.00	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	92.80±3.88	660±7.66	79.00±0.72	27.70±0.35
<b>S8</b>	3.69±0.32	1.66±0.01	ND <sup>#</sup>	12.10±0.54	2.36±0.12	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	22.3±1.09	615±7.91	162.80±2.19	33.60±0.65
<b>S9</b>	5.15±0.12	1.38±0.04	0.40±0.00	19.60±0.61	0.73±0.00	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	66.3±0.79	393±9.13	77.80±0.43	14.60±0.73
<b>S10</b>	3.91±0.18	1.39±0.08	0.34±0.00	15.8±0.11	6.79±0.13	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	57.30±2.11	480±9.97	65.30±0.13	22.90±0.23
<b>S11</b>	15.62±0.67	1.68±0.01	ND <sup>#</sup>	12.70±0.87	5.61±0.11	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	ND <sup>#</sup>	65.0±1.31	530±8.18	196.50±4.25	25.70±0.24

#Tespit edilmedi. \*Standart sapma

#### 4. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, organik kestane balına değişik oranlarda karışım yapılarak organik bal sirkesi üretilmiş ve elde edilen sirkelerin, fiziksel ve kimyasal bileşimleri ile biyoaktif bileşenleri araştırılmış ve mevzuata uygunluk durumları incelenmiştir.

Elde edilen verilere göre, sirke doğal olup olmadığını gösteren asetil metil karbinol testi sonucunda, ele alınan örneklerin hepsinin doğal sirke olduğu saptanmıştır.

Genel bileşimleri bakımından, sirke örneklerinin alkol değeri 0.06 ml/100 ml ile 0.31 ml/100 ml arasında, toplam asit miktarı 4.09-4.55 g/100 ml arasında, uçur asit miktarı 7.45-33.28 (g/L) arasında, uçur olmayan asit miktarı 8.88-34.41(g/L) arasında, toplam katı madde miktarı 17.40- 162.59 g/L arasında, kül miktarı 0.05-0.89 g/100 ml arasında, toplam şeker miktarı 4.10-77.95 g/L arasında, organik bal sirkesi örneklerinden pH değeri 2.35-3.41 arasında olduğu belirlendi.

Sirke örneklerinin genel bileşimleri TS1880 EN 13188 sirke standardına göre değerlendirildiğinde tüm örneklerin incelenen tüm özellikler açısından standarda uygun olduğu saptanmıştır.

Oksidasyon sayısı 68.53-386.13 arasında, ester 16.60-21.40 arasında, iyot sayısı 1.60-14.93 arasında olduğu belirlendi.

Sirke örneklerinde Renk L\* değerleri tüm örneklerde 21.70-33.96; Renk a\*değerleri 3.63-10.21; Renk b\* değerleri 0.80-9.28 arasında bulunmuştur.

Organik bal sirkesi örneklerinin toplam fenolik madde içeriği 42.10- 182.86 mg GAE /L arasında, toplam antioksidan madde içeriği 61.65-305.93 mg AA E/L arasında, flavanoid madde içeriği 20.75-142.70 mg GAE /L arasında olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmanın sonucunda, polifenolik bileşiklerin ve antioksidan aktivitenin belirgin olarak artmıştır.

Organik kestane balı sirkesi ve arı ürünlerinden (polen, propolis) biyoaktif bileşiklerce zengin birer doğal ürün olup, içerdikleri fitokimyasal bileşiklerin oksidatif strese yol açan radikal ajanların temizlenme ve indirgen özellik kazandırmaları nedeniyle de yüksek antioksidan ve antimikrobiyal etkiye sahip, hastalıklardan korunmada etkili doğal ürünlerdir.

İnsan sađlıđı üzerinde önemli etkileri olduđu bilinen sirkelerin dođal ve sađlıklı beslenme bilincinin yaygınlaştıđı günümüzde daha da büyük önem kazandıđı görölmektedir. Bu araştırma sonuçlarından sirkenin sahip oldukları fenolik madde ve antioksidan aktivite yönüyle, günlük beslenmede deđerli birer gıda maddesi olarak kullanılabilir.

Çalışmamızda yapılan uygulamalardan organik ev yapımı bal sirkelerinin antioksidan içeriđi polen ve propolis katkıları ile iyileştirilirken; bal sirkelerinin fiziksel ve kimyasal kalite parametrelerinin (kül, pH, toplam asitlik, kuru madde, uçucu ve uçucu olmayan asit kompozisyonu, renk, şeker vs ) yapılan uygulamalardan korunmuş olduđu gözlemlenmiştir. Bu çalışmada yapılan analizler, bu konuda yapılacak çalışmalara ışık tutacaktır.

Üzüm sirkesi, Elma Sirkesi vb. diđer sirkelerin yanında üretimini gerçekleştirmiş olduğumuz organik kestane balı sirkesi, propolis ilaveli organik kestane balı sirkesi ve polen ilaveli organik kestane balı sirkeleri bal ve bal ürünü üreten, sirke üretimi yapan işletmelerin sirke ürünü portföyüne eklenerek üretimi yapılarak tüketicilere çeşit olarak sunulabilir.



## 5. KAYNAKLAR

- Abe, K., Kushibiki, T., Matsue, H., 2007. Generation of Antitumor Active Neutral Medium-Sized  $\alpha$ -Glycan in Apple Vinegar Fermentation, *Bioscience Biotechnology and Biochemistry*, 71(9), 2124-2129.
- Achaerandio, I., Guell, C., Medina, F., Lamuela-Raventos, R., Lopez, F., 2002. Note. Vinegar Decolorization by Re-Activated Carbon. *Food Sci. Tech. Int.*, 8(4):239-242.
- Ahmed, D., Khan M.M., Saeed R., 2015. Comparative Analysis of Phenolics, Flavonoids, and Antioxidant and Antibacterial Potential of Methanolic, Hexanic and Aqueous Extracts from *Adiantum caudatum* Leaves, *Antioxidants*, 4, 394-409.
- Aktan, N., Kalkan, H., 1998. *Sirke Teknolojisi*, Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 82s.
- Akbaş, M., 2008. Ülkemizde Üretilen Üzüm Sirkelerinin Bileşimleri ve Gıda Mevzuatına Uygunlukları Üzerine Bir Araştırma, Yüksek Lisans Tezi, Adana, 38s.
- Alonso, A.M., Castro, R., Rodríguez, M.C., Guillen, D.A., Barroso, C.G., 2004. Study of the antioxidant power of brandies and vinegars derived from Sherry wines and correlation with their content in polyphenols. *Food Research International*, 37, 715–721s.
- Akpınar, A., 2002. *Bal Beslenme Dergisi*, U. Ü. Ziraat Fakültesi Gıda Müh. Bölümü, Bursa, S: 5-10.
- Alak, G.D., 2015. Bal Ve Bal Sirkesinin Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli, 15, 113s.
- Anlı, R.E., Denli, Y., Fidan, I., Bayram, G., 1997. “Bal Şarabı Üzerine Bir Araştırma”, *Gıda*, 22 (4), 257-261s.
- Atalay, E., 2009. Türkiye'deki tescilli nohut (*Cicer arietinum* L.) çeşitlerinin ve bazı nohut genotiplerinin demir uygulamalarına gösterdikleri tepkilerin ve genetik akrabalık derecelerinin belirlenmesi (Doctoral dissertation, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Aykın, A., 2013. Farklı Sirkelerden Üretilen Sirke Analarının Biyoaktif Bileşenlerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Isparta, 96s.
- Azeredo, L.C., Azeredo, M. A. A., De Souza, S. R. and Durta, V. M. L. 2003. Protein contents and physicochemical properties in honey samples of *Apis mellifera* of different floral origins. *Food Chemistry*, 80, 249 – 254.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D. ve Idaomar, M., 2008. Biological effects of essential oils- a Review, *Food and Chemical Toxicology*, 46, 446-475.
- Bakır, S., 2014. Bazı Sirke Çeşitlerinin Fenolik Madde İçeriği ve İn Vitro Biyoerişebilirliğinin ve Üzüm İle Elma Sirkesi Üretimi Sırasında Antioksidan

Aktivitede Meydana Gelen Değişimlerin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,54s.

- Bae, S., Hyung-Joo S., 2007. Antioxidant Activities of Five Different Mulberry Cultivars in Korea. *Food Sci. and Tech.*, 40 (6): 955–62.
- Bayrak, N., 2005. Arı Ürünlerinin (Bal, Arısütü, Polen ve Propolis) Mikrofloralarının ve Antimikrobiyal Aktivitelerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ, 62s.
- Beretta, G., Granata, P., Ferrero, M., Orioli, M., Facino, R.M., 2005. “Standardization of Antioxidant Properties of Honey by a Combination of Spectrophotometric/Fluorimetric Assays and Chemometrics”, *Analytica Chimica Acta*, 533, 185-191.
- Biesalski, H.K., Dragsted L.O., Elmadfa I., Grossklaus R., Müller M., Schrenk D., Weber P., 2009. Bioactive Compounds: Definition and Assessment of Activity. *Nutrition Journal*, 25 (11-12): 1202–5.
- Budak, N.H., 2015. Dut Sirkesi Oluşum Sürecinde İleri Analitik Tekniklerle Toplam Antioksidan Aktivitesi ve Fenolik Bileşenleri. *Meyve Bilimi*, 2 (2): 27–31.
- Budak, N.H., 2014. Aykin E., Seydim A.C., Greene A.K., Guzel Seydim Z.B., Functional Properties of Vinegar. *Journal of Food Science*, 79 (5): 757–764.
- Budak, H.N., Ertekin-Filiz, B., Seydim, A.C., 2012a. Dut sirkesinin antioksidan özelliklerinin belirlenmesi. *Türkiye 11.Gıda Kongresi*, 10-12 Ekim, Hatay, 234s.
- Budak, H.N., Aktaş, T., Demir, S., Seydim, A.C., 2012b. Karpuz sirkesinin antioksidan özelliklerinin belirlenmesi. *Türkiye 11.Gıda Kongresi*, 10-12 Ekim, Hatay, 245s.
- Budak, H.N., Guzel-Seydim, Z.B., 2010. Antioxidant activity and phenolic content of wine vinegars produced by two different techniques. *Journal of the science food and agriculture*, 90(12), 2021-2026.
- Budak, H.N., 2010. “Elma Ve Üzümden Üretilen Sirkelerin Bileşenleri ve Fonksiyonel Özellikleri Üzerine Araştırma”, Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü , Isparta, 44s.
- Carlavilla, D., Moreno-Arribas, M.V., Fanali, S., Cifuentes, A., 2006. Chiral MEKC-LIF of Amino Acids in Foods: Analysis of Vinegars. *Electrophoresis*, 27:2551-2557.
- Casale, M., Abajo, M-J. S., Saiz, J-M. G., Pizarro, C., Forina, M., 2006. Study of the Aging and Oxidation Processes of Vinegar Samples from Different Origins during Storage by Near-Infrared Spectroscopy. *Analytica Chimica Acta*, 557:360-366. *Chemistry*, 102(3):841-849.

- Ceran, F., & Önder, M. (2016). Farklı Dönemlerde Ekilen Nohut Çeşitlerinde (*Cicer arietinum* L.) Bazı Tarımsal Özelliklerin Belirlenmesi. *Selçuk Tarım Bilimleri Dergisi*, 3(1), 25-29.
- Cerezo, A.B., Cuevas, E., Winterhalter, P., Garcia-Parrilla, M.C., Troncoso, A.M., 2010a. Anthocyanin composition in Cabernet Sauvignon red wine vinegar obtained by submerged acetification. *Food Research International*, 43, 1577– 1584.
- Caligiani, A., Acquotti, D., Palla, G., Bocchi, V., 2007. Identification and quantification of the main organic components of vinegars by high resolution <sup>1</sup>H NMR spectroscopy. *Analytica Chimica Acta*, 585, 110-119.
- Castro-Vázquez, L., Díaz-Maroto, M.C., de Torres, C., Pérez-Coello, M.S. 2010. Effect of geographical origin on the chemical and sensory characteristics of chestnut honeys. *Food Research International* 43: 2335–2340.
- Chang, H.C., Huang G.J., Agrawal D.C., Kuo C.L., Wu C.R., Tsay H.S., 2007. Antioxidant Activities and Polyphenol Contents of Six Folk Medicinal Ferns Used as “Gusuibu”. *Botanical Studies*, 48 (4): 397–406.
- Charoenkiatkul, S., Thiyajai P., Judprasong K., 2015. Nutrients and Bioactive Compounds in Popular and İndigenous Durian (*Durio zibethinus* murr.). *Food Chemistry*, 193: 181–186.
- Consonni, R., Gatti, A., 2004. <sup>1</sup>H NMR Studies on Italian Balsamic and Traditional Balsamic Vinegars. *J. Agric. Food Chem.*, 52:3446-3450.
- Çankaya, N., Korkmaz A., 2008. Polen, Samsun il tarım müdürlüğü yayını.
- Çakmak, İ., 2001. Apiterapi (Polen). *Uludağ Arıcılık Dergisi*. 1(3): 38-39.
- Çavrar, S., 2009. Balların Kalitesinin Belirlenmesinde Fiziksel, Kimyasal ve Biyolojik Özelliklerin İrdelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon,70s.
- Davalos, A., Bartolome, B., Gomez-Cordoves, C., 2005. Antioxidant properties of commercial grape juices and vinegars. *Food Chemistry*, 93, 325–330.
- Da Silva R.P.F.F., Rocha-Santos T.A.P., Duarte A.C., 2016. Supercritical Fluid Extraction of Bioactive Compounds. *TRAC Trends in Analytical Chemistry*, 76: 40–51.
- Devillers, J., Morlot, M., Pham-Delègue, M.H., Dorè, J.C. (2004). Classification of monofloral honeys based on their quality control data. *Food Chemistry*, 86: 305-312.
- Duda S.C., Marghitaş L.A., Dezmirean D., Duda M., Margaoan R., Bobiş O., 2015. Changes in Major Bioactive Compounds with Antioxidant Activity of *Agastache foeniculum*, *Lavandula angustifolia*, *Melissa officinalis* and *Nepeta cataria*: Effect of Harvest Time and Plant Species. *Industrial Crops and Products*, 77: 499–507.

- Ebihara, K., Nakajima A., 1988. Effect of Acetic Acid and Vinegar on Blood Glucose and Insulin Responses to Orally Administered Sucrose and Starch. *Agriculture Biol. Chem.*, 52 (5): 1310–1311.
- Elibol, L., 2009. Determination of Metal Contents of Honey, Grape Syrup, Vinegar and Fruit Juices Produced in Turkey By Icp-MS Method, *Yüksek Lisans Tezi*, Ege Üniversitesi, İzmir, 30s.
- Erbe, T., Bruckner, H., 1998. Chiral Amino Acid Analysis of Vinegars Using Gas Chromatography-Selected Ion Monitoring Mass Spectrometry. *Z Lebensm Unters Forsch A*, 207:400-409.
- Erbe, T., Bruckner, H., 2000. Studies on the Optical Isomerization of Dietary Amino Acids in Vinegar and Aqueous Acetic Acid. *Eur Food Res Technol.*, 211:6-12.
- Ertekin-Filiz, B., Budak, N.B., Seydim, A.C., 2012. Vişne sirkesi üretim aşamalarında antioksidan özelliklerinin belirlenmesi, 11.Gıda Kongresi, 10- 12 Ekim 2012, Hatay, 264.
- Fregapane, G., Rubio-Fernandez, H., Salvador, M. D., 2003. Continuous Production of Wine Vinegar in Bubble Column Reactors of up to 60-Litre Capacity. *Eur Food Res Technol.*, 216:63-67.
- Gerbi, V., Zeppa, G., Beltramo, R., Carnacini, A., Antonelli, A., 1998. Characterization of White Vinegars of Different Sources with Artificial Neural Networks, *J. Sci. Food Agric.*, 78:417-422.
- Giordano, L., Calabrese, R., Davoli, E., Rotilio, D., 2003. Quantitative Analysis of 2-Furfural and 5-Methylfurfural in Different Italian Vinegars by Headspace Solid-Phase Microextraction Coupled to Gas Chromatography-Mass Spectrometry Using Isotope Dilution. *Journal of Chromatography A*, 1017:141-149.
- Guerrero, E.D., Marin, R.N., Mejias, R.C., Barroso, C.G., 2006. Optimisation of Stir Bar Sorptive Extraction Applied to the Determination of Volatile Compounds in Vinegar. *Journal of Chromatography A*, 1104: 47-53.
- Güney F, Yılmaz M. 2013. Propolisin kimyasal içeriği ile antibakteriyel, antiviral, antitümör, antifungal ve antioksidan aktivitesi. *Arıcılık Araştırma Dergisi*, 10: 25-28.
- Gürarda, O., Aktan, N., 1991. Sirkelerde Asetil Metil Karbinol Testi ile Oluşan Tortunun Miktarlarına Göre Tayinin Belirlenmesi Üzerinde Bir Araştırma, *Gıda-Yem Bilim ve Teknolojisi Dergisi*, Bursa, 1(2): 26-30s.
- Gürel, S.A. 2012. Beykoz Kestane Balı. <http://saimahmetgurel.com/honey.php>- (Erişim tarihi: 19.09.2015).
- Halim, A.S., Kishore, R.K., Syazana, M.S.N. and Sirajudeen, K.N.S., 2011. Tualang Honey Has Higher Phenolic Content and Greater Radical Scavenging Activity Compared With Other Honey Sources. *Nutrition Research*, 31: 322-325.

- Halliwell, B., Gutteridge, J.M.C., Cross, C.E., 1992. Free Radicals Antioxidants And Human Disease: Where Are We Now? *J. La. Clin. Med.* 119(6): 598-620.
- Halliwell, B., 1996. Antioxidants in human health and disease. *Annual Review of Nutrition*, 16, 33–50.
- Hamzalıođlu, A., Gökmen V., 2016. Interaction between Bioactive Carbonyl Compounds and Asparagine and Impact on Acrylamide. *Acrylamide in Food*, 355–376.
- Haroun, M.I., 2006. “Türkiye“de Üretilen Bazı Çiçek ve Salgı Ballarının Fenolik Asit ve Flavonoid Profilinin Belirlenmesi”, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 110.
- Hegazi, A.G., Faten , K.Abbd El, H., 2001, Egyptian Propolis:I.Antimicrobial Activity and Chemical Composition of- Upper Egypt propolis, *Z.Naturforsch*, 56, 82-88.
- Hill,R.,1977. Propolis: The Natural Antibiotic, Thorsons Publish Ltd.,Wellingborough, UK.
- Horiuchi, J.I., Kanno, T., Kobayashi, M., 2000. Effective Onion Vinegar Production by a Two-Step Fermentation System. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 3:289-293.
- Huang, D., Ou, B., Prior, R.L., 2005, The Chemistry behind Antioxidant Capacity Assays, *J. Agric. Food Chem.*, 53, 1841-1856.
- Ilha, E.C., Sant'Anna, E., Torres, R.C., Porto, A.C.,Meinert, E.M.,2000. “Utilization of bee (*Apis mellifera*) honey for vinegar production at laboratory scale”, *Europe Pubmed Central*, 51(4), 231-235.
- Johnston, C.S., Kim, C.M., Buller, A.J., 2004. Vinegar improves insulin sensitivity to a high-carbohydrate meal in subjects with insulin resistance or type 2 diabetes. *Diabetes Care*, 27, 281-2.
- Kadar, M., Juan-Borras, M., Domenech, E., Escriche, I., 2010. “Physicochemical parameters and colour as a tool to distinguish lemon tree honey from orange tree honey”, *International Conference on Food Innovation*.
- Kadaş, Z., 2013. Alıç Sirkesinin Biyoaktif Özelliklerinin ve Metabolik Etkilerinin İncelenmesi.Yüksek Lisans Tezi, Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, Türkiye.
- Kahraman, A., Serteser M., Köken T., 2002. Flavonoidler. *Kocatepe Tıp Dergisi*,3:1-8.
- Karadal, F., Yıldırım, Y., 2012. Balın kalite nitelikleri, beslenme ve sağlık açısından önemi. *Erciyes Üniversitesi Veterinerlik Fakültesi Dergisi*9(3): 197-209.
- Karaman, Ş., Tütem, E., Başkan, K.S., Apak, R., 2010. Comparison of total antioxidant capacity and phenolic composition of some apple juices with combined HPLC–CUPRAC assay. *Food Chemistry*, 120, 1201–1209.

- Karadal, F., Yıldırım, Y., 2012. Balın kalite nitelikleri, beslenme ve sağlık açısından önemi. *Erciyes Üniversitesi Veterinerlik Fakültesi Dergisi*9(3): 197-209.
- Kasangana, P.b., 2015. Haddad P.S., and Stevanovic T., Study of Polyphenol Content and Antioxidant Capacity of *Myrianthus Arboreus* (Cecropiaceae) Root Bark Extracts *Antioxidants* (Basel). Jun; 4(2): 410–426. doi: 10.3390/antiox4020410.
- Kasapoğlu, N., 2006. Karadeniz Bölgesinde Üretilen Balların Mineral İçeriklerinin Karşılaştırılması, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Trabzon, 18, 45s.
- Kılıç, O., 1976. Piyasada Satılan Sirkelerin Bileşimleri Üzerinde Bir Araştırma, *Gıda Dergisi*, Ankara, 1(4/5):121-125s.
- Kirk, R.S., Sawyer, R., 1991. *Pearson's composition and analysis of foods*. 9th edition, Longman Scientific Technical, England, 708s.
- Kolaylı, S., Küçük, M., Ulusoy, E., Sarıkaya, A. O., Karaoğlu, Ş., Duran, C. 2006. Kestane ve Çiçek Ballarının Antioksidan ve Antimikrobiyal Yönden Karşılaştırılması, Zonguldak İli Arı Yetiştiricileri Birliği Yayınları (<http://www.zaybir.com/index.php?id=146>).
- Kondo, S., Tayama, K., Tsukamoto, Y., Ikeda, K., Yamori, Y., 2001. Antihypertensive Effects of Acetic acid and Vinegar on Spontaneously Hypertensive Rats. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*, 65, 2690-2694.
- Kondo, T., Kishi, M., Fushimi, T., Ugajin, S., Kaga, T., 2009. Vinegar Intake Reduces Body Weight, Body Fat Mass, and Serum Triglyceride Levels in Obese Japanese Subjects. *Biosci. Biotechnol. Biochem.* 73(8)1837 – 1843.
- Kris-Etherson, P.M., Hecker, K.D., Bonanome, A., Coval, S.M., Binkoski, A.E., Hilpert, K.F., Griel, A.E., Etherton, T.D., 2002. Bioactive compounds in foods: Their role in the prevention of cardiovascular disease and cancer. *American Journal of Medicine*, 113, 71-83.
- Kutluca S, Genç F, Korkmaz A. 2006. Propolis. Samsun Tarım İl Müdürlüğü Çiftçi Eğitimi ve Yayım Şubesi, Samsun.
- Laranjinha, J.A., Almeida, L.M., Madeira, V.M., 1994. Reactivity of dietary phenolic acids with peroxy radicals: antioxidant activity upon low density lipoprotein peroxidation. *Biochemical Pharmacology*, 48, 487–494.
- Liu, F., He, Y., Wang, Li., 2008. Determination of effective wavelengths for discrimination of fruit vinegars using near infrared spectroscopy and multivariate. *Analysis analytica chimica acta*, 615, 10–17.
- MacDonald-Wicks, L.K., Wood L.G., Garg, M.L., 2006, Methodology for the determination of biological antioxidant capacity in vitro: a review, *J. Sci. Food Agric.*, 86, 2046–2056.

- Mariana-Atena, P., Gergen, I., Moigrădean, D., Târu, V., Dogaru, D., 2007. "Antioxidant properties evaluation for different types of apple vinegar with unalcoholic red wine concentrates addition", *Bulletin USAMV-CN*, 63, 476-481.
- Masino, F., Chinnici, F., Bendini, A., Montevecchi, G., Antonelli, A., 2008. A study on relationships among chemical, physical, and qualitative assessment in traditional balsamic vinegar. *Food Chemistry*, 106 (1), 90–95.
- Mazza, S. and Murooka, Y. 2009. Vinegar through the age. In L. Solieri, P. Giudici(Eds.), *Vinegars of the world* (pp. 17 39). Milán: Spinger-Verlag.
- Morales, M. L., Gonzalez, A. G., Troncoso, A. M., 1998. Ion-exclusion Chromatographic Determination of Organic Acids in Vinegars. *Journal of Chromatography A*, 822:45-51.
- Morales, M.L., Tesyafe, W., Garcia-Parrilla, M.C., Casas, J.A., Troncoso, A.M., 2001. Sherry Wine Vinegar: Physicochemical Changes during the Acetification Process. *Journal of Science. Food Agriculture*, 81, 611-619.
- Mutlu, C., Erbaş, M., & Tontul, S. A., 2017. Bal ve diğer arı ürünlerinin bazı özellikleri ve insan sağlığı üzerine etkileri. *Akademik gıda*. 15(1), 75-83.
- Ninfali, P., Mea, G., Giorgini, S., Rocchi, M., Bacchiocca, M., 2005. Antioxidant capacity of vegetables, spices and dressings relevant to nutrition. *British Journal Nutrition*, 93(2), 257-266.
- Nishidai, S., Nakamura, Y., Torikai, K., Yamamoto, M., Ishihara, N., Mori, H., Ohigashi, H., 2000. Kurosu, a traditional vinegar produced from unpolished rice, suppresses lipid peroxidation in vitro and in mouse skin. *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*, 64, 1909–1914.
- Orsalic, N., Terzic, S., Mihaljevic Z, Sver L, Basic I. 2005, Effects of local administration of propolis and its polyphenolic compounds on tumor formation and growth. *Biol Pharm Bull*, 28, 1928-33.
- Orhan, F., Sekerel, B.E., Kocabas, C.N., Sackesen, C., Adalioğlu, G., Tuncer, A. 2003. Complementary and alternative medicine in children with asthma, *Annals of Allergy, Asthma, and Immunology*, 90: 611–615.
- Ömür, B., 2015. Karadeniz Bölgesinde Üretilen Kestane (*castanea sativa mill.*) Ballarının Biyokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi (Master's thesis, Belde ÖMÜR).
- Ölmez, Ç., 2009. "Türkiyede Üretilen Farklı Çiçek ve Salgı Bal Çeşitlerinin Bazı Kalitatif ve Besinsel Özellikleri", Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 23s.
- Özmen, N., Alkın, E., 2006. Balın antimikrobiyel özellikleri ve insan sağlığı üzerine etkileri. *Uludağ Arıcılık Dergisi* 2006(4): 155-160.

- Öztürk, İ., Çalışkan, Ö., Tornuk, F., Özcan, N., Yalçın, H., Başlar, M., Sağdıç, O., 2015. Antioxidant, Antimicrobial, Mineral, Volatile, Physicochemical and microbiological characteristics of traditional home-made Turkish vinegars. *LWT - Food Science and Technology*.63, 144-151.
- Öztürk, A., Özdemir, Y., & Göksel, Z. 2009. Elma sirkesi ve teröpatik etkileri. *Tarım Bilimleri Araştırma Dergisi*, 2(1), 155-158.
- Özkarakaş, İ. 2008. Kestane Ağacı ve Kestane Meyvesi: (Castanea), Yaşam Rehberi, [http://www.e-yasamrehberi.com/photo/meyva\\_agaclari/kestane.htm#.U1TPEf1rPIU](http://www.e-yasamrehberi.com/photo/meyva_agaclari/kestane.htm#.U1TPEf1rPIU). 21 Nisan 2014.
- Palacios, V., Valcarcel, M., Caro, I., Perez, L., 2002. Chemical and Biochemical Transformations during the Industrial Process of Sherry Vinegar, Aging. *J. Agric. Food Chem.*, 50:4221-4225.
- Parronda, J., Herrero, M., Garcia, L. A., Diaz, M., 2003. A Note-Production of Vinegar from Whey. *J. Inst. Brew.*, 109(4):356-358.
- Perez-Vizcaino F., Duarte J., 2010. Flavonols and Cardiovascular Disease. *Molecular Aspects of Medicine*, 31 (6): 478–494.
- Persano-Oddo, L., Piro, R. 2004. Main European unifloral honeys: Descriptive sheets, *Apidologie*, 35: 38–81.
- Pekşen, E., Artık, C. 2005. Antibesinsel maddeler ve yemeklik tane baklagillerin besleyici değerleri. *OMÜ Zir. Fak. Dergisi*, 20(2):110-120.
- Pinsirodom, P., Rungcharoen, J., Liumminful, A., 2008. “Quality of commercial winevinegars evaluated on the basis of total polyphenol content and antioxidant properties”, *Asian Journal of Food and Agro-Industry*, 1(4), 232-241.
- Quek, S. Y., Chok, N. K., & Swedlund, P. (2007). The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, 46, 386-392.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., Rice-Evans, C., 1999, Antioxidant activity applying an improved ABTS radicalcation decolorization assay, *Free Radic. Biol.Med.*, 26, 1231–1237.
- Rodriguez, I., Salud, S., Hortensia, G., Luis, U.J., Jodral, M., 2010. “Characterisation of Sierra morena citrus blossom honey (Citrus sp)”, *International Journal of Food Science and Technology*, 45, 2008-2015.
- Russell, J. M., Stephen, T. L., Dale, R. G., Kip, E. P. ve Lynn, F. J., 2007. Phytochemicals: The Good, the Bad and the Ugly, *Phytochemistry*, 68, 2973-2985.
- Russo, A., Cardile, V., Sanchez, F., Toroncoso, N., Vanella, A. ve Garbarino, J.A., 2004. Chilean Propolis: Antioxidant Activity and Antiproliferative Action in Human Tumor Cell Lines, *Life Science*, 76,5, 545-558.



- Saeki, A., Taniguchi, M., Matsushita, K., Toyama, H., Theeragool, G., Lotong, N., Adachi, O., 1997. Microbiological aspects of acetate oxidation by acetic acid bacteria, unfavorable phenomena in vinegar fermentation. *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*, 61(2), 317-323.
- Samanidou, V. F., Antoniou, C. V., Papadoyannis, I. N., 2001. Gradient RP-HPLC Determination of Free Phenolic Acids in Wines and Wine Vinegar Samples After Spe, with Photodiode Array Identification. *J. Liq. Chrom. & Rel. Technol.*, 24 (14):2161-2176.
- Sanz, M.L., Gonzales, M., Lorenzo, C., Sanz, J. and Martinez-Castro, I., 2005. A Contribution to the Differentiation Between Nectar Honey and Honeydew Honey. *Food Chemistry*, 91, 313-317.
- Schimidt, J.O. 1997. Bee Product Chemical Composition and Application. International Conference on: Bee Product: Properties, Applications and Apitherapy, P:15. Israel.
- Schmid, A., 2010. Bioactive substances in meat and meat products. *Fleischwirtschaft International*, 2, 127-133s.
- Sharma, A., Saxena, S., Gautam, S., 2010. "Physical, Biochemical and Antioxidant Properties of Some Indian Honeys", *Food Chemistry*, 118, 391-397.
- Sönmez, R., Altan, Ö., 1992, "Teknik Arıcılık". Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ya-yımları, No; 499, Bornova, İzmir, 246s.
- Subaşı, B. 2004. İstanbul Ticaret Odası Etüt Araştırma Şubesi Kestane Sektör Profili. (<http://www.ito.org.tr/Dokuman/Sektor/1-55.pdf>).
- Sugiyama, A., Saitoh, M., Takahara, A., Satoh, Y., Hashimoto, K., 2003. Acute cardiovascular effects of a new beverage made of wine vinegar and grape juice, assessed using an in vivo rat. *Nutrition Research*, 23, 1291–1296.
- Svecova, B., Bordovska, M., Kalvachova, D., Hajek, T. 2015. Analysis of Czech meads: Sugar content, organic acids content and selected phenolic compounds content. *Journal of Food Composition and Analysis*, 38: 80–88.
- Şahin, İ., Kılıç, O., 1981. "Kuru Üzüm ve Şarap Sirkelerinin Bileşimleri ve Kontrol Yöntemleri Üzerinde Araştırma", *Gıda Dergisi*, 6(6): 5-15.
- Şahin, İ., Yavaş, İ., Kılıç, O., 1977. "Kuru Üzüm Sirkesi Üretiminde Öğütme ve Çeşitli Katkı Maddelerinin Fermantasyon Süresi ve Verime Etkileri", *Gıda Dergisi*, 2 (3), 95-110.
- Şahinler, N., 2000. Arı Ürünlerinin İnsan Sağlığı Açısından Önemi, *MKÜ Ziraat Fakültesi Dergisi*, 5(1-2): 139-148.
- Tan, S.C., 2005. Vinegar Fermentation, Master Thesis, University of Louisiana Department Of Food Science, 120-125s.

- Tsai P.J., Huang H.P., Huang T.C., 2004. Relationship Between Anthocyanin Patterns and Antioxidant Capacity in Mulberry Wine During Storage. *Journal of Food Quality*, 27 (6): 497–505.
- Tesyafe, W., Morales, M.L., Benitez, B., Garcia-Parrilla, M.C., Troncoso, A.M., 2004. Evolution of Wine Vinegar Composition during Accelerated Aging with Oak Chips. *Analitica Chimica Acta*, 513:239-245.
- Theobald, A., Muller, A., Anklam, E., 1998. Determination of 5- Hydroxymethylfurfural in Vinegar Samples by HPLC. *J. Agric. Food Chem.*, 46:1850-1854.
- Tosi, E., Ciappini, M., Lucero, H., 2002. Honey Thermal Treatment Effects On Hydroxymethylfurfural Content. *Food Chemistry*, 77: 71-74.
- Tosun, H., 2015. Erişim tarihi 27.09.2015. <http://www2.bayar.edu.tr/mühendislik/gida/docs/atabank/unite7>.
- Tomas, M., Toydemir G., Boyacioglu D., Hall R., Beekwilder J., Capanoglu E., 2015. The Effects of Juice Processing on Black Mulberry Antioxidants. *Food Chemistry*, 186: 277–284.
- TS 1748 ISO 1842, 2001, Meyve ve sebze ürünleri- Ph tayini, Türk Standartları Enstitüsü.
- TS 1880 EN 13188/D1, 2016. Sirke-Tarım kökenli sıvılardan elde edilen ürün-Tarifler, özellikler, işaretleme, Türk Standartları Enstitüsü.
- TS 521, 1976, Şaraplar, Türk Standartları Enstitüsü.
- NMKL 170, 2002, Mercury. Determination in Seafood by Flow Injection Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry (FI-CVAAS) after Microwave Digestion.
- NMKL 161, 1998, Metals. Determination by atomic absorption spectrophotometry after wet digestion in a microwave oven.
- TS 522, Şarap muayene metotları, 2015, Türk Standartları Enstitüsü Necatibey Caddesi No.112 Bakanlıklar ANKARA.
- Ubeda, C., Calejon R.M., Hidalgo C., Torija M.J., Troncoso A.M., Morales M.L., 2013. Employment of Different Processes for The Production of Strawberry Vinegars: Effects on Antioxidant Activity, Total Phenols and Monomeric Anthocyanins. *LWT - Food Science and Technology* 52 (2): 139–45.
- Ubeda, C., Callejón, R.M., Hidalgo, C., Torija, M.J., Troncoso, A.M., Morales, M.L., 2012. Employment of different processes for the production of strawberry vinegars: Effects on antioxidant activity, total phenols and monomeric anthocyanins. *LWT - Food Science and Technology* xxx: 1-7.
- Ubeda, C., Hidalgo, C., Torija, M.J., Mas, A., Troncoso, A.M., Morales, M.L., 2011. Evaluation of antioxidant activity and total phenols index in persimmon vinegars

- produced by different processes. *LWT - Food Science and Technology*, 44, 1591-1596.
- URL, 2013. Sirke-Tarım Kökenli Sıvılardan Elde Edilen Ürün-Tarifler, Özellikler ve İşaretleme, TSE, Türk Standardı TS 1880 EN 13188, Türk Standartları Enstitüsü Ankara.
- URL, 2004. TS 1880 EN 13188: 2003, T1: Nisan 2004, Sirke Tarım Kökenli Sıvılardan Elde Edilen Ürün Tarifler, Özellikler, Aretleme, Tadil Ics: 01.040.67;67.220.20.
- Ünal, E., 2007. Dimrit Üzümünden Değişik Yöntemlerle Sirke Üretimi Üzerinde Bir Araştırma, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana,69s.
- Ünverir, D., Budak, N., Sezer, S., Seydim, A.C., Guzel Seydim, Z.B, 2011b. Chemical and antioxidant properties of pomegranate vinegar. International Food Congress-Novel Approaches in Food Industry, 26-29 Mayıs 2011, İzmir, 1009p.
- Ünverir, D., Budak, N., Sezer, S., Seydim, A.C., Guzel Seydim, Z.B., 2011a. Antioxidant activity of pomegranate wine. Mitofood Conference. Bioactive Food Components, Energy Metabolism and Human Health. Wageningen, The Netherlands.
- Ünlüer, A., 2011. Beyaz Dut (*Morus alba*) ve Karadut (*Morus nigra*) Yaprak Özüleri Üzerine Antioksidan ve Antimikrobiyal Aktivite Çalışmaları.Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi, Manisa, Türkiye,44s.
- Valero, E., Berlanga, T.M., Roldan, P.M., Jimenez, C., Garcia, I., Mauricio, J.C., 2005. Free Amino Acids and Volatile Compounds in Vinegar Obtained from Different Types of Substrate. *J. Sci. Food Agric.*, 85:603-608.
- Vogt, J., Fonti, P., Conedera, M. ve Schroder, B., 2006. Temporal and Spatial Dynamic of Stool Uprooting in Abandoned Chestnut Copice Forests, *Forest Ecology and Management*, 235, 88-95.
- Wilczynska, 2010. Phenolic Content and Antioxidant Activity Of Different Types of Polish Honey – A Short Report. *Pol. J. Food Nutr. Sci.*, 60(4): 309- 313.
- Wu, X., Beecher, G.R., Holden, J.M., Haytowitz, D.B., Gebhardt, S.E., Prior, R.L., 2004. Lipophilic and hydrophilic antioxidant capacities of common foods in the United States. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(12), 4026- 37.
- Xu, Q., Tao, W., Za, O., 2007. Antioxidant Activity of Vinegar Melanoidins. *Food Chemistry* 102: 841–49.
- Xu, Q., Tao, W., Ao, Z., 2006. Antioxidant Activity of Vinegar Melanoidins. *Food Chemistry*, 102(3):841-849.

- Yang, Y., Battesti, M.J., Djabou, N., Muselli, A., Paolini, J., Tomi, P., Costa, J. 2012. Melissopalynological origin determination and volatile composition analysis of Corsican “chestnut grove” honeys, *Food Chemistry* 132: 2144–2154.
- Zappala, M., Fallico, B., Arena, E., Verzera, A., 2005. “Methods for the determination of HMF in honey”, *Food Control*, 16, 273-277.
- Zhang, L., Zeng Z., Wu, X., YAN, W., 2011. “Analysis of aroma components in Sapium discolor honey vinegar by GC/MS”; *China Condiment*; 2011-04.
- Zhang, Q., Zhang, S., Xie, C., Zeng, D., Fan, C., Li, D., Bai, Z., 2006. Characterization of Chinese Vinegars by Electronic Nose. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 119(2):538-546.



## 6. EKLER:

**Tablo 6.1.** Alkol analizi istatiks el analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	0.34	0.11	0.000		
S2	3	0.82	0.27	0.007		
S3	3	1.01	0.34	0.001		
S4	3	0.18	0.06	0.000		
S5	3	0.66	0.22	0.000		
S6	3	0.88	0.29	0.001		
S7	3	0.39	0.13	0.000		
S8	3	0.94	0.31	0.001		
S9	3	0.60	0.20	0.002		
S10	3	0.60	0.20	0.000		
S11	3	0.81	0.27	0.000		
	11	2.40	0.218	0.008		
	11	2.26	0.205	0.007		
	11	2.57	0.234	0.011		

ANOVA						
<i>Varyans Kaynađı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-deđ.</i>	<i>F ölç.</i>
Sütunlar	0.004	2	0.002	2.29	0.127	3.49
Hata	0.019	20	0.001			
Toplam	0.260	32				

**Tablo 6.2.** Toplam asitlik analizi istatikselsel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	13.17	4.39	0.01		
S2	3	13.03	4.34	0.06		
S3	3	12.51	4.17	0.02		
S4	3	12.43	4.14	0.00		
S5	3	13.09	4.36	0.05		
S6	3	12.97	4.32	0.03		
S7	3	12.65	4.22	0.05		
S8	3	13.65	4.55	0.00		
S9	3	12.70	4.23	0.01		
S10	3	12.55	4.18	0.04		
S11	3	12.26	4.09	0.00		
	11	47.74	4.34	0.03		
	11	46.37	4.22	0.03		
	11	46.90	4.26	0.04		

<i>ANOVA</i>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Sütunlar	0.09	2	0.04	1.84	0.18	3.49
Hata	0.47	20	0.02			
Toplam	1.10	32				

**Tablo 6.3.** pH analizi istatikselsel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	7.30	2.43	0.02		
S2	3	8.50	2.83	0.00		
S3	3	8.64	2.88	0.01		
S4	3	10.23	3.41	0.00		
S5	3	7.34	2.45	0.00		
S6	3	10.22	3.41	0.01		
S7	3	8.68	2.89	0.00		
S8	3	8.07	2.69	0.00		
S9	3	9.22	3.07	0.00		
S10	3	7.17	2.39	0.00		
S11	3	7.05	2.35	0.00		
Sütun 1	11	31.14	2.83	0.16		
Sütun 2	11	30.66	2.79	0.15		
Sütun 3	11	30.62	2.78	0.14		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	4.42	10	0.44	97.80	9.7E-15	2.35
Sütunlar	0.02	2	0.01	1.68	2.1E-01	3.49
Hata	0.09	20	0.00			
Toplam	4.52	32				

**Tablo 6.4.** Ester miktarı analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	51.40	17.13	0.05		
S2	3	55.00	18.33	0.01		
S3	3	55.20	18.40	0.04		
S4	3	52.40	17.47	0.09		
S5	3	61.60	20.53	0.09		
S6	3	64.00	21.33	0.09		
S7	3	61.20	20.40	0.04		
S8	3	58.60	19.53	0.09		
S9	3	64.20	21.40	0.04		
S10	3	52.20	17.40	0.04		
S11	3	49.80	16.60	0.04		
	11	207.40	18.85	3.22		
	11	209.00	19.00	2.95		
	11	209.20	19.02	3.16		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Sütunlar	0.18	2	0.09	1.60	0.23	3.49
Hata	1.10	20	0.06			
Toplam	93.50	32				



**Tablo 6.5.** Uçar asit miktarı analizi istatiksels analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	97.52	32.51	0.0044		
S2	3	43.56	14.52	0.0252		
S3	3	51.12	17.04	0.0036		
S4	3	97.50	32.50	0.0084		
S5	3	65.46	21.82	0.0228		
S6	3	76.14	25.38	0.0468		
S7	3	99.84	33.28	0.0444		
S8	3	79.68	26.56	0.0156		
S9	3	75.90	25.30	0.0084		
S10	3	59.76	19.92	0.0252		
S11	3	49.62	16.54	0.0156		
	11	265.19	24.11	45.68		
	11	265.29	24.12	45.02		
	11	265.62	24.15	46.17		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	1368.22	10	136.82	6339.32	9,7E-33	2.35
Hata	0.43	20	0.022			
Toplam	1368.66	32				

**Tablo 6.6.** Uçar olmayan asit miktarı analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>
S1	3	34.24	11.41	0.92
S2	3	81.52	27.17	16.57
S3	3	73.92	24.64	1.92
S4	3	103.24	34.41	20.35
S5	3	65.37	21.79	4.57
S6	3	53.51	17.84	2.99
S7	3	26.64	8.88	4.31
S8	3	56.73	18.91	0.43
S9	3	51.11	17.04	1.18
S10	3	65.69	21.90	4.47
S11	3	72.95	24.32	0.15
	11	230.21	20.93	55.19
	11	223.21	20.29	52.80
	11	231.50	21.05	56.80

ANOVA						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	1535.78	10	153.58	27.40	1.65E-09	2.35
Hata	112.09	20	5.60			
Toplam	1651.49	32				

**Tablo 6.7.** Toplam kül miktarı analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	3.9	1.30	0.0004		
S2	3	26.7	8.90	0.0007		
S3	3	26.6	8.90	0.0001		
S4	3	2.90	1.00	0.0065		
S5	3	2.80	0.90	0.0002		
S6	3	4.9	1.60	0.0172		
S7	3	5.3	1.8	0.0049		
S8	3	5.0	1.7	0.0096		
S9	3	1.9	0.6	0.0009		
S10	3	2.9	1.0	0.0134		
S11	3	1.6	0.5	0.0006		
	11	2.89	0.26	0.0981		
	11	2.56	0.23	0.1111		
	11	2.99	0.27	0.0992		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	2.98	10	0.298	59.47	1.18E-12	2.35
Hata	0.10	20	0.005			
Toplam	3.09	32				

**Tablo 6.8.** Toplam şeker miktarı analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	233.83	77.94	31.875		
S2	3	190.55	63.52	2.281		
S3	3	33.38	11.13	0.004		
S4	3	12.84	4.28	0.020		
S5	3	35.76	11.92	0.007		
S6	3	155.93	51.98	2.354		
S7	3	35.73	11.91	0.079		
S8	3	83.44	27.81	0.068		
S9	3	29.53	9.84	0.035		
S10	3	12.31	4.10	0.000		
S11	3	33.38	11.13	0.004		
	11	282.47	25.68	670.04		
	11	292.16	26.56	748.95		
	11	282.05	25.64	638.31		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	20505	10	2050.54	607.51	1.43E-22	2.35
Hata	67.51	20	3.38			
Toplam	20579	32				

**Tablo 6.9.** Oksidasyon analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	447.20	149.07	15.57		
S2	3	340.80	113.60	4.48		
S3	3	614.40	204.80	4.48		
S4	3	205.60	68.53	1.49		
S5	3	757.60	252.53	2.77		
S6	3	1158.40	386.13	2.77		
S7	3	1140.80	380.27	1.49		
S8	3	888.80	296.27	5.97		
S9	3	961.60	320.53	1.49		
S10	3	992.00	330.67	1.49		
S11	3	606.40	202.13	10.45		
	11	2693.60	244.87	11636.28		
	11	2698.40	245.31	11482.02		
	11	2721.60	247.42	11388.04		

ANOVA						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	344999.25	10	34499.93	10748.65	4.97E-35	2.35
Hata	64.19	20	3.21			
Toplam	345104.21	32				

**Tablo 6.10.** İyot sayısı analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>
S1	3	8.00	2.67	3.41
S2	3	10.40	3.47	1.49
S3	3	8.00	2.67	3.41
S4	3	44.80	14.93	2.77
S5	3	16.00	5.33	0.85
S6	3	4.80	1.60	0.64
S7	3	9.60	3.20	2.56
S8	3	5.60	1.87	0.21
S9	3	10.40	3.47	1.49
S10	3	11.20	3.73	1.49
S11	3	5.60	1.87	1.49
	11	43.20	3.93	11.83
	11	49.60	4.51	13.22
	11	41.60	3.78	20.88

## ANOVA

<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	422.9	10	42.29	23.22	7.3E-09	2.35
Hata	36.42	20	1.82			
Toplam	462.5	32				

**Tablo 6.11.**  $\Delta E$  Sayısı analizi istatistiksel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	94,23	31,41	0,064		
S2	3	104,04	34,68	0,229		
S3	3	95,79	31,93	0,253		
S4	3	81,79	27,26	0,007		
S5	3	88,11	29,37	0,004		
S6	3	94,60	31,53	0,021		
S7	3	95,87	31,96	0,010		
S8	3	89,28	29,76	0,132		
S9	3	96,86	32,29	0,001		
S10	3	100,06	33,35	0,056		
S11	3	95,87	31,96	0,010		
Sütun 1	11	344,63	31,33	3,852		
Sütun 2	11	346,26	31,48	4,230		
Sütun 3	11	345,61	31,42	4,123		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans</i>						
<i>Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	120,60	10	12,060	166,21	5 E-17	2,35
Sütunlar	0,12	2	0,061	0,84	0,44	3,49
Hata	1,45	20	0,073			
Toplam	122,17	32				

**Tablo 6.12.** L\* Değeri analizi istatikselsel analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
S1	3	92,92	30,97333	0,062433		
S2	3	101,88	33,96	0,2401		
S3	3	91,23	30,41	0,2989		
S4	3	80,38	26,79333	0,008033		
S5	3	85,43	28,47667	0,003033		
S6	3	93,57	31,19	0,0247		
S7	3	91,05	30,35	0,0037		
S8	3	88,6	29,53333	0,028033		
S9	3	92,25	30,75	0,0021		
S10	3	98,95	32,98333	0,060833		
S11	3	91,05	30,35	0,0037		
Sütun 1	11	335,13	30,46636	3,301565		
Sütun 2	11	336,38	30,58	4,11914		
Sütun 3	11	335,8	30,52727	4,033902		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	113,1461	10	11,31461	161,6387	7,12E-17	2,347878
Sütunlar	0,071145	2	0,035573	0,508186	0,609147	3,492828
Hata	1,399988	20	0,069999			
Toplam	114,6172	32				



**Tablo 6.13.** a\* Deęeri analizi istatiksels analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
Satır 1	3	14,18	4,726667	0,002533		
Satır 2	3	17,74	5,913333	0,000433		
Satır 3	3	12,28	4,093333	0,006033		
Satır 4	3	11,63	3,876667	3,33E-05		
Satır 5	3	11,33	3,776667	0,001433		
Satır 6	3	13,21	4,403333	0,000933		
Satır 7	3	11,27	3,756667	0,007633		
Satır 8	3	12,14	4,046667	0,000433		
Satır 9	3	10,88	3,626667	0,003033		
Satır 10	3	14,68	4,893333	0,005033		
Satır 11	3	11,27	3,756667	0,007633		
Sütun 1	11	47,04	4,276364	0,476825		
Sütun 2	11	46,82	4,256364	0,463345		
Sütun 3	11	46,75	4,25	0,48682		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynaęı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-deę.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	14,20374	10	1,420374	429,3125	4,52E-21	2,347878
Sütunlar	0,004164	2	0,002082	0,629236	0,543225	3,492828
Hata	0,06617	20	0,003308			
Toplam	14,27407	32				

**Tablo 6.14.** b\* Deęeri analizi istatiks el analizi

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>
S1	3	6,68	2,23	0,02
S2	3	11,39	3,80	0,00
S3	3	26,48	8,83	0,00
S4	3	9,62	3,21	0,00
S5	3	18,34	6,11	0,01
S6	3	4,36	1,45	0,00
S7	3	27,85	9,28	0,01
S8	3	6,29	2,10	0,00
S9	3	27,44	9,15	0,01
S10	3	2,4	0,80	0,00
S11	3	27,85	9,28	0,01
Sütun 1	11	56,17	5,11	12,11
Sütun 2	11	56,47	5,13	12,06
Sütun 3	11	56,06	5,10	12,04

## ANOVA

<i>Varyans Kaynaęı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-deę.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	361,91	10	36,19	4608,01	2,3 E-31	2,34
Sütunlar	0,008	2	0,0041	0,52	0,60	3,49 8
Hata	0,157079	20	0,007854			
Toplam	362,0762	32				

**Tablo 6.15.** Toplam kuru madde değeri analizi istatistiksel analiz

<i>ÖZET</i>	<i>Say</i>	<i>Toplam</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Varyans</i>		
Satır 1	3	46	15,33	0,40		
Satır 2	3	81,31	27,10	4,37		
Satır 3	3	88,4	29,47	0,31		
Satır 4	3	94,51	31,50	0,72		
Satır 5	3	269,1	89,70	9,04		
Satır 6	3	52,19	17,40	5,63		
Satır 7	3	106,29	35,43	59,54		
Satır 8	3	314,7	104,90	29,90		
Satır 9	3	93,41	31,14	0,67		
Satır 10	3	487,75	162,58	3,60		
Satır 11	3	346,71	115,57	8,88		
Sütun 1	11	663,33	60,30	2579,13		
Sütun 2	11	663,57	60,32	2542,75		
Sütun 3	11	653,47	59,41	2277,00		
<b>ANOVA</b>						
<i>Varyans Kaynağı</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-değ.</i>	<i>F ölç.</i>
Satırlar	73748,4	10	7374,88	614,35	22	2,35
Sütunlar	6,046	2	3,02	0,25	0,78	3,49
Hata	240,49	20	4			
Toplam	73994,9	32				

## ÖZGEÇMİŞ

Havva Nur KOBYA, 15.09.1992 yılında Trabzon'un Çarşıbaşı İlçesi'nde doğdu. 2006 yılında Çarşıbaşı Gazi İlköğretim Okulu'nda ilköğretimi tamamladı. 2010 Çarşıbaşı Lisesi'nde Lise öğrenimini tamamladı. 2011 Gümüşhane Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü'nü kazandı. 11.06.2015 Gıda Mühendisliği Bölümü'nde lisans eğitimini birincilikle tamamladı. 17.08.2015 Gümüşhane Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans eğitimine başladı. Yüksek Lisans eğitimine halen devam etmektedir.