

**KARAMANOĐLU MEHMETBEY ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**PALMIYE MEYVELERİNDEN (*Washingtonia robusta*) ŐEKER ÖZÜTLEME
KOŐULLARININ OPTİMİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Özge ŐİMŐEK

Gıda Mühendisliđi Anabilim Dalı

MAYIS 2020

**KARAMANOĐLU MEHMETBEY ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**PALMIYE MEYVELERİNDEN (*Washingtonia robusta*) ŐEKER ÖZÜTLEME
KOŐULLARININ OPTİMİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Özge ŐİMŐEK
(170871101)**

Gıda Mühendisliđi Anabilim Dalı

Tez DanıŐmanı: Doç. Dr. Yalçın COŐKUNER

MAYIS 2020

TEZ ONAYI

Özge ŞİMŞEK tarafından hazırlanan “**Palmiye (*Washingtonia robusta*) Meyvelerinden Şeker Özütleme Koşullarının Optimizasyonu**” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı’nda (**YÜKSEK LİSANS TEZİ**) olarak kabul edilmiştir.

Danışman:
Doç. Dr. Yalçın COŞKUNER

Jüri Üyeleri

İmza:

Doç. Dr. Didem SUTAY KOCABAŞ

Doç. Dr. Yalçın COŞKUNER

Doç. Dr. Erkan KARACABEY

Tez Savunma Tarihi: 11/05/2020

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Doç. Dr. Ahmet KAYABAŞI
Enstitü Müdür v.

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

(İmza)
(Özge ŞİMŞEK)



ÖNSÖZ

Bu çalışma Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü öğretim üyelerinden Doç. Dr. Yalçın COŞKUNER danışmanlığında tamamlanarak, Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'ne Yüksek Lisans Tezi olarak sunulmuştur.

Çalışmamın her aşamasında bilgi ve tecrübeleri ile bana yol gösteren, her türlü manevi desteğini, anlayışını ve zamanını esirgemedi tüm içtenliğiyle yardımcı olan danışman hocam Sayın Doç. Dr. Yalçın COŞKUNER'e teşekkürlerimi sunarım. Araştırmalarım sırasında bana her zaman güler yüzü ve içtenliği ile yardımlarını esirgemeyen Sayın Dr. Öğr. Üyesi Evrim Burcu UNCU KİRTİŞ ve Arş. Gör. Fuat GÖKBEL'e teşekkür ederim. Bu süreçte hiç bıkmadan, usanmadan yaklaşık 2 yıl boyunca çalışmalarında yardım ve desteklerini esirgemeyen arkadaşım Gizem ÇELİKDEMİR'e teşekkür ederim. Lisans ve yüksek lisans eğitim süresince hep yanımda olup manevi desteğini esirgemeyen arkadaşım Merve ERKOÇ'a teşekkürlerimi sunarım.

Tüm yaşamım ve eğitim hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman benden esirgemeyen, her anımda yanımda olan sevgili annem Sultan ŞİMŞEK ve babam Ahmet Ali ŞİMŞEK'e çok teşekkür ederim.

Çalışmada kullanılan *Washingtonia robusta* ağacı meyvelerinin teminini sağlayan Mersin Büyükşehir Belediyesi ve yetkililerine, çalışma kapsamındaki glikoz, fruktoz ve sakkaroz analizleri için İbrahim KARAYEL'e, SEM analizleri için Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne ve ayrıca bu yüksek lisans tezine 08-YL-19 numaralı proje ile destek olan Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü'ne teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs 2020

Özge ŞİMŞEK
(Gıda Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ	v
İÇİNDEKİLER	vi
KISALTMALAR	viii
SEMBOLLER	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET	xvii
ABSTRACT	xviii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	4
2.1. Palmiye Ağacı	4
2.1.1. <i>Washingtonia robusta</i> (Meksika Yelpaze Palmiye) ağacı ve meyvesi ..	6
2.2. Şeker Elde Etmek için Kullanılan Özütleme Teknikleri	12
2.2.1. Şeker.....	12
2.2.2. Özütleme	18
2.2.2.1. Geleneksel özütleme	18
2.2.2.2. Ultrases destekli özütleme	22
2.3. Yanıt Yüzey Metodu	39
3. MATERYAL VE METOT.....	50
3.1. Materyal.....	50
3.2. Metot	50
3.2.1. Örneklerin hazırlanması	50
3.2.2. Yanıt yüzey metodu ve deney tasarımı	51
3.2.3. Farklı özütleme yöntemleri ile özütleme.....	53
3.2.3.1. Geleneksel özütleme	54
3.2.3.2. Ultrases destekli özütleme	55
3.2.4. Analiz yöntemleri	58
3.2.4.1. Toplam kuru madde tayini	58
3.2.4.2. Suda çözünür kuru madde tayini.....	58
3.2.4.3. pH değeri tayini	58
3.2.4.4. Titrasyon asitliği tayini	58
3.2.4.5. Renk tayini	59
3.2.4.6. Kül tayini.....	59
3.2.4.7. İnvvert şeker tayini.....	60
3.2.4.8. Toplam şeker tayini.....	60
3.2.4.9. Glikoz, fruktoz ve sakkaroz tayini	61
3.2.4.10. Taramalı elektron mikroskopisi ile görüntüleme	62
3.2.4.11. Toplam fenolik madde miktarı tayini.....	62
3.2.4.12. Toplam antioksidan aktivite tayini.....	63
3.2.4.13. Hidroksimetilfurfural tayini	64
3.2.4.14. Tüm kütle transfer katsayısının hesaplanması	65
3.2.4.15. Özütleme verimi hesaplanması	67
3.2.4.16. Veri değerlendirme ve istatistiksel analiz	67
4. BULGULAR.....	68
4.1. Hammadde Analiz Sonuçları.....	68
4.1.1. Palmiye meyvesinin fizikokimyasal özellikleri	68
4.2. Yanıt Yüzey Metodu ile Optimizasyon Sonuçları.....	72

4.2.1. Geleneksel özütleme sonuçları.....	72
4.2.1.1. Geleneksel özütleme yönteminde suda çözünür kuru madde özütlenmesinin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu	75
4.2.1.2. Geleneksel özütleme yönteminde özütleme veriminin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu	79
4.2.1.3. Geleneksel özütlemelerde optimum noktanın belirlenmesi ve oluşturulan modelin doğrulanması.....	84
4.2.2. Ultrases destekli özütleme sonuçları.....	88
4.2.2.1. Ultrases destekli özütleme yönteminde suda çözünür kuru madde özütlenmesinin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu	90
4.2.2.2. Ultrases destekli özütleme yönteminde özütleme veriminin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu.....	94
4.2.2.3. Ultrases destekli özütlemelerde optimum noktanın belirlenmesi ve oluşturulan modelin doğrulanması.....	100
4.2.3. Özütleme yöntemlerinin karşılaştırılması	103
4.2.3.1. Geleneksel özütleme ve ultrases destekli özütleme ile elde edilen suda çözünür kuru maddenin karşılaştırılması.....	103
4.2.3.2. Geleneksel özütleme ve ultrases destekli özütleme ile elde edilen özütleme veriminin karşılaştırılması	104
4.2.3.3. Geleneksel özütleme ve ultrases destekli özütleme ile elde edilen optimum koşullarının karşılaştırılması.....	106
4.3. Belirlenen Optimum Noktalarda Geleneksel Özütleme ve Ultrases Destekli Özütleme Yöntemi ile Elde Edilen Özütlerin Karşılaştırılması.....	110
4.3.1. pH ve titrasyon asitliği sonuçları	110
4.3.2. Renk sonuçları.....	111
4.3.3. Toplam şeker ve invert şeker sonuçları.....	112
4.3.4. Taramalı elektron mikroskopisi sonuçları.....	113
4.3.5. Toplam fenolik ve antioksidan aktivite miktarı sonuçları	115
4.3.5.1. Toplam fenolik madde miktarı.....	115
4.3.5.2. Toplam antioksidan aktivite miktarı	116
4.3.6. Hidroksimetilfurfural sonuçları.....	121
4.3.7. Toplam kütle transfer katsayı sonuçları	122
4.4. Geleneksel Özütleme ve Ultrases Destekli Özütleme Yöntemlerinde Harcanan Elektrik Miktarının Kıyaslanması.....	126
5. TARTIŞMA VE SONUÇ	127
KAYNAKLAR	130
EKLER	147
ÖZGEÇMİŞ.....	153

KISALTMALAR

ABD	: Amerika Birleşik Devletleri
Abs	: Absorbans
ABTS	: 2,2'-azinobis-(3-ethyl-benzothiazoline-6-sulfonic acid)
BBT	: Box-Behnken Tasarım
BHT	: Bütillenmiş Hidroksitoluen
b_0	: Sabit Bir Katsayı
b_i	: Lineer Katsayı
b_{ii}	: İkinci Dereceden Katsayı
b_{ij}	: İkili Etkileşim Katsayısı
C	: Karbon
C*	: Chroma Değeri
DDPH	: 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
E	: Doğru
e	: Hata
EC₅₀	: DPPH'nin %50'sini İnhibe Eden Konsantrasyon
f	: Frekans
f	: Bağımsız Değişkenlerin Fonksiyonu
FD-KS	: Fourier Dönüşümlü Kıızılötesi Spektroskopisi
FRAP	: Demir (III) İyonu İndirgeyici Antioksidan Kapasite
GAE	: Gallik Asit Eşdeğeri
GÖ	: Geleneksel Özütleme
H	: Hidrojen
HCl	: Hidroklorik Asit
HMF	: Hidroksimetilfurfural
H₂SO₄	: Sülfürik Asit
İ	: İstenilirlik Fonksiyonu
İTK	: İnce Tabaka Kromatografisi
KE	: Katesin Eşdeğeri
KM	: Kuru Madde
MDS	: Metanol/Diklorometan/Su Çözeltisi
MKT	: Merkezi Kompozit Tasarım

M:S	: Meyve:Su Oranı
N	: Kuzey
NaOH	: Sodyum Hidroksit
NOP	: Nişasta Olmayan Polisakkaritler
ns	: Önemsiz, $p>0,05$
O	: Oksijen
ÖV	: Özütleme Verimi
P	: Herhangi Bir Anda Oluşan Basınç
P_a	: Aküstik Basınç Genliği
P_A	: En Yüksek Basınç Genliği
PBS	: Tuzlu Fosfat Tampon Çözeltisi
P_h	: Hidrostatik Basınç Genliği
R^2	: Korelasyon Katsayısı
$R^2_{tahminlenmiş}$: Tahminlenmiş Korelasyon Katsayısı
$R^2_{düzeltilmiş}$: Düzeltilmiş Korelasyon Katsayısı
SÇKM	: Suda Çözünür Kuru Madde
SD	: Serbestlik Derecesi
SDS-PAGE	: Sodyum Dodesil Sülfat - Poliakrilamid Jel Elektroferez
SK/KS	: Sıvı Kromatografisi Kütle Spektrofotometresi
S:M	: Su:Meyve Oranı
SSA	: Susuz Sitrik Asit
SÖ	: Sokselet Özütleme
t	: Zaman
TAA	: Toplam Antioksidan Aktivite
TE	: Troloks Eşdeğeri
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopisi
TFM	: Toplam Fenolik Madde
TKHKT	: Tahminlenmiş Kalıntı Hata Kareler Toplamı
TKM	: Toplam Kuru Madde
UÖ	: Ultrases Destekli Özütleme
<i>W. robusta</i>	: <i>Washingtonia robusta</i>
<i>W. filifera</i>	: <i>Washingtonia filifera</i>
VEF	: Varyans Enflasyon Faktörü
VK	: Varyasyon Katsayısı
Y	: Bağımlı Yanıt Değişkeni

YA : Yaş Ağırlık

YPADKDA : Yüksek Performanslı Anyon Değişim Kromatografisi-
Darbeli Amperometrik Algılama

YPSK : Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi

yy : Yüzyıl

YYM : Yanıt Yüzey Metodu



SEMBOLLER

a	: Ağırlık
atm	: Atmosfer Basınç
bar	: 10^5 Paskal
°Bx	: Briks
cm	: Santimetre
°C	: Santigrant Derece
dk	: Dakika
h	: Hacim
Hz	: Herz
g	: Gram
kHz	: Kiloherz
kg	: Kilogram
kPa	: Kilopaskal
kV	: Kilovolt
K	: Kelvin
L	: Litre
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
m	: Metre
mm	: Milimetre
mM	: Milimolar
MPa	: Megapaskal
mW	: Miliwatt
N	: Normalite
nm	: Nanometre
rpm	: Devir/dk
s	: Saniye
W	: Watt
V	: Volt
µg	: Mikrogram
µL	: Mikrolitre
µM	: Mikromolar

μs : Mikrosaniye

% : Yüzde



ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Gıdanın bileşiminde bulunan temel karbonhidratlar.	13
Çizelge 2.2 : Atıl ve atık gıdalardaki şekerlerin tanımlanması ile ilgili yapılmış çalışmalarına örnekler.	15
Çizelge 2.3 : Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.	23
Çizelge 3.1 : GÖ parametreleri için 3 düzeyli faktöriyel YYM.	52
Çizelge 3.2 : UÖ parametreleri için Box-Bhenken YYM.	53
Çizelge 4.1 : Palmiye meyvesinin kimyasal bileşimi.	68
Çizelge 4.2 : Palmiye meyvesinin TFM ve TAA değerleri.	72
Çizelge 4.3 : GÖ yönteminin deneme deseni ve yanıtları.	74
Çizelge 4.4 : GÖ'de SÇKM için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.	75
Çizelge 4.5 : Farklı sıcaklık ve M:S oranları kullanılarak gerçekleştirilen GÖ sonucunda elde edilen özütlerin SÇKM değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları	76
Çizelge 4.6 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM değerleri için tanımlayıcı istatistiki değerleri.	77
Çizelge 4.7 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM için matematiksel modelin katsayı tahmini ve <i>VEF</i> değeri.	77
Çizelge 4.8 : YYM deneme desenine göre GÖ yönteminde ÖV değişiminin hesaplanması.	80
Çizelge 4.9 : GÖ'de ÖV için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.	81
Çizelge 4.10 : Farklı sıcaklık ve M:S oranları kullanılarak gerçekleştirilen GÖ sonucunda elde edilen özütlerin ÖV değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları.....	81
Çizelge 4.11 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için tanımlayıcı istatistiki değerler.....	82
Çizelge 4.12 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için matematiksel modelin katsayı tahmini ve <i>VEF</i> değerleri.	82
Çizelge 4.13 : GÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum noktadaki istenilirlik fonksiyonu değişimi.	85
Çizelge 4.14 : GÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum nokta.....	87
Çizelge 4.15 : GÖ yöntemi ile elde edilen modelin doğrulanması.....	88
Çizelge 4.16 : UÖ yönteminin deneme deseni ve yanıtları.	89
Çizelge 4.17 : UÖ'de SÇKM için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.	90
Çizelge 4.18 : Farklı sıcaklık, M:S oranı ve ultrases güçleri kullanılarak gerçekleştirilen UÖ sonucunda elde edilen özütlerin SÇKM değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları.	91
Çizelge 4.19 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM değerleri için tanımlayıcı istatistiki değerleri.	91
Çizelge 4.20 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM için matematiksel modelin katsayı tahmini ve <i>VEF</i> değerleri.....	92
Çizelge 4.21 : YYM deneme desenine göre UÖ yönteminde ÖV değişiminin hesaplanması.	95
Çizelge 4.22 : UÖ'de ÖV için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.	96

Çizelge 4.23 : Farklı sıcaklık, M:S oranı ve ultrases güçleri kullanılarak gerçekleştirilen UÖ sonucunda elde edilen özütlerin ÖV değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları	96
Çizelge 4.24 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için tanımlayıcı istatistiki değerler.....	97
Çizelge 4.25 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için matematiksel modelin katsayı tahmini ve <i>VEF</i> değerleri.....	97
Çizelge 4.26 : UÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum noktadaki istenilirlilik fonksiyonu değişimi.....	100
Çizelge 4.27 : UÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum nokta.....	102
Çizelge 4.28 : UÖ yöntemi ile elde edilen modelin doğrulanması.....	103
Çizelge 4.29 : Optimum koşullardaki özütlerin pH ve titrasyon asitliği değerleri..	111
Çizelge 4.30 : Optimum koşullardaki özütlerin hunter renk değerleri.....	112
Çizelge 4.31 : Optimum koşullardaki özütlerin toplam şeker ve invert şeker değerleri.....	113
Çizelge 4.32 : Farklı konsantrasyonlardaki gallik asit standardının absorabans değerleri.....	115
Çizelge 4.33 : Farklı hacimlerdeki palmiye meyvesi özütlerinin 517 nm'deki absorbans değerleri.....	116
Çizelge 4.34 : Farklı hacimlerdeki palmiye meyvesi özütlerinin inhibisyon (%) değerleri.....	116
Çizelge 4.35 : Farklı hacimlerdeki palmiye meyvesi özütlerinin 734 nm'deki absorbans değerleri.....	117
Çizelge 4.36 : Farklı hacimlerdeki palmiye meyvesi özütlerinin inhibisyon (%) değerleri.....	118
Çizelge 4.37 : Farklı konsantrasyonlardaki troluks standardının 734 nm'deki absorbans ve inhibisyon (%) değerleri.....	119
Çizelge 4.38 : Optimum koşullardaki özütlerin TFM ve TAA değerleri.....	119
Çizelge 4.39 : Optimum koşullardaki özütlerin HMF miktarı.....	122
Çizelge 4.40 : GÖ yönteminin SÇKM değişimleri ve logaritması.....	123
Çizelge 4.41 : UÖ yönteminin SÇKM değişimleri ve logaritması.....	124
Çizelge 4.42 : GÖ ve UÖ yöntemlerinin toplam kütle transfer katsayısı.....	126
Çizelge 4.43 : Optimum koşullardaki özütlerin üretiminde harcanan elektrik miktarı.....	126

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : <i>Washingtonia robusta</i> (Meksika Yelpaze Palmiye) ağacı.	7
Şekil 2.2 : <i>W. robusta</i> türü palmiye ağacı ve meyve oluşum evreleri.	8
Şekil 2.3 : Mono ve disakkaritlerin yapısı.	14
Şekil 2.4 : Ultrases frekans aralıkları.	33
Şekil 2.5 : Kavitasyon kabarcıklarının oluşumu.	35
Şekil 2.6 : Kavitasyon olayı ve ultrasesin doğal ürünlerin özütlenmesindeki etkisi .	35
Şekil 2.7 : Kavitasyon kabarcıklarının davranışı.	37
Şekil 2.8 : YYM deneysel stratejisi.	42
Şekil 3.1 : Deney materyali palmiye meyvelerinin toplandığı Mersin ilinin yer bulduru haritası.	50
Şekil 3.2 : GÖ düzeneği.	55
Şekil 3.3 : UÖ düzeneği.	56
Şekil 3.4 : Meksika yelpaze palmiyesinin meyvelerinden (<i>Washingtonia robusta</i>) geleneksel ve ultrases destekli özütleme teknikleri ile şekerin elde edilme aşamaları.	57
Şekil 3.5 : Özütleme prosesi.	66
Şekil 4.1 : GÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen SÇKM değerlerinin karşılaştırılması.	78
Şekil 4.2 : GÖ ile SÇKM özütlenmesinin etkinliği üzerine sıcaklık ve M:S oranının etkisini gösteren yanıt yüzey grafiği.	79
Şekil 4.3 : GÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen ÖV değerlerinin karşılaştırılması.	83
Şekil 4.4 : GÖ ile ÖV etkinliği üzerine, sıcaklık ve M:S oranının etkisini gösteren yanıt yüzey grafiği.	84
Şekil 4.5 : GÖ yönteminde istenilirlik fonksiyonu yaklaşımının yanıt yüzey grafiği.	86
Şekil 4.6 : UÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen SÇKM değerlerinin karşılaştırılması.	92
Şekil 4.7 : UÖ ile SÇKM özütlenmesinin etkinliği üzerine; sıcaklık, M:S oranı ve ultrases gücünün etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri.	93
Şekil 4.8 : UÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen ÖV değerlerinin karşılaştırılması.	98
Şekil 4.9 : UÖ ile ÖV etkinliği üzerine; sıcaklık, M:S oranı ve ultrases gücünün etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri.	99
Şekil 4.10 : UÖ yönteminde optimum noktada istenilirlik fonksiyonu yaklaşımının yanıt yüzey grafikleri.	101
Şekil 4.11 : Hammadde, optimum koşullarda gerçekleştirilen geleneksel ve ultrases destekli özütleme işleminden sonraki meyvenin dış yüzeyinin 180x katdaki SEM görüntüleri.	114
Şekil 4.12 : Hammadde, optimum koşullarda gerçekleştirilen geleneksel ve ultrases destekli özütleme işleminden sonraki meyvenin iç yüzeyinin 70x katdaki SEM görüntüleri.	114
Şekil 4.13 : Optimum koşullarda gerçekleştirilen geleneksel ve ultrases destekli özütleme işleminden sonraki meyve eti ve kabuk ara yüzeyinin 150x katdaki SEM görüntüleri.	115
Şekil 4.14 : Standart gallik asit grafiği.	115
Şekil 4.15 : DPPH için inhibisyon (%) grafikleri.	117

Şekil 4.16 : ABTS için inhibisyon (%) grafiđi	118
Şekil 4.17 : Standart troloks grafiđi.....	119
Şekil 4.18 : GÖ ve UÖ yönteminde denge çözüdür kuru madde miktarı grafiđi. ...	123
Şekil 4.19 : GÖ ve UÖ yönteminde tüm çözüdür kuru madde deđişimlerinin özütleme zamanına karşı grafiđi.	124
Şekil 4.20 : GÖ ve UÖ yönteminde tüm çözüdür kuru madde deđişimlerinin logaritmasının özütleme zamanına karşı grafiđi.	125
Şekil 5.1 : GÖ ve UÖ yöntemini kıyaslama grafiđi.	128



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

PALMIYE MEYVELERİNDEN (*Washingtonia robusta*) ŞEKER ÖZÜTLEME KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU

Özge ŞİMŞEK

Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Yalçın COŞKUNER

Mayıs, 2020, 153 sayfa

Türkiye'nin sahil kesimlerinin neredeyse tamamında yaygın olarak yetişen Meksika yelpaze palmiye ağaçları (*Washingtonia robusta*); kırmızımsı ince gövdeli, büyük ve parlak koyu yeşil yapraklara sahip hızlı büyüyen bir park-bahçe ağacıdır. Kahverengi-siyah renkli, elipsoid şeklindeki yenilebilir özellikteki palmiye meyveleri Akdeniz Bölgesi'nde sonbaharda olgunlaşmaktadır. *Washingtonia robusta* meyveleri yüksek miktarda suda çözünür kuru madde (SÇKM, 69,90°Bx) içeriğine sahip atıl bir meyvedir. Bu çalışmada yanıt yüzey metodu (YYM) kullanılarak palmiye meyvelerinden şeker özütlemeye geleneksel ve modern yöntemlerin optimum koşulları belirlenmiştir. Hem geleneksel özütleme (GÖ) hem de ultrases destekli özütleme (UÖ) yöntemlerinde; özütleme sıcaklığı (25, 50, 75°C) ve meyve:su (M:S) oranı (1:2, 1:6, 1:10, g meyve:mL su) bağımsız değişkenler olarak kullanılmıştır. Ayrıca UÖ yönteminde ultrases gücü de (%20, 50, 80) bağımsız değişken olarak belirlenmiştir. Optimizasyon işlemi SÇKM (°Bx) ve özütleme verimi (ÖV, %) değerleri en yüksek olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. YYM ile optimum GÖ koşullarında (75°C özütleme sıcaklığı ve 1:3,9 M:S oranı) tahmini SÇKM ve ÖV değerleri sırasıyla 9,17°Bx ve %38,22 olarak belirlenmiştir. Optimum UÖ koşullarında (75°C özütleme sıcaklığı, 1:2,7 M:S oranı ve %20 ultrases gücü) YYM ile tahmini SÇKM 11,93°Bx ve ÖV %36,00 olduğu tespit edilmiştir. UÖ yöntemi GÖ'ye göre daha yüksek kütle transfer katsayısına sahip olduğu için daha kısa sürede istenilen SÇKM değerine ulaşılabilmiştir. UÖ yönteminde özütleme süresinin kısalmasına bağlı olarak GÖ yöntemine göre daha az elektrik enerjisi tüketiminin (13,33 kWh) olduğu tespit edilmiştir. Sonuç olarak, UÖ ve GÖ yöntemleri işlem sürelerine göre kıyaslandığında, UÖ yöntemiyle elde edilen özütlerin bazı fizikokimyasal kalite özelliklerinin iyileştiği gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Geleneksel özütleme, ultrases destekli özütleme, özütleme verimi, suda çözünür kuru madde, *Washingtonia robusta*, yanıt yüzey metodu.

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

OPTIMIZATION OF SUGAR EXTRACTION FROM FAN PALM FRUITS (*Washingtonia robusta*)

Özge ŞİMŞEK

Karamanoğlu Mehmetbey University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Food Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Yalçın COŞKUNER

May, 2020, 153 pages

Mexican fan palm trees (*Washingtonia robusta*) is a fast growing park-garden tree with reddish thin stems, large and bright dark green leaves that widely grown an almost all the coastal region of Turkey. Brown-black colored ellipsoid-shaped edible palm fruits ripen in the Mediterranean Region in autumn. *Washingtonia robusta* fruit is an underutilized crops that has high content of water soluble dry matter (WSDM, 69.90°Bx). In this study, optimization of sugar extraction conditions from fan palm fruits by traditional and modern methods was determined by using response surface methodology (RSM). In both traditional (TE) and ultrasound assisted extraction (UAE) methods; extraction temperature (25, 50, 75°C) and fruit:water (F:W) ratio (1:2, 1:6, 1:10, g fruits:mL water) were used as independent variables. Additionally, ultrasound power (20, 50, 80%) was added to the independent variables in the UAE method, too. Optimization process was performed both both WSDM (°Bx) and extraction yield (EY, %) values that will be to maximum. Under optimum TE conditions (75°C extraction temperature and 1:3.9 F:W ratio), the estimated WSDM with RSM was determined as 9.17°Bx and EY 38.22% respectively. For optimal UAE conditions (75°C extraction temperature, 1:2.7 F:W ratio and 20% ultrasound power) the estimated WSDM with RSM was 11.93°Bx and EY 36.00%. In the UAE method, because of the higher mass transfer coefficient value than the TE method, the desired WSDM value was achieved in a shorter time. In the UAE method, less electrical energy consumption (13.33 kWh) was determined due to the shorter extraction time than the TE method. As a result, it was observed that some physicochemical quality properties of the extracts obtained by the UAE method are improved, when the UAE and TE methods were compared as regarding to processing times.

Keywords: Traditional extraction, ultrasound assisted extraction, extraction yield, water soluble dry matter, *Washingtonia robusta*, response surface methodology.

1. GİRİŞ

Palmiye ağacı, geniş yapraklı bitkilerden olan Palmiyegiller sınıfında yer almaktadır (Hazir ve Buyukozturk, 2013; Aslan ve Akan, 2019). Türkiye'de palmiye ve meyvelerinin yetiştiriciliği ticari amaçlı değil tamamen gölge, süs eşyası ve süs bitkisi olarak yapılmaktadır (Hazir ve Buyukozturk, 2013). *Washingtonia* cinsi, *Washingtonia filifera* ve *robusta* olarak iki türe ayrılmaktadır (Benahmed-Bouhafsoun ve diğerleri, 2015; Gomaa, 2019). Çevreyi kirletmesi, ağaç zararlılarına besin kaynağı olması ve ticari bir katkısının olmamasından dolayı *Washingtonia robusta* (*W. robusta*) türü ağacın yapraklarıyla beraber meyveleri de atıl bir ürün gibi görülmektedir. Ağaçtaki çiçek ve meyve saplarının da kurumuş ölü yapraklarla beraber budama işlemiyle uzaklaştırılması gerektiği söylenmektedir (Robinson, 2004). *W. robusta* türüne ait palmiye meyvelerinin şu anda ticari bir katkısının olmadığı ama geçmişte gıda olarak tüketilen yenilebilir tatlı bir meyve olduğu bildirilmektedir (Felger ve Joyal, 1999; Haynes ve McLaughling, 2000; Anonim, 2018a; Gomaa, 2019). Son yıllarda yapılan çalışmalara göre palmiye meyvelerinin kimyasal bileşiminde yenilebilir özellikte karbonhidrat bulunmakta, özellikle meyve kabuğundaki şeker alındıktan sonra geriye kalan küspenin de iyi bir hayvan yemi olarak değerlendirilebileceği belirtilmektedir (Mazmancı, 2011; Nehdi, 2011; Coşkuner ve Gökbudak, 2016; Çatıkkaş, 2019). Mazmancı (2011) şeker kaynağı olan *W. robusta* meyvesinin şeker içeriğinin ağırlıklı olarak fruktoz ve glikozdan oluştuğunu ifade etmektedir. *W. robusta* meyvesindeki şekerin ticari açıdan değerlendirilebilmesi için öncelikle özütleme yöntemiyle meyveden alınması gerekmektedir.

Özütleme, katı ya da sıvı fazda bulunan bir ya da birden çok bileşiğin farklı çözünürlük özellikleri kullanılarak diğer bir faza alınması işlemi olarak bilinmektedir (Günyeli, 2012). Özütleme yöntemleri geleneksel ve modern özütleme olarak sınıflandırılabilir (Kutlu ve diğerleri, 2017). Geleneksel yöntemlerden biri olan katı-sıvı özütleme, kullanılan çözücü yardımıyla katıdan istenilen maddenin özütlenmesi işlemidir (Yılmaz, 2012; İlbaý, 2016). Geleneksel özütlemeye (GÖ)

karşılaşılan; uzun özütleme süresi, yüksek maliyet, yüksek saflıkta çözgen ihtiyacı, büyük miktarlarda çözgenin buharlaştırılma zorunluluğu, düşük özütleme seçiciliği ve sıcaklığa hassas bileşenlerin termal bozunumu gibi olumsuzlukların giderilme çabaları, modern özütleme tekniklerinin geliştirilmesini sağlamaktadır (Şengül ve Topdaş, 2019). Modern özütleme yöntemleri; ultrases destekli, mikrodalga destekli solvent, basınçlı çözücü, süper-kritik akışkan, ohmik destekli ve vurgulu elektrik alan destekli özütleme ya da bunların kombine şekilde kullanımları olarak bilinmektedir (Kutlu ve diğerleri, 2017).

Modern özütleme yöntemlerinin içinde ultrases destekli özütleme (UÖ) en basit özütleme tekniklerinden biri olarak kabul edilmektedir (Garcia-Salas ve diğerleri, 2010). UÖ yöntemi, ultrasonik dalgaları kullanarak bitki hücre duvarında bozunmayı sağlayan, kütle transferini hızlandırarak istenen biyoaktif bileşenlerin geleneksel özütleme tekniklerine kıyasla daha kısa sürede, yüksek tekrarlanabilirlik ve daha yüksek verimle elde edilmesini sağlayan mekanik bir tekniktir. Ayrıca ticari açıdan düşünüldüğünde; daha düşük enerji sarfiyatı, endüstriyel ölçeğe uyarlanabilme, düşük sıcaklık, daha az çözgen kullanımı, çevreci olması gibi avantajlar sağlaması sebebi ile kullanımı son yıllarda yaygınlaşan bir teknoloji olarak karşımıza çıkmaktadır (Garcia-Salas ve diğerleri, 2010; Kumcuoğlu ve diğerleri, 2011; Bulduk ve Gökce, 2017; Tontul ve diğerleri, 2018; Şengül ve Topdaş, 2019). Özütleme işlemini; çözücü seçimi, sıcaklık, meyve:su (M:S) oranı, katı partikül büyüklüğü, süre, ultrases gücü gibi parametrelerin etkilediği bilinmektedir (Bakkalbaşı, 2001; Barbero ve diğerleri, 2008; Şenay, 2009; Yüksel, 2013; D'Alessandro ve diğerleri, 2014; Tao ve diğerleri, 2014; Chen ve diğerleri 2015b; Yalım Kaya ve Özdemir, 2015).

Optimum özütleme koşulunun iyi bir şekilde seçilmesi için birden fazla bağımsız değişkenin incelenmesi gerekmektedir. Birden fazla bağımsız değişkenin etkisinin aynı anda incelenmesinin güç olduğu söylenmektedir. Ancak yanıt yüzey metodu (YYM) bu sorunların üstesinden gelmektedir (Espínola ve diğerleri, 2011; Turan ve Altundoğan, 2011; Yılmaz, 2012). YYM; süreç faktörlerinin uzayını araştırmak için deneysel stratejilerin sonucu ve üzerinde etkili olan bağımsız değişkenler arasındaki ilişkiyi tespit ederek empirik modelleme yapılmasını sağlamaktadır. Ayrıca süreç faktörlerinin sistemin sonucunda istenilen etkiyi gösterdiği değerlerin bulunması için kullanılan optimizasyon tekniklerini içermektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010).

Bu alıřmanın amacı; yksek řeker ieriđine sahip atıl bir rn olan palmiye ađacı (*Washingtonia robusta*) meyvelerinden YYM ile geleneksel ve modern ztleme yntemleri kullanılarak řeker elde edilmesinde optimum kořulların belirlenmesidir.



2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Palmiye Ağacı

Palmiye ağacı tarih boyunca birçok kültürde barış, zafer ve verimlilik gibi değerleri gösteren bir sembol olarak kullanılmıştır. Bugün ise palmiye ağacı turizmin ve tropikal çeşitliliğin sembolü olarak kullanılmaktadır (Hazir ve Buyukozturk, 2013).

Palmiye ağaçları, Palmiyegiller (*Arecales: Arecaceae*) sınıfından olup geniş yapraklı bitkiler arasında yer almaktadır (Hazir ve Buyukozturk, 2013; Aslan ve Akan, 2019). Dünyanın subtropikal ve tropikal iklim bölgelerinde bu bitkilerin birçoğu kereste, inşaat, yakıt, süs eşyası ve gıda şeklinde kullanılan beş alt aileye ayrılmaktadır. Yaklaşık olarak 189 cins ve 2500 türe sahip olan bir bitki grubudur (Hazir ve Buyukozturk, 2013; Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019). Çoğu palmiye türünün yaşam alanı nemli tropik alanlarla sınırlı olmasına rağmen birkaç türün açık savanlarda ve çöl sahalarında da yetiştiği görülmektedir (Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019).

Türkiye'de yabancı menşeli bitki türlerinin kullanımının yaygın olduğu belirtilmektedir. Ülkemizdeki palmiye ağaçlarında olduğu gibi, ait olduğu ortamdan daha farklı bir ortamda büyüme ve gelişmesi istenen bitkilere yabancı menşeli bitkiler denmektedir (Söğüt, 2018). Türkiye'de palmiye ağaçları daha çok turistik kıyı şeridi bölgeleri boyunca yetişmektedir. Türkiye'de toprak pH'sı, toprak tuzluluğu, hava nemi ve rüzgar gibi ekolojik koşullar uygunsuzsa, bu bölgelerde 35 cins ve 112 tür palmiye ağacının yetişebileceği öngörülmektedir. Ülkemizde yetişebilmesi mümkün olan palmiye cinslerinden *Brahea*, *Butia*, *Chamaedorea*, *Chamaerops*, *Guihaia*, *Jubaea*, *Livistona*, *Nannorrhops*, *Phoenix*, *Rhapidophyllum*, *Rhapis*, *Sabal*, *Serenoa*, *Trachycarpus*, *Trithrinax* ve *Washingtonia*'nın en uygun cinsler olduğu söylenmektedir (Hazir ve Buyukozturk, 2013). Türkiye'de yaygın olarak dört cins ve beş tür palmiye ağacı görülmektedir (Esener, 1999; Coşkun, 2006; Söğüt, 2018). Ülkemizde bu palmiye türlerinin kentsel alanlarda yaygın olarak bulunduğu ancak kırsal alanlarda da olduğu belirtilmektedir (Söğüt, 2018). Marmara ve Karadeniz

Bölgelerinde *Trachycarpus fortunei*, Ege Bölgesinde *Washingtonia filifera* ve *Phoenix canariensis*, Akdeniz sahil kuşağında ise *Washingtonia robusta* ve *Phoenix dactylifera* yaygın olup gerek belediyeler, gerekse özel şahıslar tarafından söz konusu bölgelerde çok sık kullanım alanı bulmuş palmiye türleridir (Esener, 1999; Coşkun, 2006). Son yıllarda bunlara ek olarak *Arecastrum romanzoffianum* ve *Phoenix reclinata* türlerinin de ülkemizde yetiştiği bildirilmektedir (Söğüt, 2018).

Türkiye'de ticari amaçlı olmaksızın gölge, süs bitkisi ve eşyası olarak palmiye yetiştiriciliği yapılmaktadır (Hazir ve Buyukozturk, 2013). Belediyeler kısa sürede süs amaçlı olarak yüksek boylu yeşil doku oluşturmak için refüjlerde, park ve bahçelerde yetişkin, oldukça büyük ağaç ve çalıların dikimini gerçekleştirmektedir (Sönmez ve Gültekin, 2004). *Washingtonia robusta* H. Wendl. (İnce Vaşingtonya), sütun şeklinde dallanmayan gövdesi özelliğinden dolayı genellikle refüjler de kullanılmaktadır (Aslan ve Akan, 2019).

Palmiye ağacının en çok kullanılan kısımları olarak; meyveleri (%17,0-53,0), meyve yağları (%33,0), kökleri (%17,0-40,0), tohumları (%10,0-16,5), meyve çekirdeği (%9,5-18,0), yaprakları (%5,0-21,0), çiçekleri (%3,0-8,5) ve çiçek sapları (%6,0) olarak bildirilmiştir (da Silveira Agostini-Costa, 2018). *Areaceae* ailesi bitkilerinin genelinin kimyasal bileşiminde; diterpenler, triterpenler, steroidler, proantosiyanidinler, flavonoidler (kaempferol, quercetin, tricetin ve huteolin), saponinler ve eser miktarda alkaloidlerin de bulunduğu rapor edilmiştir (Benahmed-Bouhafsoun ve diğerleri, 2015). Palmiye ağaçları; yağlar, terpenoidler ve fenolik bileşikler bakımından zengin birçok faydalı yan ürünlerin elde edilmesini sağlamaktadır. Pek çok palmiyeden alınan mezokarp ve endokarp yağları; fitosteroller, karotenoidler-provitamin A, tokoller, E vitamini ve triterpen pentasiklitler gibi sağlığa faydalı olduğu bilinen bir dizi uçucu bileşik ve diğer terpenoidleri de içermektedir. Fenolik bileşikler arasında fenolik asitler, resveratrol, diğer stilbenler, antosiyaninler, flavonlar, flavonoller, dihidroflavonoitler, flavan-3-ol, prosiyanidinler ve liganlar palmiyenin farklı dokularında ve yoğun olarak meyve özü, tohum ve yapraklarda bulunduğu belirtilmektedir (da Silveira Agostini-Costa, 2018; Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019).

2.1.1. *Washingtonia robusta* (Meksika Yelpaze Palmiye) ağacı ve meyvesi

Washingtonia cinsinin *W. filifera* ve *W. robusta* olmak üzere iki türü vardır (Benahmed-Bouhafsoun ve diğerleri, 2015; Gomaa, 2019). Her iki tür de, ağaç gövde yapısı, dallanma, yapraklar, çiçeklenme ve meyve oluşumu açısından birbirine oldukça benzemektedir (Anonim, 2018b). *Washingtonia spp.* cinsi ağaçları; Güney Avrupa, Avustralya ve Türkiye'nin de içinde yer aldığı sıcak iklim bölgelerinde özellikle Kaliforniya ve Kuzeybatı Meksika'da yetişmektedir. Türkiye'de başta Akdeniz Bölgesi olmak üzere bütün sahil kıyı şeridinde ve hatta iç kısımlardaki bazı illerimizde yaygın bir şekilde orta refüj ağaçlandırılmasında peyzaj bitkisi olarak kullanılmaktadır (Coşkun, 2006; Coşkun ve Gökbudak, 2016; Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019, Çatıkkaş, 2019).

W. robusta sıcak-kuru iklimlerde ve yüksek besin içeriğine sahip topraklarda daha iyi büyümektedir (Felger ve Joyal, 1999; Coşkun, 2006; Garcia-Ortuño ve diğerleri, 2013). Aynı zamanda zayıf toprak, düşük sıcaklık (-5°C) ve düşük su seviyesine karşı dirençli olduğu söylenmektedir (Garcia-Ortuño ve diğerleri, 2013). Şekil 2.1'de görülen *W. robusta*'nın diğer adı ise Meksika yelpaze palmiye ağacı olduğu bildirilmektedir (Haynes ve McLaughling, 2000; Gomaa, 2019).

Meksikalı *Washingtonia*'nın bir türü olan *W. robusta* H. Wendl.'nin *Arecaceae* ailesine ait olup ithal edilerek Türkiye'de çoğaltıldığı söylenmektedir (Karut ve Kazak, 2005; Garcia-Ortuño ve diğerleri, 2013; Hazir ve Buyukozturk, 2013). Aslen bu palmiye türü Kuzeybatı Meksika'ya özgü olduğu belirtilmektedir (Garcia-Ortuño ve diğerleri, 2013; Benahmed-Bouhafsoun ve diğerleri, 2015). Meksikalı *Washingtonia robusta*, sadece nehir kıyılarında yetiştiği, ekolojik ve coğrafi olarak su kaynakları olan bölgelerle sınırlandırılabilirliği söylenmektedir (Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019). Türkiye'de *W. robusta* Akdeniz illerinde, Köyceğiz ve Dalaman'da yaygın olarak yetişir ancak Karadeniz, Marmara ve Ege bölgelerinde çok sık bulunmamaktadır (Hazir ve Buyukozturk, 2013).



Şekil 2.1 : *Washingtonia robusta* (Meksika Yelpaze Palmiye) ağacı.

W. robusta türü palmiye ağacı boyunun en kısa 1 m, en uzun ise 35 m ve taç çapının en küçük 1 m, en büyük ise 5 m olduğu belirtilmektedir (Garcia-Ortuño ve diğerleri, 2013; Kösa ve Karagüzel, 2016). *W. robusta*; kırmızımsı ince gövdeli, parlak-koyu yeşil büyük yapraklara sahip hızlı büyüyen bir palmiyedir (Şekil 2.2.A). *W. robusta* ağacı meyveleri, yaz aylarında ortaya çıkan beyaz aromatik çiçeklerin (Şekil 2.2.B) öncelikle yeşil-sarı renkli meyvelere dönüşümü (Şekil 4.2.2.C) daha sonra sonbaharda olgunlaşarak koyu kahverengi-siyah küçük meyvelere dönüşmesiyle oluşumunu tamamlamaktadır (Şekil 2.2.D). *W. robusta* ağacı meyvelerinin elipsoid şeklinde, 7,5-9,0 mm uzunluğunda, her meyvenin içerisinde bir adet tohum (meyve çekirdeği) bulunan, hurma benzeri (tatlı) tada sahip yenilebilir olduğu bilinmektedir (Coşkuner ve Gökbudak, 2016; Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019; Gomaa, 2019). *W. robusta* ağacı ve meyvelerinin; böcekler, sürüngenler, yarasa, rakun, çakal, gri tilki, birçok kuş ve göçmen kuş türleri gibi hayvanların beslenmelerinin önemli bir bölümünü oluşturan ve aynı zamanda birçok canlıya yaşam alanı sunan önemli bir tür olduğu söylenmektedir (Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019).



Şekil 2.2 : *W. robusta* türü palmye ağacı ve meyve oluşum evreleri (A) *W. robusta* ağacı, (B) Aromatik beyaz çiçeklerin oluşumu, (C) Yeşil-sarı renkli meyvelerin oluşumu, (D) Kahverengi-siyah renkli olgunlaşmış meyveler.

Ağacın istenen taç yüksekliğini sağlamak, sağlıklı taç gelişimine yardımcı olmak, kurumuş, hastalıklı, rüzgâr ve çeşitli yollarla zarar görmüş dalları uzaklaştırmak, taç hacmini küçültmek kök sisteminin gelişimini sağlamak için ağaç ve çalılarda budama işlemi yapılmaktadır (Sönmez ve Gültekin, 2004). Park, refüj ve bahçelerdeki *W. robusta* ağacı genellikle her 3-4 ayda bir budanarak daha hızlı büyüme oranı sağlanmaktadır (Garcia-Ortuño ve diğerleri, 2013). *W. robusta* türü ağacının yapraklarıyla beraber meyveleri de atıl bir ürün gibi görülerek budanmaktadır. *W. robusta* ağacının meyvelerinin ağaç zararlılarına yiyecek sağlaması ve meyvenin ticari bir katkısının olmadığı düşünüldüğü için gereksiz yere ağaçtan besin kullandığı belirtilmektedir. Olgunlaşmış meyvelerin dökülerek peyzajın istenmeyen

bölgelerinde çimlenmesi ve beton yüzeyini lekelemesinden dolayı ağaçta bulunan meyvelerde kurumuş ölü yapraklarla beraber budama işlemiyle ağaçtan uzaklaştırılması gerektiği söylenmektedir (Robinson, 2004). Meyveler ağaçtan toplanmadığı için her yıl yüzlerce ton meyve yerlere dökülerek veya belediye personeli tarafından ağaçların budanması sırasında kesilerek uzaklaştırılmakta ve ticari açıdan bir kullanım alanı oluşmadığı için genellikle yakılarak imha edilmektedir (Anonim, 2018a). *W. robusta* türüne ait palmiye meyvelerinin ticari olarak kullanıldığına dair bir literatür bilgisi bulunmamakla birlikte, yenilebilir tatlı bir meyveye sahip olduğunu ve 19. yy Amerika yerlilerinin meyveleri çiğ, pişirilmiş veya çeşitli şekillerde gıda olarak tükettikleri ifade edilmektedir (Felger ve Joyal, 1999; Haynes ve McLaughling, 2000; Anonim, 2018a). Literatüre göre günümüzde gerek gıda endüstrisinde gerekse atıl ürün değerlendirmede meyvenin henüz bir değerlendirme şeklinin olmadığı görülmektedir. Şimdiye kadar ülkemizde palmyelerin yeterince ilgi görmemesi, bu konudaki bilgi yetersizliğine, kaynak yokluğuna ve birçok yetiştirici yavaş büyüdükleri için bu bitkileri ekonomik açıdan görmeyip, üretimine girmemelerine bağlı olduğu düşünülmektedir (Anonim, 2018a).

Ülkemizde özellikle Akdeniz ve Ege sahil illerimizde yoğun bir şekilde palmiye ağaçlandırılması yapılmakla birlikte, yerel yönetimlerden kesin bir ağaç sayısı alınamamaktadır. Mazmancı (2011)'nın yapmış olduğu çalışmasında verdiği bilgilere göre Mersin Büyükşehir Belediyesi sınırlarında 13500 adet Meksika yelpaze palmiye ağacı olduğu ve palmiye ağaçlarının sayısının gelecekte daha da artacağı ifade edilmektedir. Araştırmacı çalışmasında palmiye ağaçlarının ortalama meyve veriminin 30 kg civarında olduğunu belirtmektedir. Bu açıdan bakıldığında sadece Mersin ili sahil şeridindeki park ve bahçelerden yılda 400 tondan fazla kurumuş meyvenin toplanabileceği öngörülmektedir.

Chandra-Sekhar ve De-Mason (1988) tarafından yapılan bir çalışmada; *Washingtonia* cinsinden biri olan *W. filifera* türünün endosperm ve embriyo proteinlerinin profilleri SDS-PAGE (sodyum dodesil sülfat-poliakrilamid jel elektroforez) kullanarak karşılaştırıldığını ve çalışma sonucunda endospermin, embriyoya kıyasla daha düşük miktarda protein içerdiğini bildirmişlerdir.

Star ve diğerleri (2003) yaptıkları çalışmada *W. robusta*'nın Meksika yelpaze palmyesi olduğunu ve *W. filifera* kadar soğuğa dayanıklı olmadığını, Kuzeybatı Meksika ve Baja Kaliforniya'da yaygın olarak görüldüğünü bildirmişlerdir. Hızlı

büyüyen, uzun boylu bir gövdeye sahip, yaprak saplarının uzunlukları boyunca keskin bir şekilde dişli ve yelpaze biçimli, parlak yeşil olduğunu belirtmektedirler. Kremi pembe çiçeklerinin genellikle yaz aylarında 3 m uzunluğundaki salkımlarda taşındığını ifade etmektedirler.

Hawari ve Mulligan (2006) çalışmalarında palmiye kabuklarından sülfürik asit (H₂SO₄) ile muamele sonucu aktif karbon üretimini gerçekleştirmişlerdir. Bu süreçte 600°C optimum sıcaklıkta palmiye kabuğu kökenli aktif karbonun geniş yüzey alanı ve yüksek gözenek hacmine sahip olduğunu belirtmişlerdir. Elde edilen aktif karbonun atık sulardan toksik maddelerin ve ağır metallerin gideriminde kullanılabilir çok iyi bir adsorban olduğunu ifade etmektedirler.

Nehdi (2011) tarafından yapılan çalışmada *Washingtonia* cisinden olan *W. filifera* türünün tohumlarından çıkarılan tohum yağı ve özellikleri yüzde olarak değerlendirilmektedir. *W. filifera* tohumlarının kompozisyonu; toplam karbonhidrat %77,19, yağ %16,30, protein %3,46, nem %3,22, kül %1,37 olduğunu bildirmektedir. Tohumda bulunan önemli majör elementler (tohum mg/100 g) ve miktarları sırasıyla kalsiyum (187,85), potasyum (67,33), magnezyum (34,35) ve fosfor (23,26) olduğunu belirtmektedir. Ayrıca *W. filifera* tohumu yağında; oleik, laurik, linoleik, miristik ve palmitik asit gibi yağ asitlerinin bulunduğunu ifade etmektedir. Bu çalışma sonucunda *W. filifera*'nın tohum yağının umut verici bir ürün olduğunu belirtmektedir. Bu özellikleri ve diğer arzu edilen fizikokimyasal özellikleri ile ilgili olarak, kozmetik ve gıda sanayinde bu bitkinin tohum yağının değerli olabileceği fikrini ortaya koymaktadır.

Benahmed-Bouhafsoun ve diğerleri (2015) *W. robusta*'nın yaprak sapları ve köklerinden elde edilen metanolik özütlerden toplam flavonoid ve polifenol içeriğini değerlendirmişlerdir. *W. robusta* yaprak sapları ve kökleri toz haline getirilip %80 metanol çözeltisi ile özütlenmeye tabi tutularak çeşitli kimyasal testler ve İTK (ince tabaka kromatografisi) çalışmalarının yapıldığını bildirmişlerdir. Fitokimyasal analizler ile flavonoidler, tanenler, kumarinler ve kinonlar bulunurken alkolitin tespit edilmediğini ortaya koymuşlardır. Toplam flavonoidlerin yaprak saplarında, köklere göre daha fazla olduğunu söylemektedirler. Bununla birlikte, polifenolik içerik bitkinin tüm kısımlarında hemen hemen aynı olduğunu belirtmektedirler.

Biyoetanol üretimi için fermente şekere olan ilginin artmasıyla birlikte dünya çapında yeni ve ucuz karbonhidrat kaynaklarına ihtiyaç duyulmaktadır. Yüksek

düzeyde fermente edilebilir şeker içeriğine sahip olan *Phoenix dactylifera L.* (Chniti ve diğerleri, 2017) ve *W. robusta* meyvesinden (Mazmancı, 2011) ticari maya (*Saccharomyces cerevisiae*) kullanılarak biyoetanol üretiminin yapıldığını söylemektedirler. Mazmancı (2011)'nın yapmış olduğu çalışmada bağımsız değişkenlerin farklı temas süreleri (1-24 saat), pH (2-12), sıcaklık (20, 30, 40, 50°C) ve otoklav ön işlemi (121°C, 10 dk, 1,2 atm) olduğunu bildirmekte ve elde edilen şeker içeriğinin yüksek performanslı sıvı kromatografisi (YPSK) ile başlıca fruktoz ve glikozdan oluştuğunu ifade etmektedir. Bu çalışmada fermente edilebilir şeker çözünürlüğü için en uygun sıcaklığın 50°C ve pH'nın da 6,8-7,1 aralığında olduğu, biyoetanol veriminin ise 71,42 g etanol/kg meyve olarak tespit edildiği bildirilmiştir.

Yapılan literatür araştırmasında *W. robusta* palmye ağacı meyvesiyle ilgili sınırlı sayıda çalışmaya rastlanmıştır. Son yıllarda literatürdeki çalışmalara göre palmye meyvelerinin kimyasal bileşiminde yenilebilir özellikle karbonhidrat bulunduğu belirtilmektedir (Armenta-Méndez ve diğerleri, 2019; Çatıkkaş, 2019). Meyve kabuğundaki şeker alındıktan sonra geriye kalan küspenin de iyi bir hayvan yemi olarak değerlendirilebileceği bildirilmektedir (Mazmancı, 2011; Coşkuner ve Gökbudak, 2016; Çatıkkaş, 2019). Coşkuner ve Gökbudak (2016) palmye meyvelerinin bütün, kabuk ve çekirdek kısımlarının bazı fiziksel özelliklerini incelemişlerdir. *W. robusta* meyvesinin kabuk ve çekirdek oranları sırasıyla %53,70 ve %46,30 (a/a) olduğunu söylemektedirler. Çatıkkaş (2019) bütün ve kabuk şeklinde kullandığı palmye meyvesinden oda koşullarında 16 saatlik geleneksel özütlemeyle 8-12°Bx aralığında elde edilen şıraları 65-72°Bx'e konsantre ederek şıradan sıvı pekmez üretimi yapıldığını belirtmektedir. Mevcut durumu ele alındığında *Washingtonia spp.* cinsine ait ağaçların meyvelerinin endüstriyel açıdan değerlendirme potansiyelinin yüksek olduğu söylenebilir ve bu konuda çalışmaların yapılması gerekmektedir.

Armenta-Méndez ve diğerleri (2019) *W. robusta* ağacının meyve kabuk ve çekirdeklerinde bulunan fitokimyasal bileşenleri üzerine yaptığı çalışmada; meyve çekirdeğinde %73,00 şeker, %7,40 protein, %8,40 nem, %4,30 kül, %8,70 yağ ve %0,20 kalsiyum bulunduğunu, siyanojenik glikozit içeriğinin ise 0,80 µg/g olarak belirlendiğini raporlamaktadırlar. Meyve kabuğunda da %71,00 şeker, %10,80 protein, %1,60 nem, %5,50 kül, %9,40 yağ ve %1,50 kalsiyum bulunduğunu ve siyanojenik glikozit içeriğinin ise 0,20 µg/g olarak tespit edildiğini belirtmektedirler.

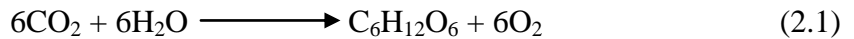
Alkoloidler, tanenler, saponinler, fenoller ve flavonoidler meyve tohumlarında, meyve kabuğundan daha fazla miktarda bulunduğunu bildirmektedirler. *W. robusta* meyve kabuğunun; yaban hayatı ve insan tüketimi için önemli bir şeker kaynağı ve doğal antioksidan olduğunu ifade etmektedirler. Palmiye türleri olan *mollis*, *W. filifera*, *Phoenix dactylifera* ve *W. robusta* yenilebilir meyvelerinin şeker içeriğinin sırasıyla %92, %77, %94 ve %71 olduğunu söylemektedirler.

Gamoo (2019) tarafından *W. robusta* meyve ve yağının fizikokimyasal özellikleri, yağ asitleri, tokofenoller ve fitosterollerin bileşimi açısından değerlendirildiğini belirtmektedir. *W. robusta* meyve içeriğinde karbonhidrat, lif, protein ve kül içeriği sırasıyla %47,00, %6,50, %5,00 ve %4,20 olduğunu bildirmektedir. Meyve çekirdeğinin %32,80 yağ içerdiğini söylemektedir. Yağda tespit edilen ana yağ asitlerinin; oleik (%64,80), palmitik (%14,40), linolenik (%5,20), araşidonik (%5,10), linoleik (%4,50), stearik (%4,30) ve miristik asit (%1,70) olduğunu bildirmektedir. Doymuş ve doymamış yağ asitlerinin ise sırasıyla %25,50 ve %74,50 olarak hesaplandığını belirtmektedir.

2.2. Şeker Elde Etmek için Kullanılan Özütleme Teknikleri

2.2.1. Şeker

Karbonhidratlar, doğada oluşan en bol ve çeşitli organik bileşiklerdir (Cui, 2005). Karbonhidratlar, insan beslenmesinde enerji alımının %40-80'ini oluşturan temel enerji kaynağıdır (Asp, 1994). Kapalı formülü $C_x(H_2O)_y$ olan organik bileşiğe karbonhidrat veya hidrat adı verilmiştir. Denklem 2.1'deki fotosentez işlemi sırasında karbonhidrat üretilmektedir (Cui, 2005).



Gıda karbonhidratları çok çeşitli molekülleri kapsar ve kimyasal yapılarına göre üç ana gruba ayrılmaktadır. Düşük moleküler ağırlıklı 'mono ve disakkaritler', ara moleküler ağırlıklı 'oligosakkaritler' ve yüksek moleküler ağırlıklı 'polisakkaritler' olarak bilinmektedir (Cui, 2005).

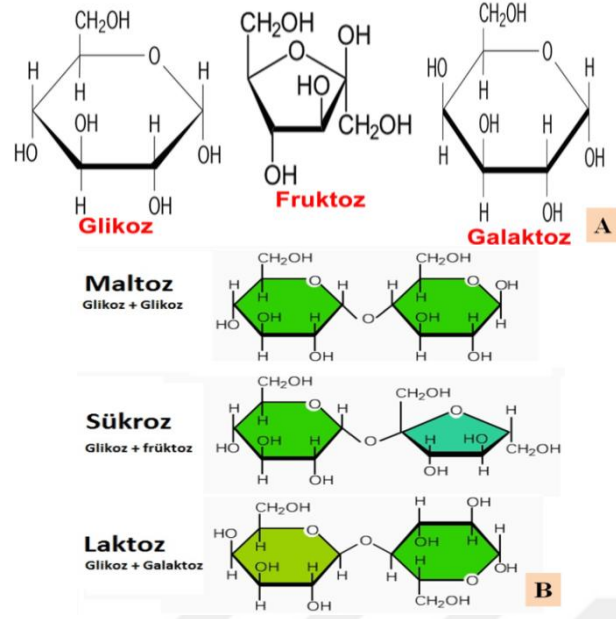
Gıdalarda bulunan en önemli temel karbonhidratların sınıflandırılması Çizelge 2.1'de verilmiştir (Asp, 1994). Gıdalardaki karbonhidratlar doğal bileşenler olarak bulunmaktadır ya da üretim sırasında bileşen veya katkı maddesi şeklinde çeşitli gıda formülasyonlarına eklendiği bildirilmektedir (Voragen, 1998). Beslenme

uzmanlarına göre gıda karbonhidratlarından kolayca kullanılan ve metabolize olanlar; mono-, di-, oligo veya polisakkaritler olarak ifade edilmektedir. Glikoz, fruktoz, sakkaroz, laktoz, dekstrin ve nişasta bunlara örnek olarak verilebilmektedir (Cui, 2005).

Çizelge 2.1 : Gıdanın bileşiminde bulunan temel karbonhidratlar (Asp, 1994).

Monosakkaritler	Disakkaritler	Oligosakkaritler	Polisakkaritler
		<u>α-Galaktozitler</u> -Rafinoz -Stakyo	<u>Nişasta</u> -Amilopektin -Amiloz -Modifiye gıda nişastaları
-Glikoz -Fruktoz -Galaktoz	-Sakkaroz -Laktoz -Maltoz	<u>Fruktanlar</u> -Fruktooligosakkaritler	<u>NOP (Nişasta olmayan polisakaritler)</u> -Selüloz -Hemiseluloz -Pektinler - β -glukanlar -Fruktanlar, örneğin inülin -Gamlar -Müsilaj -Algal polisakaritler

Şekil 2.3.A ve Şekil 2.3.B'de sırasıyla mono ve disakkaritlerin yapısı verilmiştir. Günümüzde, birçok şeker ve şeker alkolü (polioller), gıda ve gıda ürünlerinin çoğunun bileşenlerini oluşturmaktadır (Eliasson, 2006, s. 2).



Şekil 2.3 : Mono ve disakkaritlerin yapısı (A) Monosakkaritler, (B) Disakkaritler (Anonim, 2019a; Anonim, 2019b).

Şekerler tatlı bir tat sağlamakta olup, bu tatlılık hissi herhangi bir tatlandırıcı veya şekerin dil üzerindeki kemoreseptörlerle etkileşimi sonucunda oluştuğu bildirilmektedir. İnsan ve hayvanlar yiyecek seçimi sırasında gıdanın tatlılık özelliğinden etkilenmektedir. Şekerin, gıda alımı ve seçimi üzerindeki etkileri hem hedonik hem de fizyolojik özelliklerinin bir sonucudur (Anderson, 1995). Çizelge 2.2'de çeşitli gıdalardaki şekerlerin tanımlanmasına örnek çalışmalar verilmiştir.

Çizelge 2.2 : Atıl ve atık gıdalardaki şekerlerin tanımlanması ile ilgili yapılmış çalışmalara örnekler.

Materyal	Özütlenen Bileşen	Şekerleri Özütleme Süreci	Şeker Analiz Yöntemleri	Tespit Edilen Şekerler	Kaynak
Araticum Meyvesi (<i>Annona crassiflora Mart.</i>)	Şekerler	- %50 etanol (h/h)	- YPADK-DAA (yüksek performanslı anyon değişim kromatografisi- darbeli amperometrik algılama)	- Monosakkaritler (Fruktoz ve glikoz) -Oligosakkaritler (1-kestoz, 1F-b fruktofuranosilsitoz, maltotrioz, silotrioz, ksilopentaoz ve ksiloheksoz)	Arruda ve diğerleri, 2017
Muz Kabuğu (<i>Musa sapientum</i>)	Şekerler	- Sıcak %80 etanolden sonra, - MDS (Metanol/Diklorometan/Su çözeltisi) (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS (Sıvı kromatografisi kütle spektrofotometresi) ve İTK (İnce tabaka kromatografisi)	- Glikoz - Fruktoz - Sakkaroz - Maltoz	Chandraju ve diğerleri, 2011a
Narın (<i>Punica granatum L.</i>) Yenilebilir Olmayan Kısımları	Basit şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK (YPSK ile bulunan şekerleri doğrulama amaçlı)	- Laktoz - Glikoz - Mannoz - Maltoz - Arabinoz - Laktoz	Chandraju ve diğerleri, 2011b
Ananasın (<i>Ananas comosus</i>) Yenilebilir Olmayan Kısımları	Sıvı şeker	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Glikoz - Galaktoz - Sakkaroz - Ksiloz - Laktoz,	Chandraju ve diğerleri, 2011c
Badem Meyvesinin (<i>Prunus dulcis</i>) Dış Kabuğu	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK, - SK/KS, - İTK	- Galaktoz, - Sakkaroz, - Ksiloz	Chandraju ve diğerleri, 2011d

Çizelge 2.2. (devam) : Atıl ve atık gıdalardaki şekerlerin tanımlanması ile ilgili yapılmış çalışmalara örnekler.

Materyal	Özütlenen Bileşen	Şekerleri Özütleme Süreci	Şeker Analiz Yöntemleri	Tespit Edilen Şekerler	Kaynak
Şeker Elmasının (<i>Annona squamosa L.</i>) Yenilebilir Olmayan Kabuğu	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Laktoz - Sakkaroz - Galaktoz - Glikoz	Chandraju ve diğerleri, 2012a
Lif Kabağının (<i>Luffa acutangula</i>) Yenilebilir Olmayan Kısımları	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Laktoz - Galaktoz - Glikoz - Ksiloz	Chandraju ve diğerleri, 2012b
Papaya Kabuğu	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Glikoz - Maltoz - Fruktoz	Kumar ve diğerleri, 2012a
Mango Kabuğu	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Glikoz - Sakkaroz - Fruktoz	Kumar ve diğerleri, 2012b
Siyah Üzüm Kabuğu (<i>Vitis vinifera L.</i>)	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Glikoz - Fruktoz	Kumar ve diğerleri 2012c
Su Kabağı Kabukları (<i>Lagenaria siceraria</i>)	Basit şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Laktoz - Galaktoz - Sakkaroz - Glikoz	Kumar ve diğerleri, 2012d
Karpuz Kabuğu (<i>Citrullus lanatus</i>)	Şekerler	- MDS (0,3:4:1, h/h)	- YPSK - SK/KS - İTK	- Sakkaroz - Glikoz - Mannoz - Ramnoz	Kumar ve diğerleri, 2012e

Çizelge 2.2. (devam) : Atıl ve atık gıdalardaki şekerlerin tanımlanması ile ilgili yapılmış çalışmalara örnekler.

Materyal	Özütlenen Bileşen	Şekerleri Özütleme Süreci	Şeker Analiz Yöntemleri	Tespit Edilen Şekerler	Kaynak
Tatlı Portakal (<i>Citrus sinensis L.</i>) kabuğu	Karbonhidrat	- MDS	- YPSK - SK/KS - İTK	- Fruktoz - Galaktoz - Glikoz - Arabinoz - Ksiloz - Hemiselüloz %36,70 (mannoz, galaktoz, arabinozdan oluşmaktadır) - Selüloz %8,60 (glikozlardan oluşmaktadır)	Kumar ve diğerleri, 2016
Kahve Endüstrisi Kalıntıları	Hemiselüloz, Selüloz	- H ₂ SO ₄ ile özütleme	- YPSK	- Fruktoz (%32,00) - Glikoz (%32,50) - Sakkaroz (%0,40) - Maltoz(%0,72) - Toplam şeker (%66,00)	Mussatto ve diğerleri, 2011
Güneşte Kurutulmuş Korint Kuş Üzümü (<i>Vitis vinifera L. var. Apyrena</i>)	Şekerler	- %80 sulu etanol (h/h) ve sonikasyon işlemi	- YPSK		Nikolidaki ve diğerleri, 2017

Özütleme, şeker endüstrisinde üretim sürecinin ana aşamalarından biri olarak sayılmaktadır. Şeker (şeker pancarı veya şeker kamışı) ve nişasta (mısır veya patates) özütlenmesinin teknik süreçlerinde bazı benzerlikler olmakla birlikte bazı farklılıklar da bulunmaktadır. Benzerliklerden birinin şeker ve nişasta özütlenmesi sırasında ortam pH'sının 5,5-6,0 arasında olması şeklinde bildirilmektedir. Farklılıklardan biri ise mısırdan nişasta özütlenmesinde sıcaklık 50-55°C'de yapılırken, şeker pancarı ve kamışından şeker özütlenmesinde ise sıcaklığın 70-80°C olarak kullanıldığı raporlanmaktadır (Tzia ve Liadakis, 2003, Bölüm 8).

Liu ve diğerleri (2018b) *Paxillus involutus* vahşi mantarındaki polisakkaritlerin özütlenmesini YYM ile optimize etmektedirler. Optimizasyon işleminde Box-Behnken tasarım (BBT) seçildiğini belirtmektedirler. Optimum koşullarını 3 saat, 79°C'de ve çözücü:kati oranı ise 43,10 mL/g olarak belirlemektedirler. Optimize edilmiş koşullar altında polisakkarit özütleme verimi (ÖV)'nin %12,25 olduğunu bildirmektedirler. Polisakkaritlerin saflaştırılmasıyla, mannoz, glikoz, galaktoz ve fruktozun mol yüzdelerinin sırasıyla %2,80, 62,20, 25,40 ve 9,60 olduğunu ifade etmektedirler. Elde edilen saflaştırılmış polisakkaritin, fonksiyonel gıda ve tıbbi uygulamalar için doğal antioksidan ve immünomodülatör olarak kullanılabileceğini belirtmektedirler.

2.2.2. Özütleme

Gıda süreçlerinde özütleme, hammaddeden bir veya birden fazla değerli bileşenin ayrılması olarak tanımlanmaktadır. Özütleme teknikleri geleneksel ve modern özütleme olarak sınıflandırılabilir (Kutlu ve diğerleri, 2017). İdeal bir özütleme yöntemi; basit, ucuz, hızlı ve çevreci olmanın yanı sıra istenen bileşenin yüksek verimle elde edilmesini sağlayabilmelidir (Şengül ve Topdaş, 2019).

2.2.2.1. Geleneksel özütleme

Başta sokselet özütleme (SÖ) olmak üzere maserasyon ve perkolasyon işlemleri en çok kullanılan geleneksel özütleme yöntemlerini oluşturmaktadır. SÖ, katı-sıvı özütleme için kullanılan en eski ve en yaygın yöntemlerden biridir (Kutlu ve diğerleri, 2017). Franz von Soxhlet tarafından 1879 yılında geliştirilen ve 1980'lerin ortalarına kadar çok popüler olan SÖ günümüzde hala rutin olarak kullanılmaktadır. Ancak yöntemin hali hazırda otomasyona uygun olmaması, özütleme süresinin uzun

olması, yüksek çözücü tüketimi, deney örneklerinin hazırlanmasındaki zorluklar ve hammaddenin uzun süre yüksek sıcaklıkta kalması gibi dezavantajları bulunmaktadır (Büyüktuncel, 2012; Kutlu ve diğerleri, 2017). Katı-sıvı özütleme, kullanılan çözücü yardımıyla katıdan istenilen maddenin özütlenmesi işlemidir (Günyeli, 2012; Yılmaz, 2012; İlbaý, 2016). Katı-sıvı özütleme verimi; çözücü türü, pH, katı:sıvı oranı, partikül boyutu, sıcaklık ve süre gibi faktörlerden etkilenmektedir (İlbaý, 2016; Şengül ve Topdaş, 2019). Doğru çözücü seçimi hedef bileşenin özütlenebilmesi için önem arz etmektedir. Çözücünün polaritesi ve pH'sı özütleme işleminin yüksek verimliliği için oldukça önemlidir. Kütle transferine önemli etkisi olan katı:sıvı oranı özütleme verimini etkileyen parametrelerden biri olarak sayılmaktadır. Katı-sıvı özütlemeyi etkileyen diğer parametrelerden birinin de özütleme sıcaklığı olduğu söylenmektedir (İlbaý, 2016).

Katı-sıvı özütleme süreci gıda endüstrisinde şeker kamışı ve şeker pancarından şeker eldesinde, çözünebilir çay ve kahve üretiminde, balık, sebze, pirinç kepeği ve kuru kekikten esansiyel yağ eldesinde, protein ve protein konsantratlarının üretiminde, dut yapraklarından polisakkaritlerin, elma posası ve turunçgil kabuklarından pektin elde edilmesinde, nar kabuğu ve beyaz-kırmızı üzüm posalarından polifenollerin özütlenmesinde, kuru erik gibi meyvelerden meyve suyu üretiminde ve meyve suyu veriminin artırılması gibi çok geniş kullanım alanının olduğu bilinmektedir (Bakkalbaşı, 2001; Lakkakula ve diğerleri, 2004; Çam ve Hışıl, 2010; El Darra ve diğerleri, 2013; Rodriguez ve diğerleri, 2013; Álvarez-Casas ve diğerleri, 2014; Paes ve diğerleri, 2014; Chen ve diğerleri, 2015b; Lamanauskas ve diğerleri, 2015; Thirugnanasambandham ve diğerleri, 2015). Literatüre göre laboratuvar ölçekli çalışmalarda çeşitli hammaddelerden şeker özütlemeye kesikli sistem olarak GÖ yöntemlerinin daha çok kullanıldığı ve işlemin çoğunlukla sıcaklık kontrollü su banyosunda gerçekleştirildiği görülmektedir (Bakkalbaşı, 2001; Şenay, 2009; Kumar ve diğerleri, 2012b; El-Sharnouby ve diğerleri 2014; Yalın Kaya ve Özdemir, 2015). Katı-sıvı özütleme yöntemlerinin büyük miktarda çözücü gerektirdiği ve zaman alıcı olduğu söylenmekte, büyük miktarda kullanılan çözücünün sadece işletme maliyetini değil aynı zamanda çevresel sorunları da arttırdığı bildirilmektedir (Wang ve Weller, 2006).

Marakis (1992) keçiyoynuzu ekstraktını, *Rhizopus oligosporus* ve *Saccharomyces rouxii* mikroorganizma kültürleriyle muamele ederek, yüksek kaliteli bir sakkaroz

şurubu üretilebileceğini ortaya koymaktadır. Bu kültürlerin seçici şeker tüketimi ve tanen parçalama özelliğiyle keçiboynuzu ekstraktı içindeki indirgen şekerlerin tamamının ve tanenlerin %97'sinin giderilebildiği bildirmektedir. Keçiboynuzunda bulunan SÇKM'nin su ile özütlenerek elde edilebileceğini söylemektedir. Keçiboynuzu özütünün sıvı şeker ya da şeker şurubu olarak gıda endüstrisinde kullanılabileceğini ifade etmektedir. Literatürde keçiboynuzundan sakkaroz şurubu üretimi ile ilgili bir patentin olduğu görülmektedir (Diaz, 1995). Mevcut patente göre bu yöntemin berrak ve yüksek saflıkta bir sakkaroz şurubu üretimi için uygun olduğu öngörülmektedir.

Karkacıer (1994) tarafından yapılan çalışmada 20, 50 ve 85°C sıcaklık aralığında ve farklı su oranlarında keçiboynuzundan SÇKM özütleme denemeleri yaparak özütleme sıcaklığı ve M:S oranının verim üzerine etkisini incelemektedir. Yapılan çalışmada SÇKM'nin özütlenmesi üç farklı sıcaklıkta 5 aşamalı ve 5 tekrarlı olacak şekilde kademeli olarak gerçekleştirildiğini bildirmektedir. Bu sistemde 20, 50 ve 85°C'de sırasıyla %47,05, 54,88 ve 65,38 verim değerlerine ulaşıldığı ve optimum M:S oranının 1:9 olduğunu belirtmiştir.

Bakkalbaşı (2001) tarafından yapılan çalışmada dut kurusu örneklerinde ortalama TKM (toplam kuru madde), SÇKM, titrasyon asitliği, pH, ham selüloz ve toplam kül sırasıyla %91,20, %84,92, %1,92, 5,13, %2,74 ve %2,95 olarak saptandığını bildirmektedir. Dut kurusunun su ile çok aşamalı ters akışlı özütleme bataryalarında özütlenmesinde, sıcaklığın ÖV üzerine etkisinin araştırıldığını belirtmiştir. 20, 50 ve 70°C'de ÖV sırasıyla %68,62, %70,94 ve %70,37 olduğunu bildirmektedir. 20, 50 ve 70°C'de toplam kütle transfer katsayıları sırasıyla 2,91, 4,68 ve 5,52 mL çözelti/dk olarak hesaplandığını raporlamıştır. Dut kurusundan elde edilen özütlerin pekmez, şurup, pestil, dut suyu, sirke, etanol vb. ürünlere işlenmeye uygun olduğunu bildirmektedir.

Şenay (2009) tarafından yapılan çalışmada; M:S oranı, özütleme sıcaklığı, partikül boyutu, mayşe enzimi, karıştırma ve preslemenin verim üzerindeki etkisi incelenmiştir. Meyve suyu endüstrisinde kullanılan klasik durultma yöntemleriyle keçiboynuzundan 90°C özütleme sıcaklığında ve 1:4 M:S oranında oldukça açık renkli bir şeker şurubu üretildiğini ancak konsantre etme işleminden sonra üründe keçiboynuzunun yüksek polifenol içeriğinden kaynaklandığı düşünülen bir renk esmerleşmesi olduğunu söylemektedir.

Yüksel (2013) andız pekmezi üretiminde, özütleme aşamasını Box-Behnken tasarımı kullanarak YYM ile optimize etmiştir. Araştırmasında, özütleme prosesinde çalkalamalı su banyosu kullanarak, M:S oranı (g meyve:mL su), özütleme sıcaklığı (°C) ve özütleme süresi (dk) olmak üzere bağımsız değişkenlerin SÇKM (°Bx) üzerine etkilerini incelemiştir. Optimizasyon modelinin doğrulanması amacıyla optimum noktada (90°C özütleme sıcaklığında, 180 dk sürede ve 1:4 g meyve:su mL M:S oranında) tahminlenen SÇKM değerinin 9,22°Bx olduğunu bildirmektedir. Tahminlenen ve gözlemlenen SÇKM değeri arasında %99,92 oranında bir korelasyon olduğunu belirtmektedir. Elde edilen özütlerin pH, titrasyon asitliği, sakkaroz, glikoz ve fruktoz içeriklerinin sırasıyla 4,82-4,95, %0,07-0,18, 5,78-18,07 g/L, 8,33-23,78 g/L ve 9,15-26,12 g/L aralığında olduğunu söylemektedir. Özütlere ait toplam fenolik madde (TFM) miktarının 892,57-3968,37 mg/L olduğunu belirtmektedir. Ayrıca özütlerin toplam antioksidan aktivite (TAA) tayininde ABTS (2,2'-azinobis-(3-ethyl-benzothiazoline-6-sulfonic acid) ve DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) yöntemleri ile elde edilen miktarların sırasıyla 6,15-25,05 mM/mL, 7,96-24,70 µL/mg olduğunu bildirmektedir.

Yalım Kaya ve Özdemir (2015) tarafından yapılan çalışmada keçiboynuzu meyvesinden yüksek verim ve kalitede SÇKM özütlenmesi için meyve tanecik boyutu (X_1 : 0,30-3,67 mm), su:meyve (S:M) oranı (X_2 : 2,3-5,7 mL/g), özütleme sıcaklığı (X_3 : 15-75°C) ve özütleme süresi (X_4 : 44-196 dk) gibi bağımsız değişkenleri YYM kullanarak incelemektedirler. Bu bağımsız değişkenlerin etkileri, test edilen meyvenin su tutma kapasitesi ile meyve özütünün pH, berraklığı, ÖV ve SÇKM'ye göre incelenmiş olup korelasyon katsayısı (R^2), pH hariç diğer tüm bağımlı değişkenler için 0,77-0,97 aralığında olduğunu söylemektedirler. SÇKM (%) üzerinde en fazla etkiyi sıcaklık-süre etkileşiminin daha sonra ise S:M oranı ile sıcaklığın tek tek etkilerinin önemli olduğunu söylemektedirler. Yüksek SÇKM (%) için düşük S:M oranında, düşük sıcaklıklarda uzun süre veya kısa sürelerde yüksek sıcaklığın gerekli olduğunu tespit ettiklerini bildirmektedirler.

Geleneksel özütlemelerde karşılaşılan; uzun özütleme süresi, yüksek maliyet, yüksek saflıkta çözen ihtiyacı, büyük miktarlarda çözgenin buharlaştırılma zorunluluğu, düşük özütleme seçiciliği ve sıcaklığa hassas bileşenlerin termal bozunumu gibi olumsuzlukların giderilme çabaları, yeni özütleme tekniklerinin geliştirilmesine ihtiyaç göstermektedir. Günümüzde geliştirilen özütleme tekniklerinde aranan temel

özellikler; daha güvenilir kimyasalların kullanımı, enerji tasarrufu, yenilenebilir hammadde kullanımı, kirliliğin önlenmesi, kısaltılmış özütleme süresi, düşük maliyet ve kazaların önlenmesi şeklinde sıralanabilmektedir (Şengül ve Topdaş, 2019).

2.2.2.2. Ultrases destekli özütleme

Son 50 yılda özellikle bitkisel materyallerden biyoaktif maddelerin ayrıştırılmasında hem yüksek verim hem de kaliteli özüt elde edilebilmesi nedeniyle modern özütleme yöntemlerinin kullanılması önem kazanmaktadır. Mikrodalga destekli solvent, ultrases destekli, basınçlı çözücü, süper-kritik akışkan, ohmik destekli ve vurgulu elektrik alan destekli özütleme ya da bunların kombine olarak kullanımı örnek olarak verilebilmektedir (Azmir ve diğerleri, 2013; Kutlu ve diğerleri, 2017). Bu tekniklerden bazılarının Amerika Birleşik Devletleri (ABD) Çevre Koruma Ajansı'nın belirlediği standartlara uyduğu için '*yeşil özütleme teknikleri*' olarak kabul edildiği bilinmektedir (Azmir ve diğerleri, 2013).

Modern özütleme yöntemleri karşılaştırıldığında, ultrases destekli özütleme yönteminde kullanılan cihazın (çoğunlukla ultrasonik su banyosu) diğer sistemlere göre daha ucuz ve kullanımının daha kolay olduğu bilinmektedir (Whang ve Weller, 2006; Tavman ve diğerleri, 2009). Çizelge 2.3'te modern özütleme yöntemleri ile yapılmış özütleme çalışmalarına örnekler verilmektedir.

Çizelge 2.3 : Modern özütlenme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Yüksek Basınç Destekli Özütlenme	Beyaz üzüm posası	Polifenoller	- Çözücü - Sıcaklık - Çözücü oranı	- YYM ile optimizasyon - TFM miktarı - TAA - Toplam flavanoid miktarı - TFM miktarı	Álvarez-Casas ve diğerleri, 2014
	Nar kabuğu	Polifenoller	- Partikül büyüklüğü - Sıcaklık	- TAA - Toplam flavanoid miktarı - YPSK ile polifenollerin tespiti	Çam ve Hışıl, 2010
	Siyah havuç	Antosiyanin	- Asitlendirilmiş su - Sıcaklık (50, 75 ve 100°C)	- YPSK ile antosiyaninlerin tespiti	Gizir ve diğerleri, 2008
	Yaban mersini atıkları	Fenolik bileşikler ve antosiyaninler	- Çözücü çeşidi	- TFM miktarı - TAA - Toplam antosiyanin miktarı	Paes ve diğerleri, 2014
	Kırmızı soğan	Antosiyanin	- Sabit basınç - Sabit sıcaklık	- Verim - Degradasyon - Renk	Petersson ve diğerleri, 2010
	Mor tatlı patates	Antosiyanin	- Çözücü - Süre	- Toplam antosiyanin miktarı - YYM ile optimizasyon - TFM miktarı	Truong ve diğerleri, 2012
Üzüm posası	Antosiyanin	- Sabit basınç - Süre - Sıcaklık	- TAA - Toplam antosiyanin miktarı - Hidroksimetilfurfural (HMF)	Vergara-Salinas ve diğerleri, 2015	

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Ohmik Destekli Özütleme	Kırmızı üzüm posası	Polifenol	- Elektrik alan kuvvetleri (100 ve 800 V/cm) - Etanol/su oranı (%10, 20, 30 ve 50)	- Özütleme kinetiği - Toplam polifenol verimi	El-Darra ve diğerleri, 2013
	Pirinç kepeği	Esansiyel yağ	- Elektrik alan kuvvetleri (60, 100 ve 140 V/cm) - Nem içerikleri (%10.5, 21 ve 30)	- Özütleme verimi - Serbest yağ asidi	Lakkakula ve diğerleri, 2004
	Siyah pirinç kepeği	Antosiyanin	- Elektrik alan kuvvetleri (50, 100, 150, 200 V/cm) - Nem içerikleri (%30 ve 40)	- Kimyasal analizler (nem, kül, ham protein, yağ, toplam diyet lif) - Fiziksel özellikler (çözünürlük, renk ve yığın yoğunluk) - Toplam antosiyanin miktarı	Loypimai ve diğerleri, 2015
Vurgulu Elektrik Alan Destekli Özütleme	Yaban mersini	Meyve suyu verimi	- Elektrik alan kuvvetleri (1, 3 ve 5 kV/cm) - Süre (20 µs) - Kare dalga	- Toplam polifenol miktarı - Toplam antosiyanin miktarı - TAA	Lamanauskas ve diğerleri, 2015
	Kırmızı pancar	Betalain	- Elektrik alan kuvvetleri (375, 1000 ve 1500 V/cm) - Süre (100 µs) - Darbe sayısı (0 ve 20)	- Betalain miktarı - Aktivasyon enerjisi	Loginova ve diğerleri, 2011
	Mor tatlı patates	Antosiyanin	- Elektrik alan kuvvetleri (1 ve 5 kV/cm) - Süre (3 µs) - Darbe sayısı (3 ve 35)	- Özütleme verimi - Toplam antosiyanin miktarı	Puértolas ve diğerleri, 2013

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Süper-Kritik Akışkan Özütleme	Keçiboynuzu	Fenolik bileşik	- Basınç (15 ve 22 MPa) - Sıcaklık (40 ve 70°C)	- TAA - TFM miktarı - Özütleme verimi	Bernardo-Gil ve diğerleri, 2011
	Kurutulmuş kekik	Esansiyel yağ	- Basınç (35x10 ³ kPa) - Sıcaklık 35°C - Basınç (100, 200 ve 300 bar) - Sıcaklık (40, 50 ve 60°C)	- TAA	Rodriguez ve diğerleri, 2013
	Cennet hurması	Karotenoid	- Etanol oranı (%5, 15 ve 25) - Akış hızı (1, 2 ve 3 mL/dk) - Süre (30, 70 ve 110 dk) - Sıcaklık (50 ve 70°C)	- Özütleme verimi - Karotenoid miktarı	Zaghoudi ve diğerleri, 2016
	Vişne	- Antosiyaninler, - Fenolik asitler	- Süre (5 ve 12 dk) - Güç (350 ve 500 W)	- YYM ile optimizasyon - YPSK ile fenolik bileşiklerin tespiti	Garofulic ve diğerleri, 2013
Mikrodalga Destekli Çözücü Özütleme	Kiraz	Antosiyanin	- Saflaştırma - Sıcaklık (50 ve 150°C) - Çözücü (%50 ve 80, metanol:su) - Süre (5 ve 20 dk)	- YPSK ile antosiyaninlerin tespiti	Grigoras ve diğerleri, 2012
	Üzüm kabuğu	Antosiyanin	- Mikrodalga gücü (100 ve 500 W), - Özütleme hacmi (25 ve 50 mL) - Sıcaklık (125 ve 175°C) - Mikrodalga gücü (500 ve 1000 W)	- YPSK ile antosiyanin geri kazanımı	Liaqid ve diğerleri, 2011
	Pirinç tanesi	Fenolik bileşikler	- Süre (5 ve 15 dk) - Çözücü - Çözücü:kati oranı (20:1)	- YYM ile optimizasyon - YPSK ile fenolik bileşiklerin tespiti	Setyaningsih ve diğerleri, 2015

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Mikrodalga Destekli Çözücü Özütleme	Dut yaprağı	Polisakkaritler	- Mikrodalga gücü (50, 150, 250 W) - Süre (5, 10 ve 15 dk)	- YYM ile optimizasyon - FD-KS (Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi) ile polisakkarit analizi	Thirugnanasambandham ve diğerleri, 2015
	Yaban mersini	Antosiyanin	- Süre (2, 5, 8, 11, 14 dk) - Sıcaklık (30, 50, 70, 90 ve 110°C) - Etanol derişimi (%0 ve 100, h/h) - Katı:çözücü oranı (1:10 ve 1:50)	- Özütleme kinetiği	Zheng ve diğerleri, 2013
Ultrases Destekli Özütleme	Yeşil çay	Fenolik maddeler ve kafein	- Katı:su oranı (1:100, 2,5:100, 5:100 ve 10:100) - Sıcaklık (50, 60 ve 70°C) - Süre (5, 10, 20 ve 40 dk)	- SÇKM - pH - Renk - Bulanıklık - Çay kreması - Toplam fenolik - Kafein ve kateşin miktarı	Ateş, 2017
	Ahududu	Antosiyanin	- Katı:çözücü oranı - Ultrases gücü - Süre	- YYM ile optimizasyon	Chen ve diğerleri, 2007
	Şeker pancar melası	- Fenolik bileşikler - Antosiyanin	- Çözücü - Sıcaklık (20 ve 60°C) - Süre (30 ve 90 dk)	- TFM miktarı - TAA (ABTS) - Toplam antosiyanin miktarı	Chen ve diğerleri, 2015b

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Ultras Destekli Özütleme	Kestane gülü meyvesi (<i>Rose roxburghii</i>)	Polisakkarit	- Su:hammadde oranı (35, 40 ve 45 mL:g) - Özütleme sıcaklığı (70, 80 ve 90°C) - Ultras gücü (120, 140 ve 160 W) - Özütleme süresi (30, 40 ve 50 dk)	- Polisakkarit özütleme verimi - TAA - Optimizasyon	Chen ve Kan, 2018
	Sarı çarkıfelek meyve (<i>Passiflora edulis f.flavicarpa</i>) kabuğu	Pektin	- Sitrik asit konsantrasyonu (0,25, 0,50 ve 0,75 M) - Özütleme süresi (30, 60 ve 90 dk)	- Pektin özütleme verimi - YYM ile optimizasyon	Dos Santos ve diğerleri, 2017
	Böğürtlen	Antosiyanin	- Sıcaklık (25 ve 40°C) - Süre (15 ve 30 dk)	- TFM miktarı - Toplam antosiyanin miktarı - Toplam tanen miktarı - TAA (DPPH, FRAP)	Ivanovic ve diğerleri, 2014
	Kuşburnu (<i>Rosa canina L.</i>)	Toplam fenolik	- Özütleme süresi (30, 60 ve 90 dk) - Sıcaklık (30, 40 ve 50°C) - Etanol konsantrasyonu (%40, 70 ve 100, h/h)	- TFM içeriği - YYM ile optimizasyon	İlbay ve Kırbaşlar, 2013
	<i>Osmanthus fragrans</i> çiçeği	Antiosidanlar	- Etanol konsantrasyonu (h/h, %30, 40 ve 50), - Sıcaklık (50, 60 ve 70°C) - Süre (30, 35 ve 40 dk)	- TAA (ABTS)	Li ve diğerleri, 2016

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Ultras Destekli Özütleme	Çarkıfelek meyve kabuğu	Antioksidan	- Solisyon:kati oranı (10:1, 15:1, 20:1, 25:1 ve 30:1) - Ultrases gücü (500, 600, 700, 800 ve 900 W) - Süre (20, 30, 40, 50 ve 60 dk) - Tampon süresi (1,0, 1,5, 2,0, 2,5 ve 3,0 saniye) - Çözücü: hekzan/etanol karışımı	- Özütleme verimi - YYM ile Optimizasyon	Liu ve diğerleri, 2018a
	Kuru domates posası	Karotenoidler (all-trans-likopen, B-karoten)	- Statik basınç (0 ve 100 kPa) - Sıcaklık (25 ve 45°C) - Hekzan yüzdesi (%25 ve 75) -Ultrases özütleme süresi (10, 20, 30, 40, 50 ve 60 dk)	- Karotenoit özütleme verimi	Luengo ve diğerleri, 2014
	Satsuma mandalina kabuğu	fenolik bileşikler	- Sıcaklık (15, 30 ve 40°C) - Ultrases gücü (3,2, 8, 30 ve 56 W) - Ultrases gücü (4, 30 ve 56 W)	- Fenolik asitler ve miktarlarının tanımlanması	Ma ve diğerleri, 2008a
	Narenciye kabuğu (<i>Citrus reticulata</i>)	Fenolik bileşikler	- Süre (10, 25 ve 40 dk) - Sıcaklık (20, 30 ve 40°C)	- TFM içeriği - TAA - YYM ile optimizasyon	Ma ve diğerleri, 2008b

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Ultrases Destekli Özütleme	Üzüm çekirdeği	hemiselüloz	- Özütleme süresi (1, 2 ve 3 saat) - Katı:sıvı oranı (1:30, 1:50 ve 1:70, g:mL) - Potasyum hidroksit konsantrasyonu (1, 2 ve 3 M) - Süre (5, 40 ve 75 dk)	- Özütleme verimi - Ksiloglukan - Mannan - Ksilan	Minjares-Fuentes ve diğerleri, 2016
	Kırmızı lahana	Antosiyanin	- Özütleme sıcaklığı (40, 60 ve 80°C) - Etanol konsantrasyonu (%5, 40 ve 75)	- Toplam antosiyanin - YYM ile optimizasyon	Özdoğan, 2015
	Jaboticaba kabuğu (Myrciaria cauliflora)	- Fenolik asitler (ellagik asit), - Antosiyanin (siyanidin-3-O-glikozit)	- Ultrases su banyosu (25 kHz, 150 W, 2.7 L) - Süre (20 ve 60 dk) - Etanol:su oranı (12-38, h/h) (pH: 2 ve 5)	- SK/KS - YPSK	Rodrigues ve diğerleri, 2015
	Hindistan Myrabolan fındığı	Tanen	- Ultrases gücü (20 ve 100 W) - Sıcaklık (40 ve 70°C) - Süre (1 ve 5 saat)	- Tanen özütleme verimi	Sivakumar ve diğerleri, 2007
	Şarap tortusu	Fenolik bileşikler	- Süre (10, 20, 30, 40 ve 50 dk) - Sıcaklık (30, 40, 50 ve 60°C) - Çözücü:katı oranı (30:1, 40:1 ve 50:1)	- Optimizasyon - TFM miktarı - Toplam antosiyanin miktarı - YYM ile optimizasyon - TFM miktarı - Toplam flavanoid miktarı	Tao ve diğerleri, 2014
	Karadut şırası	Fitokimyasallar	- Enzim konsantrasyonu - Maserasyon süresi	- Toplam antosiyanin miktarı - Renk - Esmerleşme indeksi	Tchabo ve diğerleri, 2015

Çizelge 2.3 (devam): Modern özütleme yöntemleriyle yapılmış çalışmalara örnekler.

Yöntem	Matris	Özütlenen Bileşik	Bağımsız Değişken	Bağımlı Değişkenler	Kaynak
Ultras Destekli Özütleme	Çay bitkisi	Değerli bileşikler	- Ultases gücü 250 W - Sıcaklık 60°C - Süre 40 dk	- Çay polifenolleri - Amino asit - Kafein içeriği - Duyusal ve kimyasal kalite	Xia ve diğerleri, 2006
	Papaya kabuğu	Diyet lif polisakaritler	- NaOH konsantrasyonu (%0,6 ve %3,0) - Sıcaklık (30 ve 80°C) - Süre (10 ve 60 dk) - Su:kati oranı (10:1 ve 36:1) - Ultras gücü (125 ve 250 W)	- Polisakkarit özütleme verimi - YYM ile optimizasyon	Zhang ve diğerleri, 2017

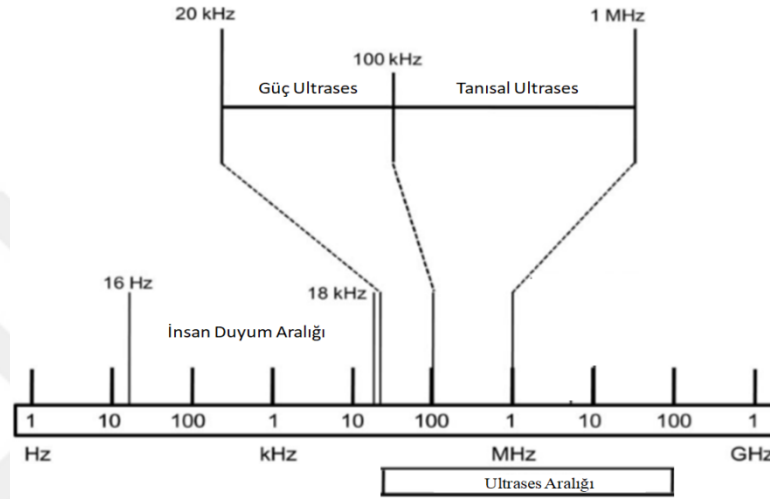
Gıda işleme yöntemlerinden biri olan ultrases tekniği gıda sanayinde, hücre parçalanması, özütleme, dondurma, enzim aktivitesinin inhibisyonu, emülsiyon, kurutma, kristalizasyon, filtrasyon ve gaz çıkarma amacıyla çok yönlü olarak kullanılan basit bir yöntem olduğu bilinmektedir (Sivakumar ve diğerleri, 2007; Rizvi, 2010; Ulusoy ve Karakaya, 2011; Özdoğan, 2015). Ultrases işlemi ısıl değil mekanik olarak yapılmaktadır (Ulusoy ve Karakaya, 2011; Özdoğan, 2015; Turgay ve Çelik, 2016; Kutlu ve diğerleri, 2017). Neredeyse son on yılda popülerlik kazanan UÖ yönteminin günümüzde bilimsel araştırmalarda sıklıkla kullanıldığı görülmektedir (Şengül ve Topdaş, 2019). UÖ en basit özütleme tekniklerinden biri olarak kabul edilmektedir (Garcia-Salas ve diğerleri, 2010). Son zamanlarda ultrases teknikleri bitkinin ve bitki tohumlarının farklı kısımlarından pektin, şeker, flavanoit, alkoloit, polisakkarit, yağ, protein ve fenoller gibi çeşitli fitokimyasalların özütlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Mason ve diğerleri, 1996; Ma ve diğerleri, 2008a; Rayman Ergün ve diğerleri, 2013; Algan Cavuldak ve diğerleri, 2016). Bu işlem ile yapılan özütlemelerde katı materyal üzerinde "sünger etkisi" oluşturulmaktadır. Ultrases titreşim hareketleri mekanik basınç dalgalarına neden olarak katının içindeki sıvının çıkmasına ve dış ortamdaki sıvının katının içerisine girmesine neden olmaktadır. Böylece daha verimli bir özütleme işlemi gerçekleştirilmektedir (Mulet ve diğerleri, 2003; Tavman ve diğerleri, 2009; Ulusoy ve Karakaya, 2011) Öte yandan katı materyalin sıkıştırılması ve genişletilmesi akışkan hareketi için uygun mikro kanalları oluşturabilmektedir (Mulet ve diğerleri, 2003; Azmir ve diğerleri, 2013). UÖ yöntemi, elastik bir ortamda yayılan mekanik ultrasonik dalgalardan oluşmaktadır. Bu mekanik dalgalarla bitki hücre duvarının parçalanmasıyla kütle transferi hızlandırılmaktadır. Böylelikle istenilen biyoaktif bileşenlerin elde edilmesinde geleneksel özütleme tekniklerine kıyasla kısa süre ve yüksek verime olanak sağlayan bir teknik olarak kabul edilmektedir. Ayrıca daha düşük enerji sarfıyatı, endüstriyel ölçeğe uyarlanabilme, düşük sıcaklık ve daha az çözügen kullanımı ile çevreci (yeşil özütleme) bir teknoloji olarak karşımıza çıkmaktadır (Garcia-Salas ve diğerleri, 2010; Algan Cavuldak ve diğerleri, 2016; Bulduk ve Gökce, 2017; Tontul ve diğerleri, 2018; Şengül ve Topdaş, 2019).

Gıda endüstrisinde ultrases uygulamaları ultrasonik prob (ultrasonik cihazın ucuna takılan hareketli kısım) ve ultrasonik su banyosu cihazları ile yapılabilmektedir (Rizvi, 2010; Chemat ve Khan, 2011; Özdoğan, 2015; İlbaý, 2016). Ultrasonik su

banyosu, en çok bilinen ve kullanılan ultrasonik cihaz türüdür (İlbay, 2016; Şengül ve Topdaş, 2019). Sesin gerçek etkisinin görülebilmesi için sıvı ortam içinde aktarılması gerekmektedir. Çünkü sesin havadan suya geçişi aynı verimlilikte etki yaratmamaktadır (Özdoğan, 2015). Ultrasonik cihazın kontrol ünitesi sayesinde zaman, güç, sıcaklık istenilen seviyeye ayarlanabilmektedir (İlbay, 2016). Ultrasonik su banyoları genellikle bir veya daha fazla ultrasonik dönüştürücü ile paslanmaz çelik bir tanktan oluşmaktadır. Ultrases banyoları genellikle 40 kHz civarı frekansta çalışmaktadır. Oldukça ucuz ve kolay erişilebilir olmalarının yanı sıra çok sayıda örnek ile aynı anda çalışma imkanı sunmaktadır. Bununla birlikte problu sistem ile karşılaştırıldığında; numuneye doğrudan gönderilen ultrases gücünün düşük olmasının sistemin dezavantajı olarak bildirilmektedir. Sisteme verilen ultrasonik yoğunluk, su ve analizde kullanılan cam malzemeler tarafından zayıflatılmaktadır. Son zamanlarda özütleme uygulamaları için bu olumsuzlukların sınırlandırıldığı 25 kHz'de çalışan yeni su banyosu sistemleri geliştirilmektedir. Bu banyolar, soğutma/ısıtma sistemleri sayesinde su dolaşımı ile sıcaklık kontrolünü sağlayan çift katmanlı bir manto ile donatılmış paslanmaz çelik bir reaktörden oluşmaktadırlar. Sistem, problu ultrases sistemine göre daha az verimlidir ancak cihazın kullanım kolaylığı ve aynı anda birden fazla numuneyi işleme alma imkanı nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır (Şengül ve Topdaş, 2019). UÖ sisteminde, ses dalgalarının etkisiyle ortam sıcaklığında artma görülmektedir. Bunun için özütleme cihazının soğutulması gerekmektedir (İlbay, 2016).

İnsanların algılayabildiği ses dalgaları Şekil 2.4'te görüldüğü gibi 16 Hz-18 kHz arasında iken; insanların duyma eşiğinin üzerinde fakat mikrodalga frekansının altında olan ultrases dalgalar yer almaktadır (Ulusoy ve Karakaya, 2011; Azmir ve diğerleri, 2013; Şengül ve Topdaş, 2019). Saniyede 20.000 veya daha fazla titreşimde dalga oluşturan enerji ultrases olarak tanımlanmaktadır (Ulusoy ve Karakaya, 2011; Rayman Ergün ve diğerleri, 2013; Özdoğan, 2015; Turgay ve Çelik, 2016; Bulduk ve Gökce, 2017; Kutlu ve diğerleri, 2017). Titreşim halindeki nesne, hareketini ortamdaki moleküllere aktarır ve her molekül bu hareketi komşu moleküle ileterek başlangıç konumuna geri dönmektedir (Tavman ve diğerleri, 2009). Yüksek frekanslı ses dalgası basınç farkları oluşturmakta ve mikroskobik boşluklara gaz ve buhar dolarak kabarcıklar oluşturmaktadır (Ulusoy ve Karakaya, 2011; Turgay ve Çelik, 2016; Bulduk ve Gökce, 2017; Kutlu ve diğerleri, 2017). Bu kabarcıkların

patlamasıyla kavitasyon oluşarak enerji açığa çıkmaktadır. Yani UÖ tekniği, katılarda mekanik sarsılmaya neden olarak istenilen bileşenlerin ayrılması esasına dayanmaktadır (Turgay ve Çelik, 2016; Bulduk ve Gökce, 2017; Kutlu ve diğerleri, 2017). Ultrases dalgalarının gıdanın kalitesini geliştirmede hızlı, etkili ve güvenilir bir alternatif metot olmasının yanı sıra, eşsiz fonksiyonelliği ile yeni ürün geliştirmede potansiyel bir güç kaynağı olarak kullanıldığı ifade edilmektedir (Tavman ve diğerleri, 2009; Ulusoy ve Karakaya, 2011).



Şekil 2.4 : Ultrases frekans aralıkları (Rastogi, 2011, s. 706).

Ultrases dalgaları hava içinden geçerken, basınçta değişimlere sebep olmaktadır. Moleküllerin sıkıştığı noktalarda basınç normal değerinin üstüne çıkarken, moleküllerin birbirinden uzaklaştığı noktalarda basınç normal değerlerinin altına inmektedir (Tavman ve diğerleri, 2009).

Herhangi bir zamandaki akustik basınç genliği (P_a), zaman (t) ve frekansa (f) bağlıdır. Akustik basınç genliğinin denklem 2.2'deki formül ile hesaplandığı bildirilmektedir.

$$P_a = P_A \sin 2\pi ft \quad (2.2)$$

Burada, P_A ise en yüksek basınç genliğini ifade eder.

Diğer bir önemli parametre ise ses şiddeti (W/cm^2) olup üretilen ses dalgasının enerjisini ifade etmek için kullanılmaktadır. Ultrases dalgaları düşünüldüğünde, farklı şiddet varyasyonları genliği değiştirilerek elde edilmektedir. Şiddetin mutlak tanımının, dalga tarafından birim alanda birim zamanda taşınan enerji olduğu bilinmektedir (Tavman ve diğerleri, 2009; Özdoğan, 2015).

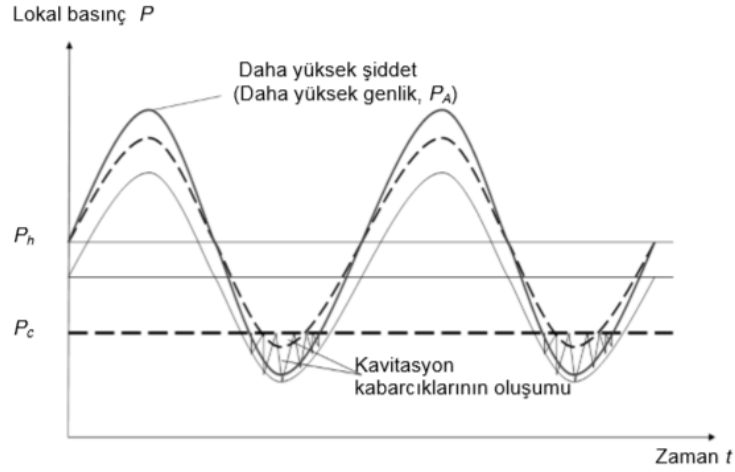
Eğer ortam sıvı ise, uygulanan akustik alan ortamda bulunan moleküllerin orjinal pozisyonlarında titreşmesine sebep olur ve ortamın basıncı (genellikle hidrostatik basınç, P_h) uygulanan akustik basınç genliği (denklem 2.2) ile birlikte artmaktadır. Herhangi bir zamanda oluşan yeni basınç (P) denklem 2.3'te verilmektedir.

$$P = P_h + P_a \quad (2.3)$$

Burada, P_a uygulanan akustik basıncı, P_h , hidrostatik basıncı ifade etmektedir.

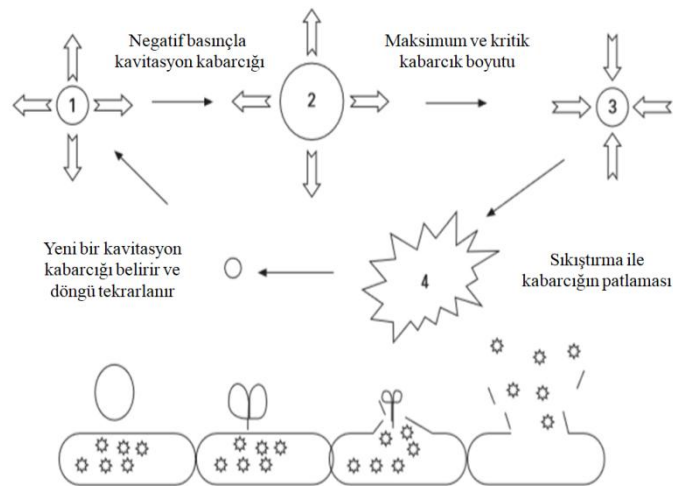
Basıncın pozitif olduğu sıkışma evresinde, moleküller arasındaki ortalama uzaklık azalır. Buna karşın gevşeme evresinde, moleküller arası ortalama uzaklık artar ve basınç negatif değerlere ulaşmaktadır. Basınç kritik değerin (P_c) altına düştüğünde (gevşeme evresinde gerçekleşir, $P_c = P_h - P_a$) moleküller arası ortalama uzaklık molekülleri bir arada tutma için gerekli olan kritik değerin üstüne çıkar ve sıvı kırılarak boşluk veya başka bir deyişle kavitasyon oluşmaktadır. Şekil 2.5'te negatif basınç kritik değerine (P_c) bağlı olarak kavitasyon kabarcıklarının oluşumu gösterilmektedir (Tavman ve diğerleri, 2009).

Şekil 2.5'teki kavitasyonlar, boşluklar veya kabarcıklar bir kez oluştuğundan sonra basınç en yüksek negatif değerine ulaşana kadar büyümektedirler. Basınç osilasyon sebebiyle sıkışma evresine gelerek pozitif değerlere ulaştığında, bu kavitasyon kabarcıkları çökmeye zorlanmaktadır (hacimleri küçülür, hatta bazıları tamamen kaybolur). Bu kabarcıkların tamamen veya kısmen çökmesi sonucu yaklaşık 50-1000 atm basınç ve 5000 K civarında sıcak noktalar oluşmaktadır. Oluşan sıcak noktalar kimyasal reaksiyon hızını önemli ölçüde arttırmaktadır (Tavman ve diğerleri, 2009; Azmir ve diğerleri, 2013; Özdoğan, 2015; Şengül ve Topdaş, 2019). Kabarcıkların katı materyal yüzeyinde çöküşü sonucu ortamda sıcaklık ve basıncın yükselmesi çok yüksek bir enerji açığa çıkararak şok dalgaları ve mikro-jetleri oluşturmaktadır (Mulet ve diğerleri, 2003; Sivakumar ve diğerleri, 2007; Tavman ve diğerleri, 2009; Rizvi, 2010; Şengül ve Topdaş, 2019). Kararlı ve geçici kabarcıklar olarak iki şekilde sınıflandırılan kabarcıklardan kararlı olanlar; birçok sıkışma-gevşeme döngüsüne maruz kalarak bir denge boyutu etrafında çoğunlukla lineer olmayan bir şekilde salınılmaktadırlar. Geçici kabarcıklar ise, bir veya birkaç döngü sonrası başlangıç büyüklüğünü iki katına çıkarmaktadırlar (Şengül ve Topdaş, 2019).



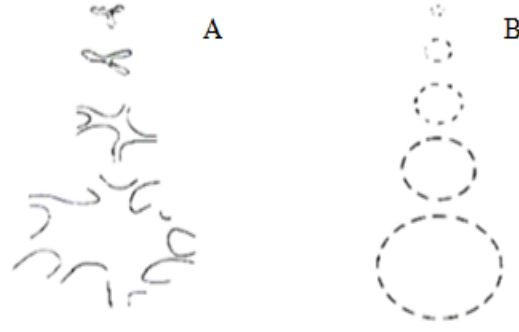
Şekil 2.5 : Kavitasyon kabarcıklarının oluşumu (Tavman ve diğerleri, 2009).

Şekil 2.6'da görüldüğü gibi oluşan mikro-jetler yüzeyde soyulma, erozyon, hücre duvarının yıkımı ve hücre içeriğinin dışarı sızmasına neden olmakta ve böylece çeşitli materyallerden doğal bileşiklerin özütlenmesi sağlanmaktadır (Wang ve Weller, 2006; Şengül ve Topdaş, 2019). Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) esas olarak hücre duvarlarının tahrip olması ve hücre içeriğinin salınması ile gösterilen ultrasesin mekanik etkilerine dair kanıt sağlamaktadır (Wang ve Weller, 2006). Ultrases uygulamasıyla hücre duvarı parçalandığından bu yöntemle yapılan özütleme işlemi diğer özütleme yöntemlerine göre daha hızlı olmaktadır. Ultrases dalgaları uygulaması özütleme kinetiğini ve özütleme kalitesini de artırmaktadır (Ulusoy ve Karakaya, 2011; Azmir ve diğerleri, 2013; Özdoğan, 2015).



Şekil 2.6 : Kavitasyon olayı ve ultrasesin doğal ürünlerin özütlenmesindeki etkisi (Rizvi, 2010).

Gıda bilimi ve teknolojisinde kullanılan ultrases dalgaları Şekil 2.7'de olduğu gibi enerji yoğunluklarına göre iki gruba ayrılmaktadır. Şekil 2.7.A'daki negatif basınç yüklü yüksek enerjili kabarcığın görüntüsü iken, Şekil 2.7.B'deki ise pozitif basınç yüklü düşük enerjili kabarcığın görüntüsü olduğu bildirilmektedir (Özdoğan, 2015). Şekil 2.4'te gösterildiği gibi yüksek frekanslı düşük güçlü ultrases (tanısal ultrases) 100 kHz'in üzerinde olup düşük yoğunluğa sahip oldukları söylenmektedir. Gıdaların kalite kontrolü, fizikokimyasal özelliklerinin belirlenmesinde kullanılır ve tahrip edici olmadıkları bilinmektedir. Düşük frekanslı yüksek güçlü ultrases (güç ultrases) ise 20-100 kHz aralığında değişen düşük frekansta ve yüksek yoğunlukta olan ultrases dalgalarına denmektedir (Mason ve diğerleri, 1996; Ulusoy ve Karakaya, 2011; Özdoğan, 2015; Algan Cavuldak ve diğerleri, 2016; Şengül ve Topdaş, 2019). Ortama salınan yüksek güçlü ses salınımının eşlik ettiği düşük frekanslı ultrases uygulamaları, mekanik etkiyi arttırıp ısı ve kütle transferini hızlandırarak özütleme ve gıda endüstrisi açısından uygulamayı daha etkin hale getirmektedir (Mulet ve diğerleri, 2003; Ulusoy ve Karakaya, 2011; Şengül ve Topdaş, 2019). Ayrıca düşük frekanslı ultrases emülsifikasyon, kristalizasyon, mikroorganizma ve enzim inaktivasyonu amacıyla gıda endüstrisinde kullanılmaktadır (Özdoğan, 2015). Yöntemin etki mekanizması ise katı materyalin mikron büyüklüğündeki gözeneklerine kısa sürede etki etmesiyle özütleme işleminin süresini ve maliyetini düşürme ayrıca düşük sıcaklıklarda daha verimli özütleme gerçekleştirmektir (Büyüktuncel, 2012; Algan Cavuldak ve diğerleri, 2016; Yaman ve Kuleaşan, 2016). UÖ yöntemlerinde elde edilen daha yüksek verim ve en az değişiklikle mevcut işleme ilave bir adım olarak işlemin yapılması endüstriyel açıdan büyük ilgi çekmektedir (Garcia-Salas ve diğerleri, 2010). Ultrases işlemi boyunca önce çözücü bitki hücresine difüzlenerak hücreyi şişirir daha sonra kavitasyon ile hücre duvarı yırtılarak hücre içindeki bileşimler çözücüye geçer. UÖ bitki hücresini parçalayıp, difüzyon ve ozmotik süreci hızlandırdığı belirtilmektedir (İlby, 2016). Bu olay özütleme hızını arttırmakla beraber özütleme verimini de arttırmaktadır (Mason ve diğerleri, 1996; İlby, 2016). UÖ çalışmalarında ÖV'de %6-35 arasında bir artış olduğu söylenmektedir (Garcia-Salas ve diğerleri, 2010).



Şekil 2.7 : Kaviteasyon kabarcıklarının davranışı (A) Negatif basınç yüklü yüksek enerjili kabarcık, (B) Pozitif basınç yüklü düşük enerjili kabarcık (Özdoğan, 2015).

Entezari ve diğerleri (2004) hurma şurubu özütlenmesi ve mikrobiyel özelliklerine ultrases etkisinin araştırıldığını bildirmektedirler. Çalışmasında %25 ultrases gücünde, 9:1 S:M oranı ve 15°C sıcaklığın hurma meyvesinden şeker şurubunun özütlenmesi için en uygun koşul olduğunu raporlamıştır. UÖ'nin daha kısa sürede yüksek verimli ve daha iyi kalitede ürün eldesinin gıda endüstrisinde çok önemli olduğunu belirtmektedirler. Meyvede var olan anti-mikrobiyal maddelerin ultrases dalgalarıyla etkinliğini arttırdığını ve yüksek yoğunluklu, düşük frekanslı (20 kHz frekanslı, güç ultrasesi) ultrases özütlemesinin özütteki toplam mikrobiyal yükü azalttığını bildirmektedirler.

Annegowda ve diğerleri (2011) UÖ'nin farklı zaman aralıkları (0, 15, 30, 45 ve 60 dk) ve farklı çözücülerle (metanol ve su) yıldız meyvesindeki fenolikler ve diğer antioksidan bileşikleri inceledikleri çalışmalarında, genel olarak metanolik özütlerin sulu özütlere kıyasla; antioksidan kapasite, flavonoidler, TFM ve tanenlerin daha yüksek miktarda özütlenebildiğini bildirmektedirler. 30 dk'lık ultrases işleminden sonra elde edilen metanolik özütün, değerlendirilen çeşitli parametreler açısından en iyi yanıt olduğunu kanıtlamaktadırlar. Ultrases yöntemlerinin, yıldız meyvesi özütlerindeki antioksidan bileşiklerin artırılmasında etkili olduğunu bildirmektedirler.

Kumcuoğlu ve diğerleri (2011) yapmış oldukları çalışmada salça üretimi sırasında oluşan domates atıklarından GÖ ve UÖ yöntemi ile likopen özütlenmesini incelemişlerdir. Araştırmada, likopen konsantrasyonun spektrofotometrik yöntem kullanılarak belirlendiği ve çözgen olarak %0,05 (a/h) bütillenmiş hidroksitoluen (BHT) içeren hekzan:etanol (2:1:1, h/h) karışımını kullandıkları görülmektedir. GÖ ve UÖ yöntemlerinde 35:1 (h/a) çözgen:kati oranı kullanmışlardır. GÖ yöntemiyle

likopen özütlenmesi 20, 40 ve 60°C olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta, 10, 20, 30 ve 40 dk süreyle gerçekleştirilirken, UÖ yöntemini ise 50, 65, ve 90 W ultrases güçlerinde 1, 2, 5, 10, 15, 20 ve 30 dk süreyle uygulamışlardır. Sıcaklığın, işlem süresinin ve ultrases gücünün özütleme işlemi üzerine olan etkisini incelemişlerdir. GÖ'de en verimli uygulamanın 60°C'de 30 dk'da gerçekleştiğini, UÖ'de ise yüksek verimlere daha kısa sürede çıkılabildiğini bildirmişlerdir. UÖ'de en yüksek 90 W güç ile 30 dk'da olduğunu ve likopen özütlenmesinde, UÖ hem süre hem de sıcaklık açısından geleneksel uygulamaya kıyasla daha avantajlı olduğunu bildirmektedirler.

Chen ve diğerleri (2015a) dut meyvesinden polisakkaritlerin ultrases destekli özütlenmesinde optimum koşulları belirlemek amacıyla tek faktörlü BBT uyguladıklarını söylemektedirler. Optimum koşullar olarak; S:M oranı (40,25 mL/g), özütleme sıcaklığı (69°C), ultrases gücü (190 W) ve özütleme süresi (75 dk) seçildiğini belirtmektedirler. Optimum koşullarda ÖV değerinin, %3,04'lük ön görülen değere göre %3,13 olarak tespit edildiğini bildirmektedirler.

Chen ve diğerleri (2015b) YYM kullanılarak, şeker pancarı melasından UÖ yöntemi ile fonksiyonel bileşenlerin özütlenmesinin optimize edildiğini belirtmektedirler. Merkezi kompozit tasarım (MKT), özütleme parametrelerinin TFM içeriği, TAA ve antosiyaninler açısından optimizasyonunu yapmaktadırlar. UÖ ile şeker pancarı melasından fonksiyonel bileşenlerin elde edilmesinde optimum koşulların; hidroklorik asit (HCl) konsantrasyonu 1,55-1,72 mol/L, etanol konsantrasyonu %57-63 (h/h), özütleme sıcaklığı 41-48°C ve özütleme süresi 66-73 dk olduğunu belirtmektedirler. Şeker pancarı melası özütünün optimum koşullarda öngörülen değerlerle tam olarak eşleşen deneysel verilerine bakıldığında TFM miktarı, TAA ve toplam antosiyaninler sırasıyla 17,36 mg Gallik Asit Eşdeğeri (GAE)/100 mL, 16,66 mg Troloks Eşdeğeri (TE)/g ve 31,81 mg/100 g olarak bulunduğunu belirtmektedirler.

Deng ve diğerleri (2015) tarafından yapılan bir araştırmada şeker elması (*Annona squamosa* L.) kabuğundan doğal antioksidanların geri kazanılması için UÖ yöntemi geliştirildiği bildirilmektedir. Doğal antioksidanların şeker elması kabuğundan geri kazanılması için çözücü konsantrasyonunu (%13,20-46,80), ultrases süresini (33,20-66,80 dk) ve sıcaklığını (43,2-76,8°C) optimize etmek için MKT kullandıklarını belirtmektedirler. TFM içeriği ($R^2= 0,9524$, $p<0,0001$), FRAP ($R^2= 0,9743$, $p<0,0001$) ve ABTS ($R^2= 0,9610$, $p<0,0001$) değerlerine ilişkin deneysel sonuçlarla

ikinci dereceden modellerin iyi bir şekilde uyduğunu raporlamaktadırlar. Optimum özütlenme koşulları, ultrases etki altında 42,54 dk boyunca, %32,68 aseton konsantrasyonu ve 67,23°C özütlenme sıcaklığında olduğunu söylemektedirler. Bu koşullar altında TFM miktarının en yüksek 26,81 mg GAE/g yaş ağırlık (YA) olduğunu bildirmektedirler. UÖ metodu özütlenme süresini belirgin şekilde düşürdüğünü ve GÖ'ye kıyasla özütlenme etkinliğini arttırdığını ifade etmektedirler.

Narváez-Flores ve diğerleri (2015) agave bitkisinden karbonhidratların özütlenmesinde ultrases gücünün ve sıcaklığın etkisini değerlendirmektedirler. Frukταν, toplam karbonhidrat ve invert şekerlerin özütlenme kinetiğinin farklı ultrases güçlerinde (28-49 mW/mL) ve sıcaklıklarda (20-40°C) yapıldığını bildirmektedirler. Frukταν, toplam karbonhidrat ve invert şeker özütlenmesinde ultrases ve sıcaklığın etkisinin olduğunu söylemektedirler. En yüksek fruktan, toplam karbonhidrat ve invert şeker içerikleri sırasıyla 7,20, 7,79 ve 0,54 g/100 g kuru madde (KM) olarak 49 mW/mL ultrases gücünde ve 40°C sıcaklıkta olduğunu bildirmektedirler. Frukτανların hacimsel kütle transfer katsayıları 0,0585-0,0834 s⁻¹ arasında değiştiğini bildirmektedirler ($R^2= 0,86-0,92$). Mikroskopi analizi sonuçlarına göre agave bitkisinin hücre duvarında hem düşük hem de yüksek sıcaklıklarda yüksek ultrases gücünde bir miktar hasar oluştuğunu belirtmektedirler.

Genel olarak özütlenme işlemlerinde yüksek özütlenme verimi için çözücü-katı temasını arttırmak yani gıda matriksinin nem içeriğinin düşürülmesi gerektiği bildirilmektedir. Özütlenme süresini kısaltmak için özütlenme sıcaklığının optimize edilmesi gerektiği söylenmektedir (Rizvi, 2010).

2.3. Yanıt Yüzey Metodu

Optimum özütlenme koşulunun iyi bir şekilde değerlendirilmesi için birden fazla faktörün incelenmesi gerekmektedir. Özütlenme parametrelerinin etkisinin değerlendirilmesi birden fazla faktörün yer aldığı durumlarda güç olduğu söylenmektedir. Yanıt yüzey metodu (YYM) bu sorunların üstesinden gelmektedir (Espínola ve diğerleri, 2011; Turan ve Altundoğan, 2011; Yılmaz, 2012). Örneğin süre, sıcaklık ve ikisinin birlikte yanıt üzerindeki etkileri araştırılıp optimum değerleri bulunabilmektedir. Sonuçlar üç boyutlu grafik halinde veya kontur haritası olarak ifade edilebilmektedir (Espínola ve diğerleri, 2011; Turan ve Altundoğan, 2011). YYM'nin birçok bilim dalında başarılı bir şekilde kullanıldığı aynı zamanda

gıda mühendisliği alanında gerçekleştirilen optimizasyon çalışmalarında çok faydalı olduğu söylenmektedir (Espínola ve diğerleri, 2011; Turan ve Altundoğan, 2011; Akben ve diğerleri, 2017).

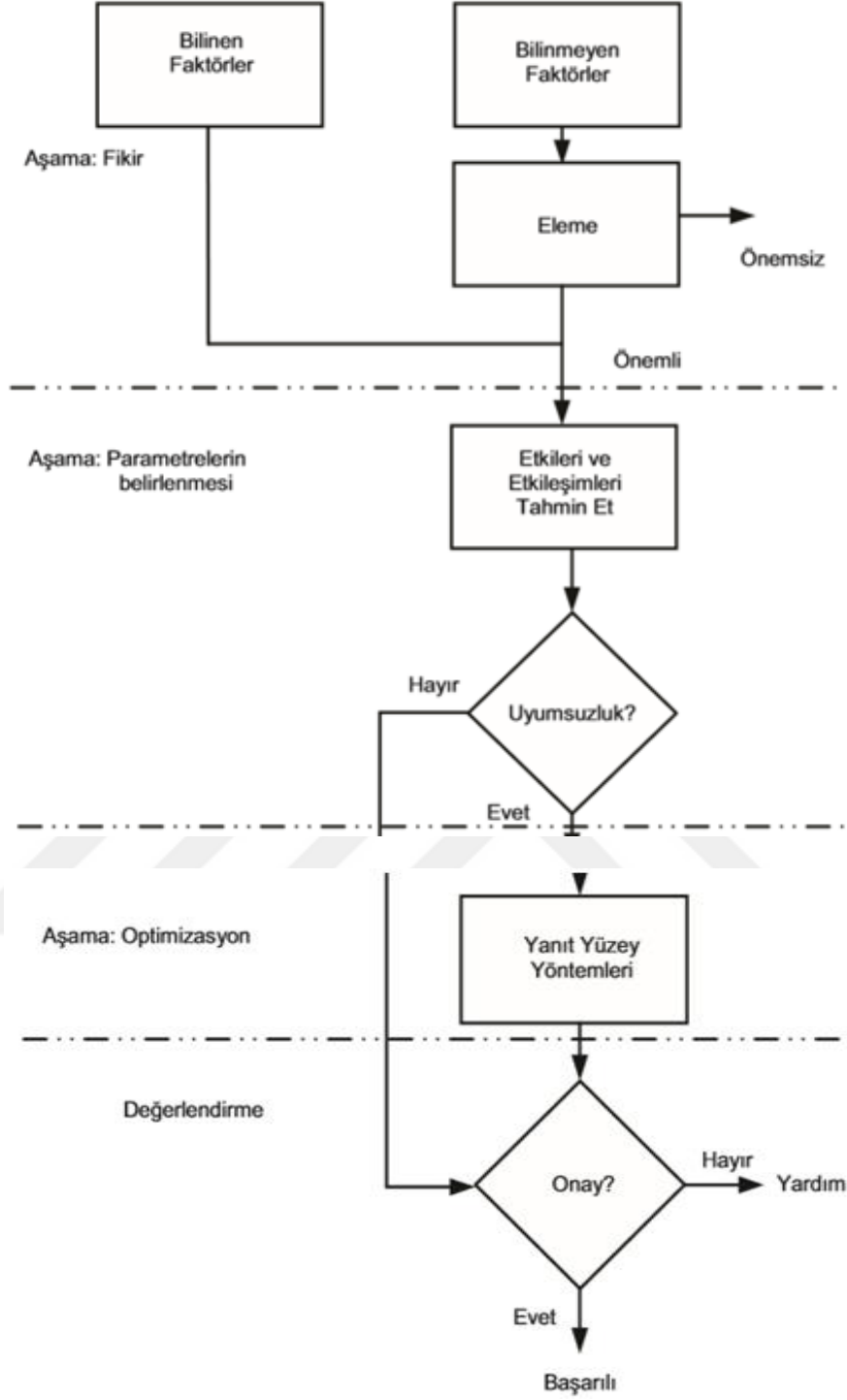
Ayrıca, YYM'nin şimdilik gıda bilimi ve teknolojisi alanında gıda işleme verim ve ürün kalite kabulünün yüksek olması için kullanılan tek ve benzersiz bir optimizasyon tekniği olduğu söylenebilmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010; Tunç ve diğerleri, 2014; Akben ve diğerleri, 2017). YYM, "Denemelerin Optimum Koşullara Ulaşması" ismi ile 1951 yılında Box ve Wilson tarafından ilk defa tanımlandığı ve geliştirildiği bilinmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010; Turan ve Altundoğan, 2011; Said ve Amin, 2015; Özdikiciler ve diğerleri, 2016). Box ve Wilson mümkün olan en az sayıda gözlem değeri ile yanıt yüzeyi üzerinde yanıt değişkeninin en yüksek değerini aldığı noktaya ulaşılması amaçlanan deneme desenlerini ortaya koymaktadırlar (Turan ve Altundoğan, 2011). Deneme desenlerindeki kodlanmış değerleri sistem denklem 2.4'e göre hesaplamaktadır (Özdoğan, 2015). YYM'nin temel avantajlarından biri, genellikle istatistiksel olarak kabul edilebilir sonuçlar verirken, geleneksel metodolojide gerekenden daha az sayıda deneysel kombinasyon kullanılarak gerçekte test edilmeyen faktör değeri ve bunların kombinasyonları hakkında tahmin yapabilmesidir (Espínola ve diğerleri, 2011; Turan ve Altundoğan, 2011; Tontul ve diğerleri, 2018; Güvercin ve Yıldız, 2018).

$$\text{Kodlanmış Değerler} = \frac{\text{Gerçek değer} - (\text{üst değer} + \text{alt değer})/2}{(\text{üst değer} - \text{alt değer})/2} \quad (2.4)$$

Süreçi etkileyen parametreler bağımsız değişkenleri sonuçlar ise bağımlı değişkenleri oluşturmaktadır (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010; Tunç ve diğerleri, 2014). YYM; süreç faktörlerinin uzayını araştırmak için deneysel stratejilerin sonucu ve üzerinde etkili olan bağımsız değişkenler arasındaki ilişkiyi tespit ederek empirik modelleme yapılmasını sağlamaktadır. Ayrıca süreç faktörlerinin sistemin sonucunda istenilen etkiyi gösterdiği değerlerin bulunması için kullanılan optimizasyon tekniklerini içermektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). Genel olarak YYM Şekil 2.8'de görüldüğü gibi üç aşamadan (eleme denemeleri, bölge araştırması ve işlemin veya ürünün optimizasyonu) oluşmaktadır. Eleme denemeleri, daha az sayıda ve daha verimli esas deneme yapılmasına olanak sağlamaktadır. İkinci aşama olan bölge araştırmasında amaç eleme denemeleri ile belirlenen bağımsız değişkenlerin sistemin

sonucunda oluřturdukları deęerlerin, optimum noktaya yakın sonular verip vermedięini belirlemektir. Üüncü ařaması ise iřlem optimum noktaya yaklařıldığında bařlamaktadır (Ko ve Kaymak Ertekin, 2010; Turan ve Altundoęan, 2011; Said ve Amin, 2015). Optimum bölge, sonuların izohips eęrilerinin çizilerek üst üste yerleřtirilmesiyle istenilirlik fonksiyonu (İ) veya lineer olmayan programlama yaklařımları kullanılarak belirlenmektedir. Gerek sonu fonksiyonu optimum nokta etrafında önemli bir eęrilik göstermektedir. Bu eęrilięin tahminlenmesinde lineer olmayan, genellikle ikinci dereceden polinomial, üssel veya eksponensiyel modeller kullanılmaktadır. Uygun bir model belirlendikten sonra, bu model optimum noktanın arařtırılmasında kullanılmaktadır (Ko ve Kaymak Ertekin, 2010).





Şekil 2.8 : YSM deneysel stratejisi (Turan ve Altundoğan, 2011).

YSM'de model regresyon analizi yardımıyla oluşturulmaktadır. Bir faktörün ana etkisinin veya diğer faktörlerle etkileşiminin yanıt değişkeninin değerlerinde ne derece önemli bir etkiye sahip olduğuna korelasyon katsayıları yardımıyla karar verilmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011; Güvercin ve Yıldız, 2018). Elde edilen fonksiyon deneysel verileri temsil etmekle birlikte, model uyumunun yüksek olması

büyük önem taşımaktadır. Bu amaçla çalışmalarda denklem 2.5'in esas alınacağı söylenmektedir.

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n) + e \quad (2.5)$$

Burada Y bağımlı yanıt değişkeni, f bağımsız değişkenler olarak bilinen kantitatif değişkenler olan X_1, X_2, \dots, X_n 'in fonksiyonu ve e ise hata terimi olmaktadır (Turan ve Altundoğan, 2011).

Deneysel çalışmaların tasarlanması ve optimizasyonda kullanılan tasarım türleri uygun bir yazılıma sahip paket programlar yardımıyla oldukça anlaşılır ve kolay hale gelmektedir. Söz konusu yazılımların bünyesinde oldukça fazla sayıda ve ihtiyaca göre düzenlenmiş YYM tasarımları mevcut olduğu bilinmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011; Özdikicierler ve diğerleri, 2016). İki-dört arasında bağımsız değişkeni olan bir optimizasyon çalışmasında YYM tasarımlarından olan MKT ve BBT en çok kullanılanlar olarak bilinmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011; Özdikicierler ve diğerleri, 2016; Güvercin ve Yıldız, 2018). Ayrıca tam faktöriyel, bir faktör (one factor), 3 düzeyli (Miscellaneous), D-Optimal, Distance-Based, User-Defined, Historical Data, pentagonal, hegzagonal, kullanıcı tanımlı tasarım vb. şeklinde tasarımlarda tercih edilebilmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011; İlbaý, 2016; Özdikicierler ve diğerleri, 2016).

Söz konusu tasarım yöntemlerinde hangisinin ihtiyacı karşılayacağı hususu önemli olup, araştırmacının yapacağı çalışma konusuna hakim olması ile yakından ilgili olduğu söylenmektedir. Çünkü çok çeşitli tasarım yöntemleri mevcut olup bunların tasarım kriterleri ve uygulama alanları farklılık göstermektedir. Örneğin MKT yöntemi kullanıcıya ana tasarım noktaları dışında da deneysel çalışma imkanı sağlayarak, parametreler arasındaki etkileşimin yüksek olduğu düşünülmektedir. Diğer taraftan faktöriyel tasarım yöntemi daha çok parametrelerin ana etkisini belirlemede ve doğrusal bir model denklemini elde edilmesini sağlamaktadır. Box-Behnken yöntemi de çok kullanılan tasarımlardan biri olup, sadece ana tasarım noktalarında deneylerin yapılmasını sağlamaktadır (Turan ve Altundoğan, 2011). Deneysel çalışmada değişkenlerin değerleri alt, üst ve orta değerlerden oluşmaktadır. YYM çalışmalarında ikinci dereceden denklemler en çok kullanılan denklemler olarak bilinmektedir. YYM ile sunulan ikinci dereceden model denklem 2.6'da gösterilmektedir.

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^3 b_i X_i + \sum_{i=1}^3 b_{ii} X_i^2 + \sum_{ij}^3 b_{ij} X_i X_j + e \quad (2.6)$$

Denklem 2.6'da Y bağımlı yanıt değişkeni, e hata, b_0 sabit bir katsayı olan denklemin kesim noktası, b_i lineer, b_{ii} ikinci derece, b_{ij} ikili etkileşim katsayılarıdır (İlbaý, 2016).

Yılmaz (2012) yapmış olduđu çalışmada meyve suyu atığı olan vişne posasından TFM özütlenmesinin YYM ile optimizasyonu için özütleme sıcaklığı, çözücü konsantrasyonu ve çözücü oranının; TFM, toplam antosiyanin miktarına ve antioksidan kapasitesine etkilerini incelemektedir. Zamana bağılı olarak TFM geçişini inceleyerek bir kinetik çalışma yaptığını söylemektedir. Optimum özütleme koşulları %48 etanol konsantrasyonu, 75°C sıcaklık, 11 mL/g çözücü oranı ve TFM için 60-100 dk, toplam antosiyanin miktarı için 40-60 dk özütleme süresi olarak belirtmektedir. Posada kalan fenolik maddelerin YPSK'de tanımlaması yapıldığını söylemektedir. Vişne posasında neoklorojenik, kafeik, p -kumarik, ferulik asit ve kateşin renksiz fenolik bileşenler; malvidin-3,5-diglikozit, siyanidin-3,5-di-O-glikozit, siyanidin-3-O-glikozit klorür ve siyanidin-3-O-rutiozit klorür antosiyaninler olarak tespit edildiğini bildirmektedir. Elde edilen bulgulara göre vişne posası atığının gıda katkı maddesi olarak kullanılabileceğini önermektedir.

Petigny ve diğeri (2013) yaptıkları çalışmalarında boldo bitkisi (*Peumus boldus Mol.*) yapraklarındaki flavonoidler, boldin gibi alkaloidlerin GÖ ve UÖ metoduyla özütlendiğini raporlamaktadırlar. UÖ'yi, bitki özütlenmesinin verimliliğini arttırmak, özütleme süresini azaltmak, aynı miktarda çözücü ve bitki materyali ile özüt konsantrasyonunu arttırmak için kullanıldığını bildirmektedirler. Özütlemenin, YYM ile optimize edilmiş koşullarının; 40 dk boyunca 23 W/cm² ultrases gücünde ve 36°C özütleme sıcaklığında olduğunu ortaya koymaktadırlar. UÖ yönteminin optimize edilmiş parametreleri; işlem süresi (120 dk yerine 40 dk), daha yüksek verim, daha fazla enerji tasarrufu, temizlik, güvenlik ve ürün kalitesi açısından GÖ'nün bir yöntemi olan maserasyona kıyasla daha iyi bir özütleme sağlamakta olduğunu bildirmişlerdir.

Yağcıođlu (2015) yapmış olduđu çalışmada adaçayıdan (*Salvia officinalis L.*) GÖ, UÖ ve mikrodalga destekli özütleme yöntemleri kullanarak antioksidan özütleme yaptığını belirtmektedir. YYM kullanarak her bir özütleme yöntemi için BBT ile optimum özütleme koşullarını belirlediğini bildirmektedir. Bağımsız değişkenler;

GÖ'de etanol konsantrasyonu (%60-80), özütleme süresi (60-120 dk) ve sıcaklık (40-60°C) UÖ'de etanol konsantrasyonu (%60-80), özütleme süresi (15-45 dk) ve sıcaklık (40-60°C), mikrodalga destekli özütlemelerde etanol konsantrasyonu (%60-80), özütleme süresi (30-90 dk) ve mikrodalga gücü (300-600 W) olarak seçildiğini söylemektedir. Sonuç olarak toplam flavonoid, TFM miktarı ve DPPH yöntemiyle TAA'yı belirlediğini bildirmektedir. GÖ yönteminde %60 etanol konsantrasyonu, 53,93°C özütleme sıcaklığı, 84,84 dk özütleme süresi olarak belirlenen optimum koşullarda özütlenen TFM, toplam flavonoid miktarı ve antioksidan kapasitesi sırasıyla, 3847,10 mg GAE/100 g KM, 3250,90 mg Kateşin Eşdeğeri (KE)/100 g KM, 506,28 mg TE/100 g KM olarak tespit edildiğini raporlamaktadır. UÖ'de %60 etanol konsantrasyonu 60°C özütleme sıcaklığı, 38,03 dk özütleme süresi olarak belirlenen optimum koşullarda özütlenen TFM, toplam flavonoid miktarı ve antioksidan kapasitesi sırasıyla, 4196,00 mg GAE/100 g KM, 3706,00 mg KE/100 g KM ve 496,88 mg TE/100 g KM olarak tespit edildiğini söylemektedir. Mikrodalga destekli özütlemelerde %60 etanol konsantrasyonu, 518,18 W mikrodalga gücü, 82,72 saniye özütleme süresi olarak belirlenen optimum koşullarda alınan sonuçlar ise TFM, toplam flavonoid miktarı ve antioksidan kapasitesi sırasıyla 6271,00 mg GAE/100 g KM, 5033,00 mg KE/100 g KM ve 493,22 mg TE/100 g KM olarak tespit edildiğini raporlamaktadır. Özütleme yönteminin veriminin en yüksekte en düşüğe doğru sırasıyla mikrodalga destekli, UÖ ve GÖ olarak yorumlanmaktadır.

Maran ve diğerleri (2015) tarafından yapılan çalışmada özütleme sıcaklığı (40-60°C), zaman (20-100 dk) ve M:S oranı (1:5, 1:10 ve 1:15, g:mL) gibi farklı özütleme koşulları altında, jamun meyvesi ve kabuklarından sulu özütleme yöntemi ile elde edilen renk maddelerinin çıkarılması incelenmiştir. Süreç değişkenlerinin sonuçlara (toplam antosiyanin ve renk) etkisini araştırmak ve optimize etmek için YYM'nin kullanıldığını ve optimizasyonda BBT'nin seçildiğini ifade etmektedirler. Toplam antosiyanin (10,58 mg/100 g) ve renklerin (10618,30 mg/L) özütleme verimini en üst düzeye çıkarmak için optimum özütleme koşulları: 44°C özütleme sıcaklığı, 93 dk özütleme süresi ve 1:15 (g:mL) M:S oranı olarak tespit edildiğini belirtmektedirler. Bu koşullar altında, elde edilen deneysel değerlerin tahmini değerlerle yakından ilişkili olduğunu söylemektedirler.

Çağdaş ve Seydim (2016)'in yaptıkları çalışmada üzüm çekirdeğindeki TFM'lerin su-etanol çözücüsü kullanılarak GÖ metodu ile özütlendiği görülmektedir. Özütleme

işlemi, etanol oranı (60-90 mL etanol/100 mL çözücü), üzüm çekirdeği konsantrasyonu (10-20 g/100 mL çözücü) ve işlem süresi (32-120 dk) olan bağımsız değişkenlerle gerçekleştirildiğini belirtmektedirler. Özütleme işlemi TFM miktarı, TAA ve bazı fenolik bileşenlerin miktarı için YYM kullanılarak optimize edildiğini ifade etmektedirler. Optimum özütleme koşulları en yüksek TFM (0,254 mg/g), gallik asit (0,14 mg/g), kateşin (0,06 mg/g), epikateşin (0,04 mg/g) ve TAA (67,90 µmol/mL) için 60 mL etanol/100 mL çözücü sistem (etanol-su), 20 g üzüm çekirdeği/100 mL çözücü, 109 dk özütleme süresi şeklinde olduğunu tanımlamaktadırlar. Genel olarak, konsantrasyon ve özütleme süresinin fenolik özütlenmesinde etki eden önemli parametreler olduğunu belirtmektedirler.

İlbay (2016) yaptığı çalışmada, greyfurt (*Citrus paradisi*) yaprakları ve meyve kabuğuna UÖ, solventsiz mikrodalga destekli özütleme, mikrodalga destekli özütleme, süperkritik akışkan özütleme yöntemleri uyguladığını ifade etmektedir. Geleneksel özütleme yöntemlerinden SÖ yönteminde kullandığını bildirmektedir. Özütleme işlemi sırasında, YYM kullanılarak özütleme süresi, özütleme sıcaklığı, çözücü türü, çözücü konsantrasyonu gibi özütleme parametrelerinin optimizasyonu yapıldığını söylemektedir. Optimizasyon sonucunda, en yüksek TFM miktar ve TFM miktarının üretim hızını veren optimum reaksiyon koşullarıyla beraber, en iyi özütleme yöntemini belirlendiğini belirtmektedir. Optimum özütleme koşullarında uygulanan greyfurt yapraklarının morfolojik yapısı SEM cihazı ile belirlendiğini söylemektedir. Ayrıca, her bir yöntemde tüketilen elektrik enerjisini hesaplamaktadır. En yüksek TFM miktarı 28,99 (mg GAE/g KM) ve naringin miktarı 117,08 (mg naringin miktarı/g KM) greyfurt yapraklarına uygulanan ultrases destekli özütleme yönteminde elde edildiğini rapor etmektedir. Elektrik enerjisini en az tüketen yöntemin 0,02 kWh ile mikrodalga destekli özütleme yöntemi olduğunu söylemektedirler.

Bulduk ve Gökce (2017), YYM ile biberiye yapraklarından UÖ metoduyla biyolojik olarak güçlü bir antioksidan olan rosmarinik asit özütlenmesi koşullarını çalışmışlardır. En yüksek rosmarinik asit düzeyi (%6,77) için öngörülen optimum koşullar %34,37 etanol konsantrasyonu, 37,15 dk özütleme süresi ve 73,38°C özütleme sıcaklığı olarak tespit edildiğini raporlamaktadırlar. Özütleme süresi ve sıcaklığın rosmarinik asitin özütlenme verimliliği üzerinde belirgin bir etkiye sahip olduğunu belirtmektedirler. Özütleme sıcaklığının etkisi, çözücü konsantrasyonunun

veya sürenin etkisinden daha büyük olduğunu yorumlamaktadırlar. Belirlenen optimum koşullarda, deneysel değerler tahminlenen değerlere çok yakın olduğunu bildirmektedirler.

Aysel ve diğerleri (2017) çilek meyvesinden fenolik maddelerin özütlenmesi üzerine mikrodalga destekli özütleme etkisinin çalışıldığını belirtmektedirler. Özütleme koşullarını optimizasyonunda YYM kullandıklarını belirtmektedirler. Optimizasyon işleminde MKT'nin seçildiğini söylemektedirler. Mikrodalga gücü (100-300 W), özütleme süresi (2-16 dk) ve çözgen:numune oranı (5:1-25:1 mL:g) gibi bağımsız değişkenlerin ÖV ve TFM içeriği üzerine etkilerini belirlemek için kullanıldığını bildirmektedirler. Optimize edilmiş koşullar; 265 W mikrodalga gücü, 2 dk özütleme süresi ve 24:1 (mL:g) çözgen:numune oranı olarak belirlendiğini raporlamaktadırlar. Optimum koşullar altında, tahmin edilen en yüksek ÖV ve TFM miktarı sırasıyla %8,23 ve 19,65 mg GAE/g KM olduğunu raporlamaktadırlar. Optimum şartlarda üretilen özütlerin 2,30 mg siyanidin-3-glikozit/g KM toplam antosiyanin içerdiğini söylemektedirler. Optimum şartlarda üretilen özütlerin TAA tayininde DPPH (DPPH'nin %50'sini inhibe eden konsantrasyon, EC₅₀ değeri) ve FRAP yöntemleri ile elde edilen miktarların sırasıyla 1,67 mg kuru çilek/mL ve 197,83 µmol TE/g KM olduğunu bildirmektedirler.

Kutlu ve diğerleri (2018) yaptıkları çalışmada likapa meyvesinden TFM özütlenmesinde mikrodalga gücü, katı konsantrasyonu ve süresinin TFM, renk değerleri ve dielektrik özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Süreç değişkenlerinin YYM kullanılarak optimize edildiğini bildirmektedirler. Likapa'dan en yüksek TFM miktarının, 360 W mikrodalga gücü, %15 katı konsantrasyonu ve 3,5 dk özütleme koşullarında elde edildiğini raporlamaktadırlar. Ayrıca, dielektrik özellikleri arasında anlamlı fark bulunmadığını ifade etmektedirler.

Literatür taraması yapıldığında fenolik ve antioksidan özütleme koşullarında optimizasyon ile ilgili birçok çalışma bulunurken, şeker özütleme koşullarının optimizasyonu hakkında yapılmış sınırlı sayıda çalışma olduğu gözlenmiştir.

Yin ve Dang (2008) yaptıkları çalışmada özütleme süresinin, sıcaklık, su:hammadde oranı ve özütleme sayısının *Lycium barbarum* polisakkaritlerinin özütleme verimi üzerindeki etkilerini YYM kullanarak incelediklerini ve optimum koşulların; 5,5 saat özütleme süresi, 100°C özütleme sıcaklığı, 31,20 su:hammadde oranı ve 5 özütleme sayısı olarak tespit edildiğini bildirmektedirler. Belirlenen optimum koşulda

polisakkarit ÖV değerinin %23,13 olduğunu ve sonucun doğrulama deneyleriyle doğrulandığını söylemektedirler.

Zhang ve diğerleri (2015) *Rubus chingii* Hu meyvesi ve yapraklarından polisakkaritleri özütledikleri çalışmalarında, yapraktan elde edilen polisakkaritlerin biyoaktivitelerinin, meyvesinden elde edilene kıyasla daha iyi olduğunu bildirmektedirler. Polisakkaritlerin yapraktan özütlenmesi koşullarının optimizasyonu için YYM kullanıldığı belirtmektedirler. Meyve ve yapraklardaki polisakkaritler tanımlamışlar ve bunların toplam şeker, protein ve üronik asit içeriklerini karşılaştırdıklarını belirtmektedirler. Meyve ve yapraktan gelen polisakkaritlerin toplam şeker, protein ve üronik asit içerikleri bakımından önemli ölçüde farklı olduklarını ifade etmektedirler. Bu farklılığın biyolojik aktivitelerdeki farklılıklardan olabileceğini yorumlamaktadırlar.

Bayar ve diğerleri (2017), YYM kullanılarak *Opuntia ficus indica*'dan pektinin UÖ metodu ile özütlenmesini incelemektedirler. Süreç değişkenleri pektin özütleme verimini arttırmak için MKT ile optimizasyonu gerçekleştirdiklerini belirtmektedirler. Elde edilen optimum koşullar; 71 dk ultrases özütleme süresi, 70°C sıcaklık, 1,5 pH ve 30 mL/g su:hammadde oranı olarak belirlemektedirler. Optimum koşulda deneysel özütleme verimi %18,14 iken öngörülen değer ise %19,06 olarak doğrulandığını bildirmektedirler. Bu nedenle UÖ daha kısa sürede ve düşük sıcaklıklarda elde edilen yüksek verimliliği sayesinde GÖ metodlarına alternatif olduğunu belirtmektedirler.

Ji ve diğerleri (2018) *Ziziphus jujuba cv. muzao* meyvesinden polisakkaritlerin özütlenmesi için ultrases destekli sulu iki fazlı (etanol/amonyum sülfat) özütleme yaptıklarını belirtmektedirler. Çözücü:meyve oranı, sulu iki fazlı sistemin bileşimi, özütleme süresi ve sıcaklığın ÖV üzerindeki etkilerini belirlemede YYM'nin kullanıldığını bildirmektedirler. Optimum koşulların; sulu iki fazlı bileşimi (%29 etanol, %15 amonyum sülfat), 38 dk özütleme süresi, 48°C özütleme sıcaklığı, 30 (mL:g) çözücü:kati oranı ve 70 W ultrases gücü olarak belirlendiğini ve optimum koşuldaki en yüksek ÖV %8,18 olarak hesapladıklarını söylemektedirler.

Wang ve diğerleri (2018a) *Glycyrrhiza uralensis* geleneksel Çin bitkisindeki aktif bileşen olan ham polisakkaritlerin UÖ koşullarını MKT ile optimize ederek polisakkarit fraksiyonlarının fizikokimyasal özellik, monasakkarit kompozisyonu, moleküler ağırlık, yapı özellikleri ve TAA'yı incelemektedirler. Optimum özütleme

süreçinin 85°C, 1:13 g:mL katı:sıvı oranı, 600 W ultrses gücü olduğu zaman polisakkarit özütleme veriminin en yüksek %4,23'e ulaştığını söylemektedirler. Ayrıca bu özütlenen polisakkaritlerin güçlü bir TAA'ya sahip olduğunu belirtmektedirler.

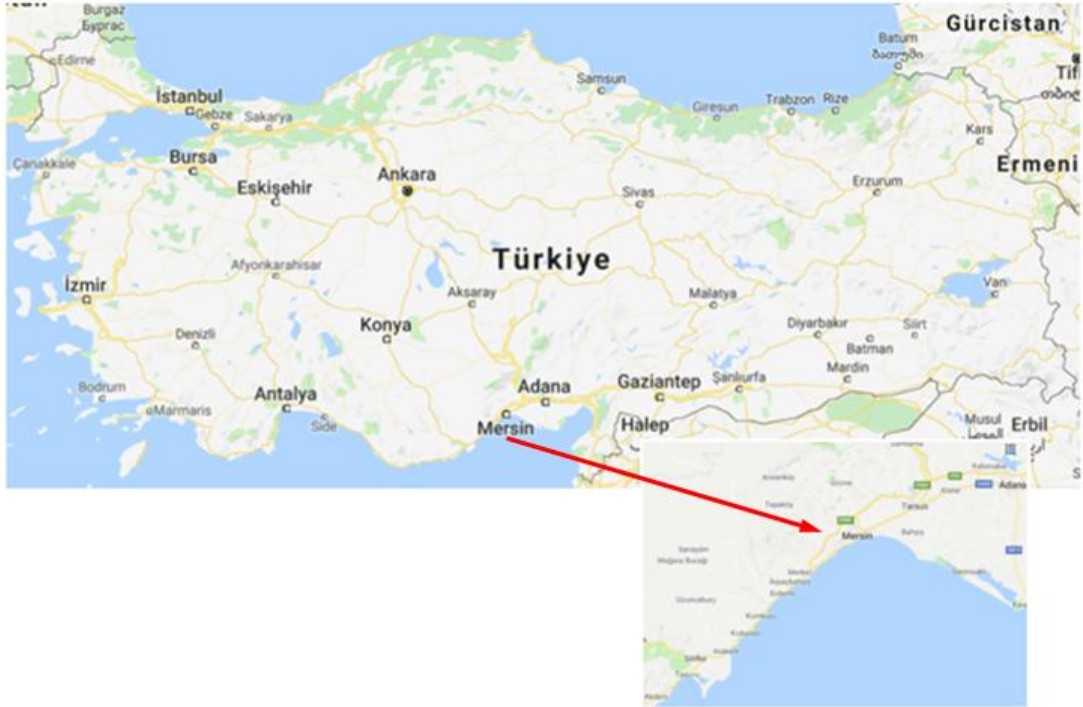
Wang ve diğerleri (2018b) banya meyvesinden UÖ metodu ile polisakkarit özütlenmesi YYM kullanılarak gerçekleştirildiğini belirtmektedirler. Optimum koşulda 59°C özütleme sıcaklığı, 522 W ultrases gücü ve 30 dk sürede en yüksek %10,35 özütleme verimine ulaşıldığını bildirmektedirler.

Yin ve diğerleri (2018) yaptıkları çalışmada *Lentinus edodes* Polisakkaritlerini özütlemek için enzimler-mikrodalga-ultrason destekli özütleme metodunu kullanmaktadırlar. Enzimatik sıcaklık, enzimatik pH, mikrodalga gücü ve mikrodalga süresi YYM ile optimize edildiğini söylemektedirler. Optimum koşulun 48°C enzimatik sıcaklık, 5,0 enzimatik pH, 440 W mikrodalga gücü ve 10 dk'lık mikrodalga süresi ile elde edildiğini raporlamaktadırlar. En yüksek %9,38 polisakkarit ÖV %9,79 tahminlenen polisakkarit özütleme verimi ile iyi bir korelasyon gösterdiğini bildirmektedirler. Elde edilen polisakkaritlerin farmasötik ve fonksiyonel gıda endüstrilerinde doğal antioksidan bileşen olarak kullanılabilceğini belirtmektedirler.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Çalışmada kullanılan palmiye (*Washingtonia robusta*) ağacının meyveleri Mersin ili (36°46' N-34°33' E) ve çevresinden temin edilmiştir (Şekil 3.1). Palmiye meyvelerinden şeker özütlenmesinde çözücü olarak saf su kullanılmıştır.



Şekil 3.1 : Deneysel materyali palmiye meyvelerinin toplandığı Mersin ilinin yer buldurur haritası (Anonim, 2019c).

3.2. Metot

3.2.1. Örneklerin hazırlanması

Toplanan meyvelerin sap, çöp ve benzeri yabancı kısımları ayıklanarak temizlenmiş, kritik nem düzeyinin altına düşene kadar (%11 neme düşürülmüştür) oda koşullarında kurutulmuş ve deneylerde kullanılmaya kadar kilitli plastik torbalar içinde 4°C'de buzdolabında muhafaza edilmiştir.

Bazı hammadde analizlerinde meyvenin çekirdeği ayrılarak sadece meyve eti ve kabuğunun öğütülmesinde elektrikli kahve ve baharat öğütücüsü (Sinbo marka, SCM-2934 model, Türkiye) kullanılmıştır. Meyvenin çekirdeği özel imalat taş değirmen (Özel imalat, Toprakçılar Makine, Karaman) kullanılarak öğütülmüştür.

TFM ve TAA tayininde palmye meyvesi bütün olarak değil meyve çekirdeği ve kabuk (meyve eti+kabuğu) kısmı ayrı ayrı analiz edilmiştir. Optimum koşullarda elde edilen özütler doğrudan kullanılırken palmye meyve çekirdeği ve kabuğu bir özütleme işlemine tabii tutulmuştur. Özütleme işlemi Bilen (2015) tarafından yapılan yöntem ile gerçekleştirilmiştir. İlby (2016) saf çözücüler (su ve etanol) yerine farklı oranlarda su ve etanol karışımı çözücülerin daha verimli antioksidan özütlemesini sağladığını belirtmiştir. Öğütülmüş meyve çekirdeği ve kabuğundan 0,5'er g falkon tüpüne alınmıştır. Üzerine %0,1 formik asitle asitlendirilmiş %75'lik (75 metanol:25 su, h/h) metanol çözeltisinden 5 mL eklenip 15 dk ultrasonik su banyosunda özütlemeye tabii tutulmuştur. Su banyosundan alınan numune 4°C, 3000 rpm'de 10 dk boyunca santrüfüjlendikten sonra üst kısımdaki süpernatant 10 mL'lik balonjojeye alınmıştır. Altta kalan katı kısma tekrar 5 mL %0,1 formik asitle asitlendirilmiş %75'lik metanol çözeltisinden eklenerek aynı işlemler tekrarlanmıştır. Bu iki özütlemenin süpernatant kısımları çözücü ile 10 mL'ye balonjojede tamamlanmıştır. Elde edilen özütler -18°C'de depolanmıştır.

3.2.2. Yanıt yüzey metodu ve deney tasarımı

Hem GÖ hem de UÖ yöntemlerinin özütleme koşullarının optimizasyonunda YYM kullanılmıştır. Palmye meyvelerinden şeker özütlenmesinde GÖ için 3 düzeyli faktöriyel ve UÖ için BBT seçilmiştir. MKT optimizasyon çalışmalarında en sık kullanılan tasarımlardan biri olduğu söylenmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011; Özdikicierler ve diğerleri, 2016; Güvercin ve Yıldız, 2018). Ancak bu çalışmada hem GÖ hem de UÖ yöntemlerinde MKT kullanılmamıştır. Bunun sebebi ise MKT yıldız noktalarda da deneme vermektedir. Değişkenlerimizden biri olan M:S oranında belirlemiş olduğumuz alt değer yıldız noktada deney yapılmasına izin vermemektedir. Çünkü bu çalışmada M:S oranında alt değer 1:2 olarak belirlenmiştir. Ancak M:S oranı için MKT yıldız noktalarının alt değeri 1:1 oranında altında deneme vermektedir. Ön denemelerde 1:1 M:S oranında bile meyve hacmi, saf su hacminden daha fazla olduğu için özütleme yapılamamıştır. GÖ çalışmasında en fazla 2 bağımsız değişken olduğu için MKT'de ki yıldız noktaların

alt ve üst değerleri deneme deseninden çıkartılarak 3 düzeyli faktöriyel tasarımla çalışılmıştır. UÖ'de ise en az üç değişkenli ve 3 düzeyli faktöriyel tasarım gibi sadece ana tasarım noktalarında çalışan BBT seçilmiştir. Hem GÖ hem de UÖ sonuçlarını kıyaslayabilmek için sadece ana tasarım noktalarında denemeler veren YYM tasarımlarından yararlanılmıştır.

GÖ yönteminde Çizelge 3.1 ve UÖ yönteminde Çizelge 3.2'deki parametreler ve değerler kullanılarak Design Expert 7.1.5.1 (Stat-Ease, Inc., Minneapolis, ABD) Analiz Programıyla optimizasyon yapılmıştır. Bu programın ilk aşamasında incelenen yanıtın üzerine etki eden bağımsız değişkenler ve bu değişkenlerin alt ve üst değerlerinin belirlenmesi gerekmektedir (Özdikicierler ve diğerleri, 2016). Programa girilen en düşük (alt değer) ve en yüksek (üst değer) değerlerin belirlenmesinde ön deneme verileri ve daha öncesinde yapılan çalışmalardan yararlanılmıştır (Bakkalbaşı, 2001; Palma ve Barroso, 2002; Barbero ve diğerleri, 2008; Ma ve diğerleri, 2008b; Zhang ve diğerleri, 2008; Şenay, 2009; Cheng-mei, 2010; Sun ve diğerleri, 2011; Pingret ve diğerleri, 2012; Yüksel, 2013; Rodrigues ve diğerleri, 2015; Yağcıoğlu, 2015; Bayar ve diğerleri, 2017; Chemat ve diğerleri, 2017; Özçelik, 2017; Tontul ve diğerleri, 2018). Genellikle gıda sanayinde katı-sıvı özütleme çalışmalarında kullanılan çözücünün kaynama noktası kısıtlamaları nedeniyle işlem 25-75°C arasında değişen sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir (Bulduk ve Gökce, 2017; Bayar ve diğerleri, 2017).

Çizelge 3.1 : GÖ parametreleri için 3 düzeyli faktöriyel YYM.

Bağımsız Değişkenler	Sembol	Kodlanmış Değerler		
		-1	0	+1
		Gerçek Değerler		
Sıcaklık (°C)	X_1	25	50	75
M:S oranı (g meyve:mL su)	X_2	1:2	1:6	1:10

Özütleme denemelerinde seçilen parametreler için en düşük ve en yüksek noktalar programa girilerek deneme deseni ortaya çıkarılmıştır. GÖ ve UÖ'de M:S oranı yani seyreltme oranı için alt-üst değer 1:2-1:10 ve orta değer için 1:6 iken; özütleme sıcaklığı için alt-üst değer 25-75°C ve orta değer 50°C olarak belirlenmiştir.

Fick yasasına göre özütleme işleminde çözücünün bileşenlerin difüzyonu, katı faz (daha konsantre) ile sıvı faz (daha az konsantre) arasında mevcut konsantrasyon gradyanına bağlı olduğu bildirilmektedir. Bu gradyan, iki faz arasında bir dengeye ulaşır ve daha

sonra difüzyon önceden belirlenmiş koşullar altında temas süresi sonsuz uzunlukta olduğunda bile önemsiz hale geldiği söylenmektedir (İnanç ve Yüksel, 2018). GÖ yöntemi için hem Fick yasası hem de yaptığımız ön deneme çalışmaları dikkate alınarak özütleme süresi 25 saat sabit olarak belirlenmiştir. Bu sürenin sonunda alınan özütlere planlanan analizler gerçekleştirilerek bağımlı değişkenler yani yanıtlar SÇKM ($^{\circ}\text{Bx}$) ve ÖV (%) elde edilerek YYM ile optimum koşullar belirlenmiştir. Tüm analizler üç tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir.

UÖ'deki bağımsız değişkenler; M:S oranı ve özütleme sıcaklığı GÖ'deki değerlerle aynıdır. 25 saat boyunca yapılan GÖ yönteminde 5 saatin sonunda SÇKM değerinin dengeye ulaştığı gözlemlenmiştir. Deng ve diğerleri (2015) UÖ yönteminin özütleme süresini kısalttığını belirtmektedirler. Bu sebeple UÖ'nün GÖ'ye göre daha kısa sürede SÇKM değerinin dengeye ulaşacağı düşünülmektedir. GÖ süreci takip edilerek UÖ'de özütleme süresi 5 saat olarak sabit tutulmuştur. Diğer bağımsız değişken ise ultrases gücü olarak belirlenmiştir. Çizelge 3.2'de görüldüğü gibi ultrases gücünün alt-üst değerleri sırasıyla %20-80 ve orta değeri ise %50'dir.

Çizelge 3.2 : UÖ parametreleri için Box-Bhenken YYM.

Bağımsız Değişkenler	Sembol	Kodlanmış Değerler		
		-1	0	+1
		Gerçek Değerler		
Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)	X_1	25	50	75
M:S Oranı (g meyve:mL su)	X_2	1:2	1:6	1:10
Ultrases Gücü (%)	X_3	20	50	80

3.2.3. Farklı özütleme yöntemleri ile özütleme

Palmye meyvesinden şeker elde edilmesinde geleneksel ve ultrases destekli olmak üzere iki farklı özütleme yöntemi kullanılmıştır. Kurutulmuş palmye meyveleri özütleme işlemlerinde bütün halde kullanılmıştır. Armenta-Méndez ve diğerleri (2019) *W. robusta* meyve çekirdeğinde, kabuğuna göre daha fazla TFM ve TAA içerdiğini vurgulamaktadırlar. Bu sebeple özütleme işleminde meyve kabuğu yerine bütün meyveler kullanıldığında elde edilen özütlerin TFM ve TAA bakımından daha zengin olacağı öngörülmüştür. Ayrıca bütün meyve kullanılarak meyve çekirdeği ayırma iş yükü ortadan kaldırılmıştır.

3.2.3.1. Geleneksel özütleme

GÖ'de bağımsız değişkenler sıcaklık (X_1 ; 25-50-75 °C), M:S oranı (X_2 ; 1:2, 1:6, 1:10, g meyve:mL su) olarak 25 saat özütleme gerçekleştirilmiştir. Yin ve Dang (2008) tarafından yapılan *Lycium barbarum*'dan polisakkarit sıcak su ile ÖV optimizasyon çalışmasında özütleme süresinin (optimum süre 5,5 saat) optimum süredende uzun olmasının ÖV'yi arttıracakını belirtmişlerdir. Bu çalışmada ise özütleme süresi 25 saat sabit olarak tutulmuştur. Çizelge 4.3'te görüldüğü gibi 13 ayrı deney noktasında özütleme yapılmıştır. Bayar ve diğerleri (2017) pektin özütlemeye çözücü olarak su kullandıklarını bildirmişlerdir. Özütleme esnasında su kaybını en aza indirebilmek için özütleme kabı olarak 1000 mL'lik kapaklı cam kavanozlar kullanılmıştır. Her özütleme denemesinde bütün haldeki palmye meyvelerinden 90 g tartılarak üzerine deneme desenindeki M:S oranları hesaplanarak eklenecek saf su (mL) miktarı belirlenmiştir. Şenay (2009) yapmış olduğu çalışmada özütleme sırasında yarım saatte bir karıştırma işlemi uyguladığında SÇKM ve özütleme veriminde artış gözlemlendiğini bildirmiştir. Bu çalışmada da özütleme sırasında her 15 dk'da bir cam baget yardımıyla özüt ve özütlenen materyalden oluşan karışım karıştırılarak yaklaşık 2 mL homojen özüt alınıp filtrasyon sonrası soğuk su banyosundan geçirilerek SÇKM artışının sabitlendiği özütleme süresi belirlenmiştir.

GÖ, Şekil 3.2'te görülen 30 L kapasiteli su banyosunda (Daihan Wisebath marka, WSB-30 model, Kore) çalkalama işlemi olmaksızın deneme deseninde belirlenen sıcaklıklarda (25, 50, 75°C) çalıştırılarak özütleme işlemleri yapılmıştır. 25 saat özütleme sonunda özütler kaba filtre kâğıdından vakum altında süzülerek elde edilen son özütün SÇKM (°Bx) değeri Kem marka RA-600 model Abbe refraktometre ile ölçülmüştür. ÖV (%) değeri ise denklem 3.20'deki formül ile hesaplanmıştır.

YYM ile optimizasyonu yapıldıktan sonra optimum koşullarda özütleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Optimum noktada elde edilen özütün filtrasyon işlemi gerçekleştirildikten sonra planlamada yer alan analizler vakit kaybetmeden yapılmıştır. Diğer analizler için numuneler 250 mL kapasiteli kapaklı plastik kaplarda -18°C'de analiz gerçekleştirilinceye kadar muhafaza edilmiştir.



Şekil 3.2 : GÖ düzeneği.

3.2.3.2. Ultrases destekli özütleme

Ön denemelerde gerçekleştirilen GÖ süreci takip edilerek 5 saatlik bir UÖ yönteminin, özütteki SÇKM artışının dengeye gelmesinde yeterli olduğu görülmüştür. UÖ'de bağımsız değişkenler; sıcaklık (X_1 ; 25, 50, 75°C), M:S oranı (X_2 ; 1:2, 1:6, 1:10 g meyve:mL su) ve ultrases gücü (X_3 ; %20, 50, 80) olarak 5 saat özütleme gerçekleştirilmiştir. GÖ yöntemiyle aynı değişkenlerin kullanılması ultrasesin etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Çizelge 4.16'da görüldüğü gibi 17 ayrı deney noktasında özütleme yapılmıştır. Özütleme esnasında su kaybını en aza indirebilmek için özütleme kabı olarak 1000 mL'lik kapaklı cam kavanozlar kullanılmıştır. Her özütleme denemesinde bütün haldeki palmye meyvelerinden 90 g tartılarak üzerine deneme desenindeki M:S oranları hesaplanarak eklenecek saf su (mL) miktarı belirlenmiştir. Özütleme sırasında her 15 dk'da bir cam baget yardımıyla özüt ve özütlenen materyalden oluşan karışımımız karıştırılmıştır.

UÖ, Şekil 3.3'te görülen 10 L kapasiteli 40 kHz'lik ultrasonik su banyosunda (WiseClean, WUC-D10H, Kore) deneme deseninde belirlenen sıcaklıklarda (25, 50, 75°C) ve ultrases güçlerinde (%20, 50, 80) çalıştırılarak özütleme işlemleri yapılmıştır. %100 ultrases gücünde çalıştırıldığında ultrasonik su banyosunun verdiği ultrases gücü 665 W'dır. Sonuç olarak %20-50-80 ultrases gücünde çalışıldığında cihazın verdiği ultrases gücü sırasıyla 133, 333 ve 532 W olduğu belirlenmiştir. 5 saatlik özütleme işleminin sonunda özütler kaba filtre kâğıdından vakum altında süzülerek elde edilen son özütün SÇKM (°Bx) değeri Kem marka RA-600 model Abbe refraktometre ile ölçülmüştür. ÖV (%) değeri ise denklem 3.20'deki formül ile hesaplanmıştır. Şekil 3.3'te görüldüğü gibi ultrasonik su banyosundaki kontrolsüz sıcaklık artışını kontrol altına alabilmek için başka bir soğutmalı su banyosu (Nüve,

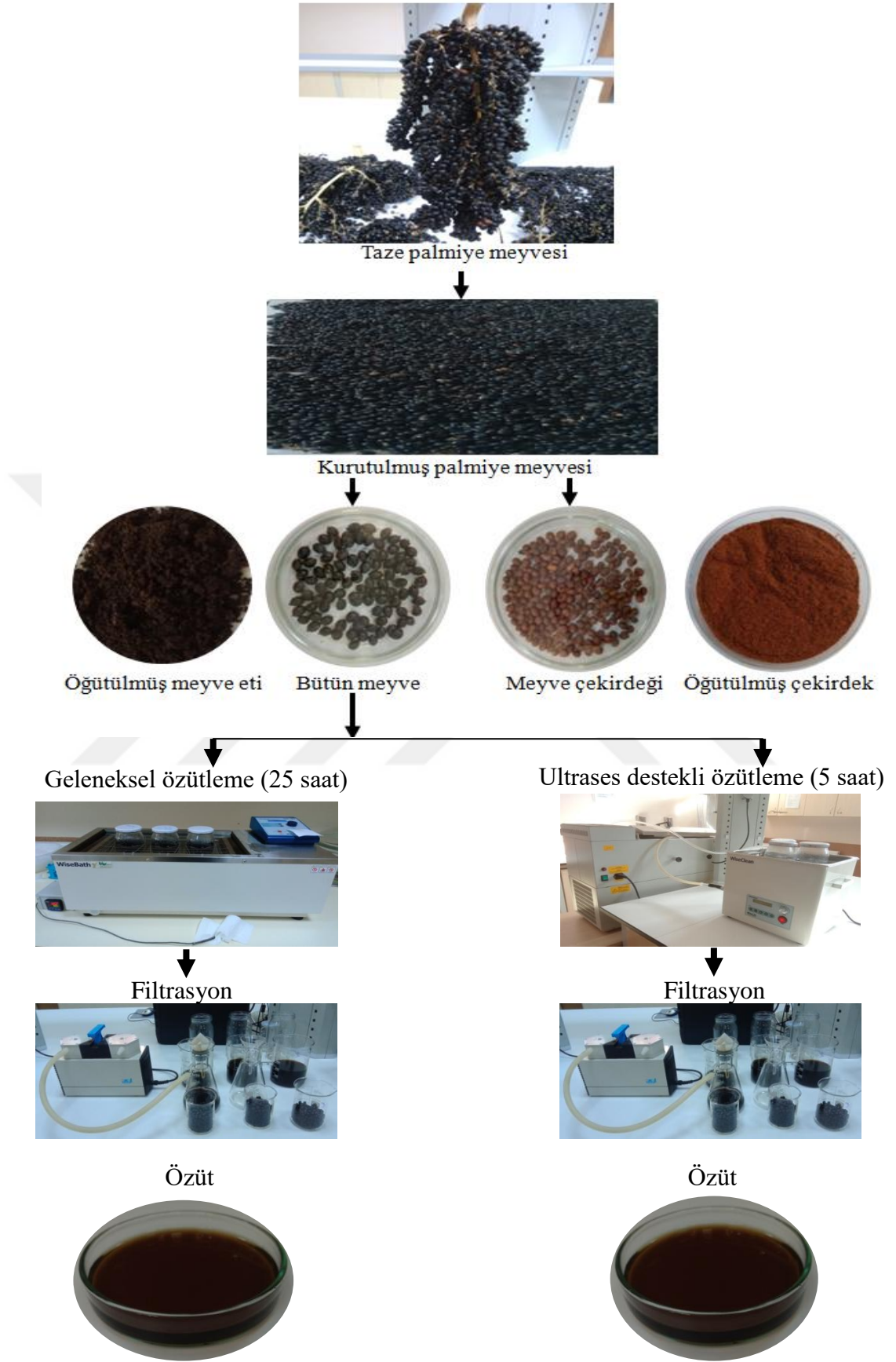
BS 402 (S), Türkiye) ile modifiye edilerek içerisindeki suyun devir daimi sağlanmıştır.

YYM ile optimizasyon yapıldıktan sonra optimum koşullarda özütleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Optimum noktada elde edilen özütün filtrasyon işlemi gerçekleştirildikten sonra planlamada yer alan analizler vakit kaybetmeden yapılmıştır. Diğer analizler için numuneler 250 mL kapasiteli kapaklı plastik kaplarda -18°C'de analiz gerçekleştirilinceye kadar muhafaza edilmiştir.

W. robusta meyvelerinden GÖ ve UÖ metodu ile şekerli özütün elde edilmesindeki akış şeması Şekil 3.4'te verilmiştir.



Şekil 3.3 : UÖ düzeneği.



Şekil 3.4 : Meksika yelpaze palmiyesinin meyvelerinden (*Washingtonia robusta*) geleneksel ve ultrases destekli özütleme teknikleri ile şekerin elde edilme aşamaları.

3.2.4. Analiz yöntemleri

Bu çalışmada analizler üç paralelli olarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.4.1. Toplam kuru madde tayini

Palmiye meyvesinde toplam kuru madde miktarı tayini Nüve marka EV018 model vakumlu etüvde (Türkiye) gerçekleştirilmiştir. Numuneler 65-70°C'ye ayarlı etüvde sabit tartıma gelinceye kadar tutulmuştur. Etüvden çıkarılan örnekler desikatörde soğutulup tekrar tartıldıktan sonra ağırlık kaybı esasına göre örneklerin öncelikle su miktarı (%) denklem 3.1'e göre hesaplanmıştır. Daha sonra ise denklem 3.2'ye göre toplam kuru madde miktarı (%) belirlenmiştir (Cemeroğlu, 2010).

$$\text{Su Miktarı (\%)} = \frac{M_2}{M_1} 100 \quad (3.1)$$

Burada;

M_1 : Tartılan örnek miktarı, g

M_2 : Örneğin içerdiği su miktarı, g

$$\text{Toplam Kuru Madde Miktarı (\%)} = 100 - (\text{su miktarı (\%)}) \quad (3.2)$$

3.2.4.2. Suda çözünür kuru madde tayini

Suda çözünür kuru madde (SÇKM) tayini öğütülmüş palmiye meyvesinde saf su ile seyreltilip kaba filtre kağıdından geçirildikten sonra, özütler ise doğrudan Kem marka RA-600 model Abbe refraktometre (Japonya) ile analiz edilerek kuru madde oranı belirlenmiştir (Cemeroğlu, 2010).

3.2.4.3. pH değeri tayini

Özütlerde doğrudan, palmiye meyvesinde ise saf su ile seyreltilip pH değeri Ohaus marka ST10 model dijital pH metre (Çin) ile oda koşullarında saptanmıştır (Cemeroğlu, 2010).

3.2.4.4. Titrasyon asitliği tayini

Titrasyon asitliği tayini için özütlerden doğrudan, palmiye meyvesinden ise 1:5 oranında seyreltilip filtre edilen numunelerden 20 mL alınarak 0,1 N sodyum hidroksit (NaOH) ile pH 8,1 noktasına kadar titre edilmiştir. Harcama miktarı belirlenmiş ve susuz sitrik asit (%SSA) cinsinden denklem 3.3'teki formülle hesaplanmıştır (Cemeroğlu, 2010).

$$\text{Titrasyon Asitliği (\%SSA)} = \frac{V \cdot f \cdot E \cdot 100}{m} \quad (3.3)$$

Burada;

V: Harcanan 0,1 N NaOH miktarı, mL

f: Titrasyonda kullanılan baz çözeltisinin (NaOH) normalitesi eğer tam 0,1 değilse, bu f değeri çözeltinin faktörüdür. Çözeltinin normalitesi tam 0,1 ise f: 1'dir. Yani formülde yer vermeye gerek yoktur.

E: 1 mL 0,1 N NaOH'ın eşdeğeri olan susuz sitrik asit miktarı (0,006404 g)

m: Titrasyonda kullanılan örnek miktarı, mL veya g

3.2.4.5. Renk tayini

Palmiye meyvesi ve özütlerde L^* , a^* ve b^* değerleri Hunterlab marka Color Flex model Hunter Lab renk ölçüm cihazında (ABD) tayin edilmiştir. Elde edilen değerlerden Chroma değeri (C^*) ve Hue açısı sırasıyla denklem 3.4 ve 3.5'e göre hesaplanmıştır (Cemeroğlu, 2010).

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (3.4)$$

$$\text{Hue Açısı} = \arctan b^*/a^* = \tan^{-1}(b^*/a^*) \quad (3.5)$$

3.2.4.6. Kül tayini

Sabit tartıma getirilen porselen kül krozelerine 3 g palmiye meyvesinden alınarak %95'lik etil alkolle ön yakma işlemi yapılmıştır. Nüve marka MF110 model kül fırınında (Türkiye) sıcaklık kademeli olarak 550°C'ye getirilip yakma işlemi gerçekleştirilmiştir. Numune akkor haline gelinceye kadar yakma işlemine devam edilerek denklem 3.6 ve 3.7'deki formüle göre hesaplama yapılmıştır (Cemeroğlu, 2010).

$$\text{Yaş Ağırlıktaki Kül Oranı (\%)} = \frac{M_2}{M_1} 100 \quad (3.6)$$

Burada;

M_1 : Tartılan örnek miktarı, g

M_2 : Örnekte yanma sonucu kalan kül miktarı, g

$$\text{Kuru Ağırlıktaki Kül Oran (\%)} = \frac{\text{yaş ağırlıktaki kül oranı, \%}}{\text{örneğin toplam kuru madde içeriği, \%}} 100 \quad (3.7)$$

3.2.4.7. İvert şeker tayini

İvert şeker tayini Lane-Eynon Metoduna göre yapılmıştır. Palmiye meyvesi için 1:5 oranında bir seyreltme işlemi yapılırken özütler ise doğrudan kullanılmıştır. 50 mL hazırlanan özütler 250 mL'lik balonjojeye aktarılarak üzerine 50 mL damıtık su eklenmiştir. Üzerine durultma amacıyla 5'er mL %15'lik potasyum ferrosiyanit (Carrez I) ve %30'luk bakır sülfat (Carrez II) eklenerek saf su ile 250 mL'ye tamamlanmıştır. Yaklaşık 30 dk bekletilen çözelti kaba filtre kağıdından geçirilerek berrak özütler elde edilmiştir. Titrasyon işlemi için berrak özütler bürete alınmıştır. Ayrıca erlene 5'er mL Fehling A ve B, 2-3 adet kaynama taşı ve 25 mL saf su konularak kaynatılmıştır. Kaynamaya başladıktan 2 dk sonra 3-4 damla metilen mavisi eklenerek kaynamanın 2. dk'sında büretteki özütler ile kaynama devam ederken titre edilmiştir. Titrasyon işlemi ortamın rengi bakır kırmızısı olana kadar sürdürülmüştür ve harcanan sarfiyat kaydedilmiştir. Daha sonra denklem 3.8'deki formüle göre hesaplama yapılmıştır (Cemeroğlu, 2010).

$$\text{İvert Şeker Miktarı (\%)} = \frac{S \cdot F}{V} \cdot 100 \quad (3.8)$$

F: Faktör, g

S: Seyreltme faktörü

V: Sarfiyat, mL

3.2.4.8. Toplam şeker tayini

Toplam şeker tayini Lane-Eynon Metoduna göre yapılmıştır. Yöntemin ilkesi invert şeker tayini ile belirlenemeyen disakkaritlerin inversiyona uğratılması ve invert şekerin Fehling çözeltisinde bulunan bakır-2-oksidi suda çözünmeyen bakır-1-okside indirgemesi reaksiyonuna dayanmaktadır. Toplam şeker tayininde, palmiye meyvesi için 1:5 oranında seyreltme işlemi yapılırken özütlerde seyreltme yapılmadan doğrudan kullanılmıştır. 50 mL hazırlanan özütler 250 mL'lik balonjojeye aktarılarak üzerine 50 mL damıtık su eklenmiştir. Üzerine durultma amacıyla 5'er mL %15'lik potasyum ferrosiyanit (Carrez I) ve %30'luk bakır sülfat (Carrez II) eklenerek saf su ile 250 mL'ye tamamlanmıştır. Yaklaşık 30 dk bekletilen çözelti kaba filtre kağıdı ile filtre edilerek berrak özütler elde edilmiştir. Berrak özütlerden 50 mL alınarak üzerine 5 mL derişik hidroklorik asit (%37, HCl) çözeltisinden eklenip 67-70°C'ye ayarlanmış su banyosunda 5 dk bekletildikten sonra soğutulmuş ve böylelikle inversiyon işlemi tamamlanmıştır. Çözeltiye 1-2 damla fenoltalein indikatörü

damlatılarak 5 N NaOH ile hafif pembe renk elde edilene kadar titre edilerek nötrleştirilmiştir ve saf su ile 100 mL'ye tamamlanmıştır. Hazırlanan çözelti bürete konulmuştur. Ayrıca erlene 5'er mL Fehling A ve B, 2-3 adet kaynama taşı ve 25 mL saf su konularak kaynatılmıştır. Kaynamaya başladıktan 2 dk sonra 3-4 damla metilen mavisi eklenerek kaynamanın 2. dk'sında büretteki özütler ile kaynama devam ederken titre edilmiştir. Titrasyon işlemi ortamın rengi bakır kırmızısı olana kadar sürdürülmüştür ve harcanan sarfiyat kaydedilmiştir. Daha sonra denklem 3.9'daki formüle göre hesaplama yapılmıştır.

$$\text{Toplam Şeker Miktarı (\%)} = \frac{S \cdot F}{V} \cdot 100 \quad (3.9)$$

F: Faktör, g

S: Seyreltme faktörü

V: Sarfiyat, mL

Faktör tayini; 5 mL Fehling A ve 5 mL Fehling B çözeltilerini indirgeyen invert şekerin mg olarak miktarını ifade etmektedir. Stok çözeltinin hazırlanması için 9,5 g saf sakkaroz 1 L'lik ölçü balonunda yaklaşık 80 mL saf su ile çözdürülmüştür. Üzerine 5 ml derişik (%37) HCl eklenmiş ve oda sıcaklığında bekletildikten sonra 1 L'ye saf su ile tamamlanmıştır. Bu çözeltinin dayanıklılık süresi sonsuzdur. Standart çözelti için 50 mL stok çözeltilerden alındı ve fenolftalein eşliğinde 5 N NaOH ile nötrleştirildikten sonra 250 mL'ye tamamlanmıştır. Bu çözelti 1 mL'sinde 2 mg invert şeker içermektedir. Toplam şeker miktarı tayininde yapılan titrasyon işleminin aynısı gerçekleştirilmiştir. Bu sefer büret içerisinde hazırlanan standart çözelti konulmuştur ve sarfiyat kaydedilerek denklem 3.10'daki formüle göre hesaplanmıştır (Cemeroğlu, 2010).

$$\text{Faktör (mg)} = V \cdot 2 \quad (3.10)$$

V: Titrasyonda harcanan sarfiyat, mL

2: 1 mL standart invert şeker çözeltisi içerisindeki şekerin mg cinsinden değeri, mg/mL

3.2.4.9. Glikoz, fruktoz ve sakkaroz tayini

Palmiye meyvelerinin AOAC 977.20 metoduna göre Shimadzu marka LC 20A model yüksek performanslı sıvı kromatografisi cihazında Shimadzu marka RID 10A model refraktif index dedektöründe (Japonya) yapılmış (AOAC, 2006) ve analiz

Mersin ilinde kurulu özel bir gıda analiz laboratuvarında hizmet alımı şeklinde gerçekleştirilmiştir.

3.2.4.10. Taramalı elektron mikroskopisi ile görüntüleme

GÖ ve UÖ yöntemlerinin örnekler etkisini belirlemek için özütleme işleminden sonra posaların Hitachi marka SU5000 model SEM cihazında (Japonya) görüntüleri çekilmiştir. 5 kV voltajda, 70-150-180x büyütme ile analiz gerçekleştirilmiştir. Bu analiz Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde yapılmıştır.

3.2.4.11. Toplam fenolik madde miktarı tayini

TFM miktarı tayini Singleton ve Rossi (1965) tarafından bulunan Folin-Ciocalteu yöntemine göre yapılmıştır. Bu yöntemin ilkesi, fenolik bileşiklerin alkali ortamda Folin-Ciocalteu ayırıcını indirgeyip kendilerinin oksitlenmiş forma dönüştüğü bir redoks reaksiyonuna dayanmaktadır. Palmiye meyve kabuğu ve çekirdeği daha önceden uygun çözücü ile ekstrakte edilip analiz için hazır hale getirilmiştir. Palmiye çekirdeği, kabuğu ve optimum noktadaki özütlerdeki fenolik miktarına göre gerekli seyreltmeler ön denemelerle belirlenmiş ve seyreltmeler yapılmıştır. Hazırlanmış seyreltiklerden 0,4 mL alınarak üzerine 2 mL 0,2 N Folin-Ciocalteu ve 1,6 mL %7,5'lük doymuş sodyum karbonat çözeltisi eklenip 60 dk karanlık bir ortamda kendi haline bırakılmıştır. Bu sürenin sonunda çözeltinin absorbansı Shimadzu marka UV-1800 model spektrofotometrede (Japonya) 765 nm dalga boyunda şahit numuneye (0,4 mL örnek yerine ekstraksiyonda kullanılan çözelti kullanılmıştır) karşı okunmuştur. Örneklerde ölçülen absorbans değerinin GAE cinsinden fenolik madde miktarı, gallik asit ile hazırlanmış olan standart eğrinin denkleminde hesaplanmıştır. Örneklerdeki TFM miktarı mg GAE/g kuru madde olarak ifade edilmiştir.

Standart eğri için %0,1 formik asitli %75'lik metanol çözeltisi ile farklı konsantrasyonlarda (20, 30, 40, 50, 80 ve 100 ppm) gallik asit standartları hazırlanmıştır. Bu seyreltiklerden 0,4 mL alınarak üzerine 2 mL 0,2 N Folin-Ciocalteu ve 1,6 mL %7,5'lük doymuş sodyum karbonat çözeltisi eklenip 60 dk karanlık bir ortamda kendi haline bırakılmıştır. Bu sürenin sonunda çözeltinin absorbansı Shimadzu marka UV-1800 model spektrofotometrede (Japonya) 765 nm dalga boyunda şahit numuneye (0,4 mL örnek yerine özütlemeye kullanılan çözelti

kullanılmıştır) karşı okunmuştur. Bu konsantrasyonlara karşılık gelen absorbans değerlerinin grafiği çizilmiş ve denklem elde edilmiştir (Cemeroğlu, 2010).

3.2.4.12. Toplam antioksidan aktivite tayini

3.2.4.12.1. DPPH

TAA tayini spektrofotometrik olarak DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) radikalinin inhibisyonuna dayanan yöntemle 1995 yılında ilk defa Brand-Williams ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir. Palmiye kabuğu ve çekirdeği daha önceden uygun çözücü ile ekstrakte edilip analiz için hazır hale getirilmiştir. Bu özütlerden 5 farklı konsantrasyonda hazırlanan çözeltilerden 100'er µL alınarak üzerine 3,9 mL 1 mM'lık DPPH çözeltisi (metanol içerisinde hazırlanan) ilave edilmiştir. Daha sonra çözeltiler oda sıcaklığındaki karanlık bir yerde 30 dk bekletilmiştir. Bu süre sonunda çözeltilerin absorbansı $A_{A(t)}$ Shimadzu marka UV-1800 model spektrofotometrede (Japonya) 517 nm dalga boyunda okunmuştur. Bunun yanında örnek yerine çözücü ve 3,9 mL DPPH çözeltisi ilave edilerek elde edilen çözeltinin absorbansı $A_{C(0)}$ aynı dalga boyunda okunarak denklem 3.11'deki formül yardımıyla inhibisyon hesaplanmıştır.

$$\text{İnhibisyon (\%)} = \frac{A_{C(0)} - A_{A(t)}}{A_{C(0)}} \cdot 100 \quad (3.11)$$

DPPH için: $t = 30$ dk

ABTS için: $t = 6$ dk

DPPH radikalinin %50'sini inhibe eden özüt konsantrasyonu olarak tanımlanan EC_{50} değeri (mg KM/µL) ise 5 farklı konsantrasyonda hazırlanan özütlere karşı çizilen DPPH radikalinin inhibisyon oranından (%) elde edilen doğru denkleminde hesaplanmıştır (Cemeroğlu, 2010).

3.2.4.12.2. ABTS

Bu yöntem, ABTS (2,2'-azinobis-(3-etilbenzotiazolin-6-sulfonik asit))'nin potasyum persülfat ile oksidasyonunda üretilen $ABTS^{*+}$ radikal çözeltisi üzerine, antioksidan içeren bir örneğin eklenmesi sonucu radikalın indirgenmesi temeline dayanmaktadır. Palmiye kabuğu ve çekirdeği daha önceden uygun çözücü ile özütlenip analiz için hazır hale getirilmiştir. Mikro küvete seyreltilmiş 2,45 mM potasyum persülfat içeren 7 mM'lık $ABTS^{*+}$ radikal çözeltisinden 2000 µL'ye tamamlanacak şekilde alınmıştır

(Analize başlamadan önce radikal çözeltisi, 0,1 M tuzlu fosfat tampon çözeltisi (PBS) ile 734 nm'de $0,700 \pm 0,02$ absorbans değerini verecek şekilde seyreltilmiştir). Mikro küvet Shimadzu marka UV-1800 model spektrofotometreye (Japonya) yerleştirilerek küvetteki ABTS*⁺ çözeltisinin başlangıç absorbans değeri kaydedilmiştir. Palmiye çekirdeği, meyve kabuğu ve optimum noktadaki özütlerdeki TAA miktarına göre mikro küvet içerisindeki radikal çözeltisi üzerine eklenecek örnek miktarları ön denemelerle belirlenmiştir. Belirlenen miktarlarda özütlerden radikal çözeltisi üzerine eklendiği o anda kronometre çalıştırılmıştır ve 6 dk tamamlandığında işleme son verilmiştir. Böylece 6 dk sonunda saptanmış olan absorbans değeri esas alınarak başlangıç değerine göre denklem 3.11'deki formülle inhibisyonlar (%) hesaplanmıştır. Daha sonra 6 dk sonunda saptanmış ortalama inhibisyon (%) değerleri örnek miktarlarına (hacimlerine) karşı bir grafiğe aktarılıp lineer regresyon analizi uygulanmak suretiyle, örneğe ilişkin eğriyi ve bu eğriyi tamamlayan eşitliğe ulaşılmıştır. Örneğe ilişkin eğrinin eğimi, troloks standart eğrisinin eğimine oranlanarak örneklerin troloks eşdeğeri antioksidan kapasite değeri (μM Troloks/g KM) denklem 3.12'ye göre hesaplanmıştır.

$$\text{ABTS Değeri} \left(\frac{\mu\text{M Troloks}}{\text{g KM}} \right) = \frac{\text{Örneğe ilişkin eğrinin eğimi}}{\text{Troloks standart eğrisinin eğimi}} \quad (3.12)$$

Standart eğri için 2,5 mM'lık Troloks stok çözeltisi hazırlanmıştır. Bu stok çözeltiden 2, 3, 5, 7 mL alınıp 10 mL'lik balon jode PBS çözeltisi ile tamamlanmıştır. Böylece 0,5, 0,75, 1,25, ve 1,75 mM çalışma standart çözeltileri elde edilmiştir. Çalışma standart çözeltilerinden 20 μL alınıp mikro küvet içerisinde bulunan 1980 μL radikal çözeltisine ($0,700 \pm 0,02$ absorbansa ayarlanmış) eklendiğinde mikro küvet içerisinde sırasıyla 5, 7,5, 12,5 ve 17,5 μM konsantrasyonlarda Troloks elde edilmiştir. Çalışma standart çözeltilerinden 20 μL alınıp mikro küvet içerisinde bulunan 1980 μL radikal çözeltisine eklendiği o anda kronometre çalıştırılarak karanlıkta bekletilmiştir ve 6 dk'nın sonunda Shimadzu marka UV-1800 model spektrofotometre (Japonya) ile 734 nm'de absorbansları okunmuştur. Bu veriler lineer regresyon analizi uygulanıp bir grafiğe aktarılacak suretiyle standart Troloks eğrisine ve bu eğriyi tanımlayan eşitliğe ulaşılmıştır (Cemeroğlu, 2010).

3.2.4.13. Hidroksimetilfurfural tayini

Görünür bölgede absorbans okumalarına dayalı hidroksimetilfurfural (HMF) tayini yöntemi kullanılmıştır. Diğer birçok aldehitler gibi, hidroksimetilfurfural da

barbiturik asit ve *p*-toluidin ile reaksiyona girerek kırmızı renkli bir bileşik oluşturmaktadır. Oluşan rengin yoğunluğunun HMF miktarına bağlı olması, kantitatif-kolorimetrik bir yöntemin temelini oluşturmaktadır. GÖ ve UÖ ile elde edilen özütler filtre edildikten sonra 20 mL alınarak 100 mL'ye saf su ile tamamlanıp iyice çalkalanmıştır. Hazırlanan bu seyreltikten 25 mL alınıp üzerine durultma işlemi için 5'er mL Carrez-I ve Carrez-II çözeltisi ilave edildikten sonra 50 mL'ye saf su ile tamamlanıp filtre edilerek berrak bir çözelti elde edilmiştir. Böylece analiz için kullanılacak örnekler hazırlanmış ve cam kapaklı 2 test tüpüne 2'şer mL aktarılmıştır. Her iki tüpe 5'er mL *p*-toluidin çözeltisi eklenip Wisemix marka VM-10 model vorteks cihazı (Kore) ile karıştırılmıştır. Tüplerden şahit olarak kullanılacak olan birinci tüpe 1 mL saf su, deney tüpü olan ikinci tüpe ise 1 mL barbiturik asit çözeltisi eklenmiş ve Wisemix marka VM-10 model vorteks cihazı (Kore) ile karıştırılmıştır. *p*-toluidin ve barbiturik asit çözeltilerinin tüplere eklenmesi 1-2 dk içinde gerçekleştirilmiştir. İkinci tüpün absorbansı 1 cm'lik küvette ve 550 nm'de şahite (birinci tüpe) karşı okunarak saptanmıştır. Absorbans, barbiturik asidin eklenmesinden 3-4 dk sonra en yüksek değerine ulaşmış ve Shimadzu marka UV-1800 model spektrofotometrede (Japonya) okuma yapılmıştır. Denklem 3.13'teki formüle göre HMF miktarı mg/L cinsinden hesaplanmıştır (Cemeroğlu, 2010).

$$\text{HMF (mg/L)} = 162 \cdot (A) \quad (3.13)$$

A: Şahite karşı okunan absorbans

3.2.4.14. Tüm kütle transfer katsayısının hesaplanması

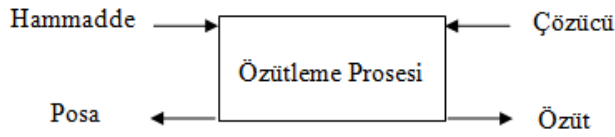
Katı-sıvı özütleme bir kütle transfer olayıdır. Bu olayda numune içindeki çözünen bileşenler çözücüye doğru göç etmektedirler. Kütle transfer olayı özütleme aşamasındaki sıcaklık ve ultrases uygulamaları ile artırılabilceği bildirilmiştir (Özdoğan, 2015). Farklı özütleme yöntemlerinin karşılaştırmalarının sağlanması amacıyla tüm kütle transfer katsayısı hesaplanmıştır. Kütle transfer debisi; aynı zamanda kütle transfer katsayısı (k_L), kütle transferinin gözlemlendiği alan (A) ve konsantrasyon gradyeninin bir fonksiyonudur. Denklem 3.14'teki bağlantıyla ifade edilebileceği söylenmektedir.

$$\frac{dN}{dt} = k_L dA (X - X_i) = m_x dX \quad (3.14)$$

Normal olarak kütle transfer katsayısının, iki fazdan birini temel alan toplam kütle transfer katsayısı olarak ifade edilmesi daha uygun olacağı rapor edilmiştir. Toplam kütle transfer katsayısı denklem 3.15'te gösterilen bağlantıyla ifade edildiği bildirilmiştir.

$$\frac{dN}{dt} = k_L dA (X - X_i) = k_L dA (Y_i - Y) \quad (3.15)$$

Şekil 3.5'teki özütleme prosesinin debisi, çözünebilen bileşenin bir fazdan diğer faza iletim debisinin bir ölçüsü olduğu söylenmektedir.



Şekil 3.5 : Özütleme prosesi.

Özütleme debisi, denklem 3.14 ve 3.15'e benzer şekilde, aşağıda gösterilen denklem 3.16'daki bağıntıyla tanımlanabileceği söylenmektedir:

$$\frac{dN}{dt} = K_L A (C_S - C) \quad (3.16)$$

Kesikli çalışan bir süreç için çözeltinin toplam hacminin (V) sabit olduğu varsayılarak, denklem 3.17 elde edildiği bildirilmiştir.

$$dN = V dC \quad (3.17)$$

Böylece denklem 3.16'nın integral eşitliği olarak, aşağıda gösterildiği gibi denklem 3.18'in elde edildiği raporlanmıştır.

$$\int \frac{dC}{C_S - C} = \int \frac{K_L A}{V} dt \quad (3.18)$$

Denklem 3.18'in çözümü çeşitli şekillerde yazılabileceği vurgulanmaktadır. Aşağıdaki denklem 3.19'da ifade edilen denklemin özütleme debisini en iyi şekilde sunduğu belirtilmiştir.

$$C = C_S (1 - e^{-\frac{k_L \cdot A}{V} t}) \quad (3.19)$$

C: Herhangi bir t anında çözelti içindeki SÇKM miktarı (%)

C_s: Doymuş halde çözelti içindeki SÇKM miktarı (%)

k_L: Toplam kütle transfer katsayısı (mL çözelti/dk)

V: Çözücü miktarı (m³)

t: Süre (dk)

A: Yüzey alanı (m²)

Belirlenen miktardaki meyve ve su hücrelere konduktan sonra denge çözünür kuru madde noktasına ulaşana kadar her 15 dk'da bir Kem marka RA-600 model Abbe refraktometre (Japonya) ile SÇKM değeri ölçülmüştür. Denge çözünür kuru madde miktarı C_s olarak alınmıştır. Ölçümler sonucunda toplam SÇKM değişimleri $1-C/C_s$ şeklinde hesaplanarak süreye karşı yarı logaritmik kağıda yerleştirilmiştir. Elde edilen doğruların eğimi bize $(k_L A)/V$ değerini vermiştir. Hacim tüm çalışmada sabit tutulduğundan ve A 'da tek başına bulunamayacağından eğim V ile çarpılarak $k_L A$ (mL çözelti/dk) beraber bulunmuştur. Bu değer toplam kütle transfer katsayısını ifade etmektedir (Evranoz ve Çataltaş, 1989).

3.2.4.15. Özütleme verimi hesaplanması

Özütleme veriminin (ÖV) hesaplanmasında denklem 3.20'deki formül kullanılmıştır (Şenay, 2009; Yılmaz, 2009).

$$\text{Özütleme Verimi (\%)} = \frac{\text{Özütün SÇKM Değeri (°Bx)} \cdot \text{Özüt Miktarı (mL)}}{\text{Meyve Miktarı (g)} \cdot \text{Meyvenin SÇKM Değeri (°Bx)}} \times 100 \quad (3.20)$$

3.2.4.16. Veri değerlendirme ve istatistiksel analiz

Araştırmada elde edilen verilerin istatistiksel olarak değerlendirilmesinde ve YYM ile optimum özütleme koşullarının belirlenmesi için Design Expert 7.1.5.1 (Stat-Ease, Inc., Minneapolis, ABD) Analiz Programı kullanılmıştır. İlbaş (2016) ve Yılmaz (2012) çalışmalarında olduğu gibi bu çalışmada da YYM ile matematiksel modelin F değeri, model uyumsuzluğu (*lack of fit*), standart sapma, varyasyon katsayısı (VK), tahminlenmiş kalıntı hata kareler toplamı ($TKHKT$), yeterli kesinlik, R^2 , düzeltilmiş korelasyon katsayısı ($R^2_{\text{düzeltilmiş}}$), tahminlenmiş korelasyon katsayısı ($R^2_{\text{Tahminlenmiş}}$), istenilirlik fonksiyonu (\hat{I}) ve hata değerleri (%) verilmiştir. GÖ, UÖ yöntemlerinin optimum koşullarında üretilen özüt ve hammaddenin bazı fizikokimyasal analiz sonuçlarının da istatistiksel olarak değerlendirilmesinde Statistica Paket İstatistik Programı (ver. 8.0) kullanılarak tek yönlü varyans analizi (one way ANOVA) ve Duncan-LSD çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır (StatSoft, 2007).

4. BULGULAR

4.1. Hammadde Analiz Sonuçları

4.1.1. Palmiye meyvesinin fizikokimyasal özellikleri

Özütleme işlemlerinde kullanılan *W. robusta* ağacı meyvelerinin fizikokimyasal özelliklerinin bir kısmı Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi %88,73 TKM, %69,87 SÇKM, %0,23 titrasyon asitliği, %3,18 kül, 15,53 *L**, 0,42 *a**, 0,18 *b** renk değerleri, 5,3 pH değeri, %75,3 toplam şeker, %74,9 invert şeker, %53,64 fruktoz, %46,36 glikoz olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.1 : Palmiye meyvesinin kimyasal bileşimi.

Özellikler	Miktar	
Toplam Kuru Madde (%)	88,73±0,18*	
Suda Çözünür Kuru Madde (%)	69,87±0,01	
Toplam Şeker (% , KM)	75,33 ^a ±1,03	
İnvert Şeker (% , KM)	74,87 ^a ±0,83	
Hesaplanan Sakkaroz (% , KM)	0,44±1,73	
Şeker İçeriği	Fruktoz (% , KM)	53,64±0,38
	Glikoz (% , KM)	46,36±0,18
	Sakkaroz (% , KM)	Tespit edilemedi
pH	5,3 ^a ±0,00	
Nem (%)	11,27±0,18	
Titrasyon Asitliği (% susuz sitrik asit)	0,23 ^a ±0,00	
Kül (% , KM)	3,18±0,09	
Renk Değerleri	<i>L</i> *	15,53 ^a ±0,04
	<i>a</i> *	0,42 ^a ±0,03
	<i>b</i> *	0,18 ^a ±0,04
	<i>C</i> *	0,46 ^a ±0,04
	<i>Hue Açısı</i>	23,00 ^a ±3,16

*Özelliklere ait verilerin aritmetik ortalaması ± standart sapması (örnek sayısı=3).

Literatürde olgunlaşmış farklı *Phoenix dactylifera* hurma çeşitlerinin nem içeriklerinin %7,87-20,10 arasında değiştiği gözlenmektedir (Al-Hooti ve diğerleri, 2002; Habib ve İbrahim, 2011; Anjum ve diğerleri, 2012; Juhaimi ve diğerleri, 2012; Assirey, 2014; Aslan ve Şanlıer, 2018). Literatürde farklı keçiboynuzu çeşitlerinin nem içeriklerinin %6,01-15,30 arasında değiştiği görülmektedir (Demirtaş, 2007; Musa Özcan ve diğerleri, 2007; Şenay, 2009; Khelifa ve diğerleri, 2013). Çatıkkaş

(2019) bütün *W. robusta* palmiye meyvesinde nem içeriğinin %15,71 olduğunu söylemiştir. Bu çalışma da bütün palmiye meyvesinin nem içeriği %11,27 değerinin tarımsal ürünlerin kritik nem değerleri (en çok %14,50) düşünüldüğünde sorunsuzca depolanabileceği ve literatüre uyumlu olduğu bulunmuştur.

Literatürde keçiboynuzu meyvesinin SÇKM içeriğinin %64-65 aralığında olduğu görülmüştür (Demirtaş, 2007; Şenay, 2009). Bakkalbaşı (2001) dut kurusunun SÇKM içeriğinin %84,92 olduğunu bildirmektedir. Bu çalışmada *W. robusta* meyvesinin SÇKM içeriği %69,87 olarak tespit edilmiş ve keçiboynuzu meyvesinin SÇKM değerine yakın bir değer elde edildiği gözlenmiştir.

Literatürde olgunlaşmış farklı *Phoenix dactylifera* hurma çeşitlerinin toplam şeker içeriklerinin %60,29-88,02 arasında değiştiği bildirilmektedir (Al-Hooti ve diğerleri, 1997b; Al-Hooti ve diğerleri, 2002; Entezari ve diğerleri, 2004; Chaira ve diğerleri, 2007; Borchani ve diğerleri, 2010; Habib ve İbrahim, 2011; Assirey, 2014; Bouhlali ve diğerleri, 2015; Aslan ve Şanlıer, 2018). Bakkalbaşı (2001) dut kurusunun toplam şeker içeriğinin %76,30 olduğunu bildirmiştir. Literatürde farklı keçiboynuzu meyve çeşitlerinin toplam şeker içeriklerinin %32,01-83,70 arasında değiştiği gözlenmektedir (Demirtaş, 2007; Musa Özcan ve diğerleri, 2007; Şenay, 2009; Khelifa ve diğerleri, 2013). Literatürde olgunlaşmış farklı *Phoenix dactylifera* hurma çeşitlerinin invert şeker içeriklerinin %17,74-88,02 arasında değiştiği bildirilmektedir (Al-Hooti ve diğerleri, 2002; Chaira ve diğerleri, 2007; Habib ve İbrahim, 2011; Assirey, 2014). Literatürde farklı keçiboynuzu meyve çeşitlerinin invert şeker içeriklerinin %10,35-83,70 arasında değiştiği belirtilmektedir (Şenay, 2009; Khelifa ve diğerleri, 2013). Armenta-Méndez ve diğerleri (2019) *W. robusta* ağacı meyvesinin %1,60 nem içeriğine sahip kabuğunda toplam şeker içeriğinin %71, %8,40 nem içeriğine sahip çekirdeğinde ise toplam şekerin %73 olarak tespit edildiğini bildirmişlerdir. Çatıkkaş (2019) hem bütün *W. robusta* meyvesinde hem de meyve kabuğunda toplam şeker içeriğini %85,70 olarak belirtirken invert şekerin %85,00 düzeyinde bulunduğunu bildirmektedir. Çizelge 4.1'den görüleceği üzere bu çalışmada meyvenin toplam şeker içeriği %75,33, invert şeker içeriği ise %74,87 olarak belirlenmiş ve bulunan değerlerin literatürle paralellik gösterdiği tespit edilmiştir.

Literatürde olgunlaşmış farklı *Phoenix dactylifera* hurma çeşitlerinin glikoz, fruktoz ve sakkaroz içeriklerinin sırasıyla %5,95-52,30, 6,48-48,50, 0,00-70,63 arasında

değiştii gözlenmektedir (Al-Hooti ve dięerleri, 1997b; Borchani ve dięerleri, 2010; Sulieman ve dięerleri, 2012; Assirey, 2014; Bouhlali ve dięerleri, 2015). Bakkalbaşı (2001) dut kurusunda glikoz, fruktoz ve sakkaroz ięeriklerinin sırasıyla %36,92, 38,27 ve 1,49 bulunduęunu bildirmiştir. Literatürde farklı keęiboynuzu meyve çeşitlerinin glikoz, fruktoz ve sakkaroz ięeriklerinin sırasıyla %6,24-8,62, 2,20-14,10 ve 39,15-43,00 arasında deęiştii gözlenmektedir (Demirtaş, 2007; Şenay, 2009; Khelifa ve dięerleri, 2013). Mazmancı (2011) *W. robusta* meyvesinin şeker ięeriğinde sadece glikoz ve fruktoza rastlandığını bildirmiştir. Bu çalışmada Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi palmiye meyvesi örneklerinde %53,64 fruktoz ve %46,36 glikoz tespit edilirken sakkaroz tespit edilmemiştir.

Literatürde farklı keęiboynuzu meyve çeşitlerinin pH ięeriğinin 5,19-5,67 arasında deęiştii gözlenmektedir. Keęiboynuzu meyvesinin SSA cinsinden titrasyon asitlięi deęerinin ise %0,15-0,73 arasında deęiştii ifade edilmektedir (Demirtaş, 2007; Şenay, 2009). Bakkalbaşı (2001) dut kurusunun SSA cinsinden titrasyon asitlięi %1,92 ve pH 5,13 olduęunu bildirmiştir. Bu çalışmada da *W. robusta* meyvesinin SSA cinsinden titrasyon asitlięi %0,23 olarak tespit edilmiş olup keęiboynuzu meyvesiyle paralellik göstermiştir. pH deęeri ise 5,3 olarak bulunup hem keęiboynuzu hem de dut meyvesi ile paralellik gösterdięi tespit edilmiştir.

Literatürde olgunlaşmış farklı *Phoenix dactylifera* hurma çeşitlerinin kül ięeriklerinin %1,03-3,94 arasında deęiştii gözlenmektedir (Al-Hooti ve dięerleri, 1997b; Al-Hooti ve dięerleri, 2002; Chaira ve dięerleri, 2007; Borchani ve dięerleri, 2010; Habib ve İbrahim, 2011; Anjum ve dięerleri, 2012; Juhaimi ve dięerleri, 2012; Sulieman ve dięerleri, 2012; Assirey, 2014; Bouhlali ve dięerleri, 2015; Aslan ve Şanlıer, 2018). Literatürde farklı keęiboynuzu çeşitlerinin kül ięeriklerinin %2,47-3,33 arasında deęiştii bildirilmektedir (Demirtaş, 2007; Musa Özcan ve dięerleri, 2007; Şenay, 2009; Khelifa ve dięerleri, 2013). Armenta-Méndez ve dięerleri (2019) *W. robusta* meyve çekirdeğinde kül ięeriğinin %4,30 iken meyve kabuğunda %5,50 olarak tespit edildiğini belirtmişlerdir. *W. robusta* meyvesinde %2,80-4,20 aralığında kül bulunduęu belirtilmektedir (Çatıkkaş, 2019; Gomaa, 2019). Bu çalışma da ise bütün palmiye meyvesinde %3,18 kül miktarı elde edilmiş olup benzer ürünlerin kül ięerięi bakımından literatürle paralellik göstermektedir.

Renk deęerlerinde L^* :0 siyahlıęı, L^* :100 beyazlıęı, a^* deęeri; "+" yönde kırmızılıęı, "-" yönde yeşillięi, b^* deęeri; "+" yönde sarılıęı, "-" yönde mavilięi ifade etmekte

olduğu bildirilmiştir (Al-Hooti ve diğerleri, 2002; Altan, 2014). C^* değeri arttıkça renk daha parlak, azaldıkça ise daha mat olduğunu belirtmişlerdir. Renk canlılığını ifade eden *Hue açısı* ise $0^\circ +a^*$ eksenine (kırmızı), $90^\circ +b^*$ eksenine (sarı), $180^\circ -a^*$ eksenine (yeşil) ve $270^\circ -b^*$ eksenine (mavi) karşılık geldiğini bildirmişlerdir (Keskin ve diğerleri, 2017). Al-Hooti ve diğerleri (1997a) olgunlaşmış farklı çeşit hurmaların L^* , a^* , b^* ve *Hue açısı* değerlerinin sırasıyla 17,47-23,83, 2,09-7,78, 0,43-3,69, 10,87-28,17 olduğunu bildirmişlerdir. Nötr renkler (beyaz, gri, siyah) için L^* , a^* ve b^* değerlerinin 0'a yaklaşacağı belirtilmektedir (Al-Hooti ve diğerleri, 1997a). Bu çalışmada *W. robusta* meyvesinin ortalama L^* , a^* , b^* , *Hue açısı* ve C^* değerleri sırasıyla 15,53, 0,42, 0,18, 23,00 ve 0,46 olarak tespit edilmiş ve hurma meyvesi ile bu renk değerlerinin paralellik gösterdiği görülmüştür. *W. robusta* meyvelerinin L^* ve C^* değerlerine bakıldığında mat siyah renk tonuna sahip olduğu belirlenmiştir. *Hue açısı* değeri (23,00) ile meyvenin kırmızı renge yakınlığı tespit edilmiştir.

Özütleme işlemlerinde kullanılan *W. robusta* ağacı meyvelerinin toplam fenolik madde (TFM) miktarı ve toplam antioksidan aktivite (TAA) içeriği Çizelge 4.2'de verilmiştir. Ek A'da görüldüğü gibi kabuk ve çekirdekte DPPH, ABTS ve TFM miktarlarında $p < 0,05$ önem seviyesinde anlamlı farklılık tespit edilmiştir. Armenta-Méndez ve diğerleri (2019) *W. robusta* meyve çekirdeğinin, kabuğundan daha yüksek TFM ve TAA'ya sahip olduğunu bildirmişlerdir. Çizelge 4.2'den görüldüğü gibi Armenta-Méndez ve diğerleri (2019)'nin bulgularına benzer şekilde TFM ve TAA'nın *W. robusta* meyvesi çekirdeğinde meyve kabuğuna göre daha yüksek düzeyde olduğu tespit edilmiştir. *W. robusta* ağacı meyvelerinin özütlenmesi işleminde sadece meyve kabuğu yerine bütün meyvenin kullanılmasıyla elde edilen özütlerin TFM ve TAA bakımından zenginleştirildiği düşünülmektedir. Literatürde olgunlaşmış farklı *Phoenix dactylifera* hurma çeşitlerinin TFM içeriğinin 1,50-8,36 mg Gallik Asit Eşdeğeri (GAE)/100 g Yaş Ağırlık (YA) arasında değiştiği gözlenmektedir (Mansouri ve diğerleri, 2005; Amira ve diğerleri, 2012). Farklı hurma çeşitlerinde TFM miktarı 1,41-5,37 mg GAE/g KM aralığında olduğunu bildirmişlerdir (Biglari ve diğerleri, 2008; Bouhlali ve diğerleri, 2015). Bu çalışmada *W. robusta* meyve kabuğunda TFM miktarı kuru ağırlık bazında 2,92 mg GAE/g KM iken yaş ağırlık bazında 2,49 mg GAE/g YA olarak tespit edilmiştir. *W. robusta*

meyve kabuğunun TFM miktarı literatürdeki hurma meyvesi ile paralellik göstermektedir.

W. robusta meyve kabuğunda ABTS yöntemiyle TAA'nın 8,70 µM Troloks/g KM olduğu tespit edilmiştir. Olgunlaşmış farklı hurma çeşitlerinin ABTS yöntemiyle TAA değerinin 0,87-1,50 mM Troloks/100 g YA aralığında bulunduğunu belirtmişlerdir (Saafi ve diğerleri, 2009; Amira ve diğerleri, 2012). Farklı hurma çeşitlerinde ABTS yöntemiyle TAA değeri 383-846 µM Troloks/100 g KM aralığında olduğunu bildirmişlerdir (Biglari ve diğerleri, 2008; Bouhlali ve diğerleri, 2015). Bu çalışmada palmiye meyve kabuğunda DPPH yöntemiyle TAA'nın EC₅₀ değeri 0,0064 mg KM/µL olduğu tespit edilmiştir. Bouhlali ve diğerleri (2015) farklı hurma çeşitlerinde DPPH yöntemiyle TAA'nın EC₅₀ değeri 2,05-6,25 g hurma/L aralığında olduğunu bildirmişlerdir. Mansouri ve diğerleri (2005) farklı palmiye meyve (*Phoenix dactylifera*) çeşitlerinde DPPH yöntemiyle antioksidan EC₅₀ değerlerinin 4,55-12,70 µg örnek/µg DPPH olduğunu belirtmişlerdir. ABTS ve DPPH yöntemleriyle belirlenen TAA miktarı literatürdeki hurma meyvesi ile paralellik göstermektedir.

Çizelge 4.2 : Palmiye meyvesinin TFM ve TAA değerleri.

Özellikler	Meyve Kabuğu	Meyve Çekirdeği	
TFM (mg gallik asit/g KM)	2,92 ^b ±0,00	33,88 ^a ±0,38	
TAA	DPPH (EC ₅₀ Değeri)(mg KM/µL)	0,0001 ^d ±0,00	
	ABTS (µM Troloks/g KM)	8,70 ^c ±0,22	266,95 ^a ±0,83

4.2. Yanıt Yüzey Metodu ile Optimizasyon Sonuçları

4.2.1. Geleneksel özütleme sonuçları

Bu çalışmada GÖ yöntemi ile *W. robusta* meyvelerinden SÇKM özütlemeye bağımsız değişkenler olan özütleme sıcaklığı ve M:S oranının etkileri incelenmiş ve söz konusu parametrelerle en yüksek SÇKM ve ÖV'nin elde edilebileceği bir optimizasyon modeli oluşturulmuştur. GÖ'nün deneme deseni ve yanıtları Çizelge 4.3'te verilmiştir. Çizelge 4.3'teki kodlanmış ve gerçek değerler denklem 4.1 ve 4.2'de yerine konularak hesaplanmıştır.

$$\text{Kodlanmış Sıcaklık Değerleri} = \frac{(T-50)}{25} \quad (4.1)$$

$$\text{Kodlanmış M: S Oranı Değerleri} = \frac{(W-6)}{4} \quad (4.2)$$



Çizelge 4.3 : GÖ yönteminin deneme deseni ve yanıtları.

Sayı	Bağımsız Değişkenler				Bağımlı Değişkenler (Yanıtlar)		
	Kodlanmış Değerler		Gerçek Değerler		*SÇKM (°Bx)	ÖV (%)	
	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve:mL su)	Sıcaklık (X ₁ , °C)	M:S oranı (X ₂ , g:mL)			
1	F	-1	+1	25	1:10	3,30	43,47
2	F	-1	0	25	1:6	5,35	43,45
3	F	0	-1	50	1:2	13,13	32,81
4	F	-1	-1	25	1:2	12,40	31,19
5	F	0	+1	50	1:10	3,43	44,50
6	F	+1	0	75	1:6	5,55	42,93
7	F	+1	+1	75	1:10	3,50	44,87
8	F	+1	-1	75	1 :2	13,90	32,73
9	O	0	0	50	1:6	5,40	42,60
10	O	0	0	50	1:6	5,04	39,39
11	O	0	0	50	1:6	5,22	41,06
12	O	0	0	50	1:6	5,40	42,35
13	O	0	0	50	1:6	5,40	42,04

F: Faktöriyel nokta, O: Orta noktaları ifade eder.* 25 saat özütleme sonunda elde edilen SÇKM değeri.

4.2.1.1. Geleneksel özütleme yönteminde suda çözünür kuru madde özütlenmesinin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu

25 saat özütlemeyen sonra elde edilen özütün; vakum yardımıyla kaba filtre kağıdından filtre edilip, buz banyosunda yaklaşık 20°C sıcaklığa ulaşmasının ardından Çizelge 4.3'te görüldüğü gibi SÇKM miktarları belirlenmiştir. Çizelge 4.4'te SÇKM için matematiksel modellerin varyans analizi sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.4 : GÖ'de SÇKM için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.

Varyasyon Kaynağı	Serbestlik Derecesi	F Değeri	p Değeri
Ortalama ve Toplam	1	-	-
Doğrusal ve Ortalama	2	24,93	0,0001
İkili Fraksiyon Etkileşimi ve Doğrusal	1	0,13	0,7219
İkinci Dereceden ve İkili Fraksiyon Etkileşimi	2	370,80	<0,0001-Önerildi
Kübik ve İkinci Dereceden Kalıntı	2	2,90	0,1456-Önerilmedi
Toplam	5	-	-
	13	-	-

İşlem değişkenleri ile her bir yanıt arasındaki ilişkiyi ifade eden matematiksel modeller çoklu doğrusal regresyon analizi yapılarak oluşturulmuştur. Bu amaçla modellere her bir değişkenin öncelikli olarak 'doğrusal' etki terimleri, daha sonra 'ikinci dereceden' ve 'ikili fraksiyon etkileşimi' terimleri Çizelge 4.5'te incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; X_1 , X_2 , X_1X_2 , X_2^2 terimleri istatistiksel olarak $p < 0,05$ önem düzeyine göre önemli görülmüştür (Çizelge 4.5). Ancak X_1^2 terimi önemsiz ($p > 0,05$) olduğu için çizelgede verilmemiştir.

YYM ile deneme desenindeki denemelerden alınan sonuçların matematiksel modele uyumu kontrol edilmektedir. Elde edilen bu model gerçek yanıt fonksiyonuna sadece bir yaklaşım olduğu için tahminlenen değerler ile deneysel veriler arasındaki fark (kalıntı), sadece saf deneysel hatayı değil modelin matematiksel formunun uyumsuzluğundan kaynaklanan hatayı da içermektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). Modelin matematiksel formunun uyumsuzluğundan kaynaklanan hataya model uyumsuzluğu denmektedir. İdeal olarak istatistiksel açıdan modelin matematiksel formunun uyumsuzluğunun (*lack of fit*) önemsiz ($p > 0,05$) ve matematiksel model için önemli olması gerekmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin,

2010; Özdikicierler ve diğerleri, 2016). Çizelge 4.5'e bakıldığında model uyumsuzluğunun ($0,05 < p: 0,3079$) önemsiz olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.5 : Farklı sıcaklık ve M:S oranları kullanılarak gerçekleştirilen GÖ sonucunda elde edilen özütlerin SÇKM değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları (ANOVA).

Değişkenler	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Karelerin Ortalaması	F Değeri	p Değeri
Model	171,05	4	4276	1217,23	<0,0001**-Önemli
X_1	0,60	1	0,60	17,13	0,0033**
X_2	142,11	1	142,11	4045,12	<0,0001**
X_1X_2	0,42	1	0,42	12,03	0,0085**
X_2^2	27,92	1	27,92	794,65	<0,0001**
Kalıntı	0,28	8	0,035		
Model Uyumsuzluğu	0,18	4	0,044	1,71	0,3079 ^{ns} -Önemsiz
Saf Hata	0,10	4	0,026		
Toplam	171,33	12			

* $p < 0,05$ ve ** $p < 0,01$, ns: $p > 0,05$, X_1 : sıcaklık, X_2 : M:S oranını temsil etmektedir.

R^2 deneysel verideki model tarafından açıklanabilen varyasyonun toplam varyasyona oranı olarak tanımlanmıştır. Modele eklenen terimler önemli olmasa da R^2 değeri artış göstermektedir. Fakat yüksek R^2 değeri her zaman matematiksel modelin daha iyi olduğu anlamına gelmemektedir. Bu açıdan model uyumluluğunun değerlendirmede $R^2_{düzeltmiş}$ kullanımı daha uygundur ve bu değer %90'ın üstünde olması beklenmektedir (Özdoğan, 2015). R^2 ve $R^2_{düzeltmiş}$ değerleri, matematiksel modelin gözlemlenen verilere ne kadar iyi uyduğunun göstergesidir (Aghilinategh ve diğerleri, 2015; Özdoğan, 2015). Modelden önemsiz olan terimler çıkartılmışsa R^2 ve $R^2_{düzeltmiş}$ değerlerinin aynı olacağı bildirilmektedir (Özdoğan, 2015). Öte yandan bir matematiksel modelin daha sonra yapılacak gözlemlerde tahminleme modeli olarak kullanılabilmesi için yeterli kesinlik, $TKHKT$ ve $R^2_{tahminlenmiş}$ değerlerinin kullanılması gerekmektedir (Aghilinategh ve diğerleri, 2015; Özdoğan, 2015). $TKHKT$ değerinin Çizelge 4.6'da görüldüğü ($TKHKT: 1,16$) gibi düşük olması modelin yeni tahminlemeleri rahatlıkla yapabileceğini gösterir (Aghilinategh ve diğerleri, 2015; Özdikicierler ve diğerleri, 2016). Yeterli Kesinlik; ölçümün yeterliliği, dolayısıyla verilerin kesinliği ile ilgili bir değerdir (Özdoğan, 2015; İlbay, 2016). Sinyal/gürültü oranı olarak hesaplanmaktadır. Çizelge 4.6'da olduğu (89.327) gibi 4 değerinden büyük olmalıdır (Özdoğan, 2015; Zhang ve diğerleri, 2015; İlbay, 2016). VK deneysel noktaların model önermelerine göre dağılımını ifade eder ve %10'un altında olması beklenmektedir (Özdoğan, 2015; İlbay, 2016). VK standart

sapmanın ortalamaya oranlanmasıyla Çizelge 4.6'da 2,80 olarak hesaplanmıştır (Özdikicierler ve diğerleri, 2016; İlbay, 2016). Çizelge 4.5'te gösterilen verilere göre ise yanıt için ikinci dereceden terimlerin eklenmesinin modeli önemli ölçüde geliştirdiği belirlenmiştir. Dolayısı ile SÇKM özütlenmesi için en uygun modelin denklem 4.3 ve 4.4'te verilen ikinci dereceden matematiksel model olduğu görülmektedir.

$$\begin{aligned} \text{SÇKM Değeri } (^{\circ}\text{Bx}) = \\ 5,34 + 0,32 X_1 - 4,87 X_2 - 0,32 X_1 \cdot X_2 + 2,94 X_2^2 \end{aligned} \quad (4.3)$$

$$\begin{aligned} \text{SÇKM Değeri } (^{\circ}\text{Bx}) = \\ 17,64 + 0,03 X_1 - 3,26 X_2 - 3,25 \cdot 10^{-3} X_1 \cdot X_2 + 0,18 X_2^2 \end{aligned} \quad (4.4)$$

Çizelge 4.6 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM değerleri için tanımlayıcı istatistiki değerleri.

Özellikler	Değerler
Standart Sapma	0,19
Ortalama	6,69
Varyasyon Katsayısı (VK, %)	2,80
Tahminlenmiş Kalıntı Hata Kareler Toplamı (TKHKT)	1,16
Yeterli Kesinlik	89,327
R^2	0,9984
$R^2_{\text{düzeltilmiş}}$	0,9975
$R^2_{\text{tahminlenmiş}}$	0,9932

Çizelge 4.7'deki regresyon analizi sonuçlarına göre varyans enflasyon faktörü (VEF) değerlerinin 1'e eşit olması (VEF<10) çoklu doğrusal bağlantı olmadığını göstermekte olduğu belirtilmektedir (Montgomery, 2013).

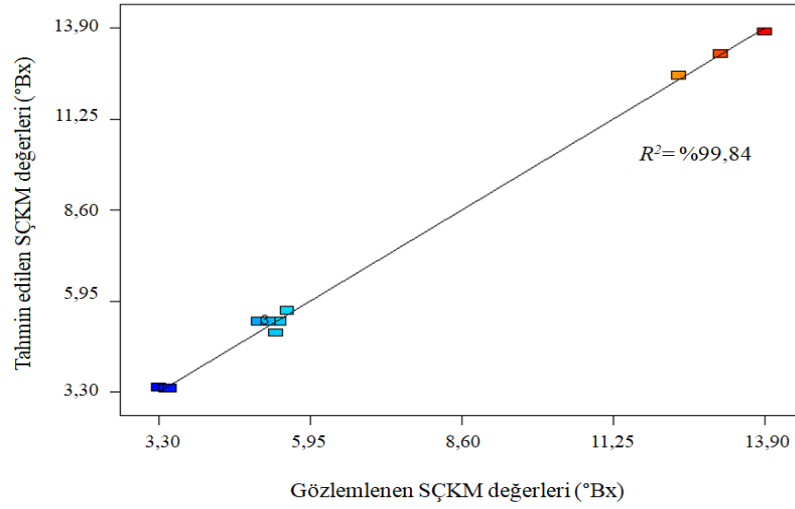
Çizelge 4.7 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM için matematiksel modelin katsayı tahmini ve VEF değeri.

Faktör	Modelin Katsayısı	Serbestlik Derecesi	Standart Hata	%95 Güven Aralığında		VEF
				Düşük Değer	Yüksek Değer	
Kesim	5,34	1	0,071	5,17	5,50	
X_1	0,32	1	0,077	0,14	0,49	1
X_2	-4,87	1	0,077	-5,04	-4,69	1
X_1X_2	-0,32	1	0,094	-0,54	0,11	1
X_2^2	2,94	1	0,10	2,70	3,18	1

Yığın yoğunluktaki değişimi açıklayan en iyi modelin seçiminde Çizelge 4.6'daki ilişkin göstergelerden R^2 , $R^2_{\text{tahminlenmiş}}$ ve $R^2_{\text{düzeltilmiş}}$ 'nin en yüksek değerleri olan denklem 4.3 ve 4.4'teki model olarak belirlenmiştir. Çizelge 4.6'daki R^2 değerleri

denklem 4.3'te verilen matematiksel modelin SÇKM özütlenmesi için ne kadar uyumlu olduğunu göstermektedir. GÖ için ulaşılabilecek SÇKM değerleri denklem 4.3 kullanılarak hesaplanabilmektedir. Ancak denklem 4.3 oluşturulurken yapılan hesaplamalarda ana faktörler için kodlanmış değerleri (-1, 0, +1) kullanıldığından formül kullanılarak yapılacak hesaplamalarda yine kodlanmış değerler kullanılarak hesaplama yapılmalıdır. Gerçek değerler (sıcaklık: 25, 50, 75°C - M:S oranı: 1:2, 1:6, 1:10 g meyve:su mL) kullanılarak denklem 4.4'ten hesaplama yapılması gerekmektedir.

Matematiksel model kullanılarak tahmini SÇKM değerleri hesaplanmış ve bu çalışmada yapılan deneme sonucunda elde edilen değerler ile Şekil 4.1'de karşılaştırılmıştır.

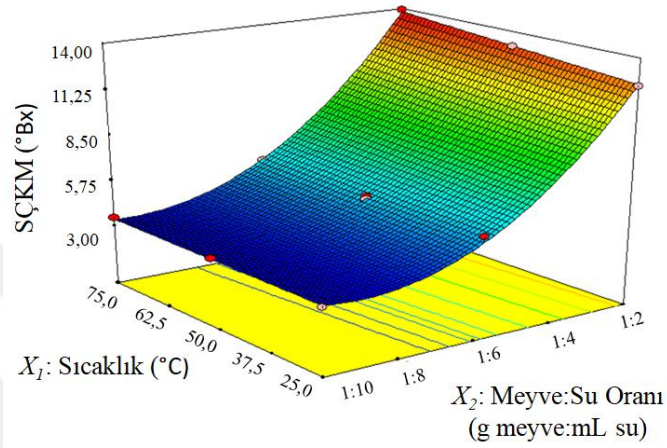


Şekil 4.1 : GÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen SÇKM değerlerinin karşılaştırılması.

Gözlemlenen değerlerin, tahmin edilen değerler ile karşılaştırılması grafiğinde oluşturulan eğriden sapmaların olmaması gerektiği söylenmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011). Şekil 4.1'den de anlaşılacağı üzere tahmin edilen ve gözlemlenen değerler arasında uygun bir korelasyon olduğu ve eğriden sapmaların fazla olmadığı görülmektedir (SÇKM için R^2 değeri: 0,9984). Denemede kullanılan ana faktörlerin birbirleriyle olan etkileşimleri Şekil 4.2'de gösterilmiştir. Şekil 4.2 incelendiğinde M:S oranı ve sıcaklığın artmasıyla örneklerin SÇKM içeriğinin artmasının doğru orantılı olduğu görülmüştür. Başka bir ifade ile aynı miktarda meyve ve fakat farklı miktarlarda su kullanıldığı durumlarda su miktarı azaldıkça özütlerin SÇKM içeriği daha yüksek düzeyde olduğu tespit edilmiştir. Çizelge 4.5'te bireysel olarak

sıcaklığın etkisi incelendiğinde, istatistiksel olarak önemli görülmüş ($0,05 < p < 0,0033$) ve sıcaklığın yaklaşık 75°C olması durumunda Şekil 4.2'de görüldüğü gibi M:S oranının artmasıyla daha yüksek SÇKM değerine ulaşılmasını sağlamıştır.

Literatürde SÇKM değerinin hem sıcaklık (Bakkalbaşı, 2001) hem de M:S oranı ile doğru orantılı olduğunu bildirmektedirler (Şenay, 2009). Bu çalışmada da palmiye meyvelerinden elde edilen özütün SÇKM değerinin; hem sıcaklık hem de M:S oranı ile doğru orantılı olduğu görülmektedir.



Şekil 4.2 : GÖ ile SÇKM özütlenmesinin etkinliği üzerine sıcaklık ve M:S oranının etkisini gösteren yanıt yüzey grafiği.

4.2.1.2. Geleneksel özütleme yönteminde özütleme veriminin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu

Deneme desenindeki üretimler yapıldıktan sonra Çizelge 4.8'deki özüt miktarı, özüt SÇKM miktarı, özütleme sırasında kullanılan hammadde miktarı ve hammaddenin SÇKM miktarları analiz edilmiştir. Denklem 3.20'deki formülde yerlerine konularak özütleme verimleri hesaplanmıştır. Çizelge 4.3'teki deneme desenine hesaplanan özütleme verimleri programa girilerek model optimizasyonu yapılmıştır.

Çizelge 4.8 : YYM deneme desenine göre GÖ yönteminde ÖV değişiminin hesaplanması.

Sayı	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve:mL su)	25 saatin sonunda özütün SÇKM (°Bx)	Özüt Miktarı (mL)	Hammadde Miktarı (g)	Hammadde SÇKM (°Bx)	ÖV (%)
1	50	1:6	5,40	490,50	90,17		42,04
2	25	1:6	5,35	511,50	90,15		43,45
3	50	1:2	13,13	157,30	90,11		32,81
4	25	1:2	12,40	158,30	90,08		31,19
5	50	1:6	5,40	494,00	90,16		42,35
6	50	1:6	5,40	497,00	90,17		42,60
7	75	1:10	3,50	807,00	90,10	69,87	44,87
8	75	1:2	13,90	148,30	90,14		32,73
9	75	1:6	5,55	486,98	90,10		42,93
10	50	1:6	5,04	492,25	90,16		39,39
11	50	1:6	5,22	495,50	90,16		41,06
12	50	1:10	3,43	817,30	90,17		44,50
13	25	1:10	3,30	830,00	90,18		43,47

Çizelge 4.9'da ÖV için matematiksel modellerin varyans analizi sonuçları verilmiştir. Çizelge 4.10'da verilen her deneme sonucu elde edilen özütlerde belirlenen ÖV değerlerinin istatistiksel varyans analizi (ANOVA) sonuçları hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre; X_1 , X_2 , X_2^2 terimleri istatistiksel olarak $p < 0,05$ önem düzeyine göre önemli görülmüştür (Çizelge 4.10). Ancak X_1^2 ve X_1X_2 terimleri önemsiz ($p > 0,05$) olduğu için çizelgede verilmemiştir.

Çizelge 4.9 : GÖ'de ÖV için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.

Varyasyon Kaynağı	Serbestlik Derecesi	F Değeri	p Değeri
Ortalama ve Toplam	1		
Doğrusal ve Ortalama	2	18,99	0,0004
İkili Fraksiyon Etkileşimi ve Doğrusal	1	$8,154 \times 10^{-4}$	0,9778
İkinci Dereceden ve İkili Fraksiyon Etkileşimi	2	13,36	0,0041-Önerildi
Kübik ve İkinci Dereceden Kalıntı	2	0,33	0,7311-Önerilmedi
Toplam	5		
	13		

Çizelge 4.10 : Farklı sıcaklık ve M:S oranları kullanılarak gerçekleştirilen GÖ sonucunda elde edilen özütlerin ÖV değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları (ANOVA).

Değişkenler	Kareler Toplamı	Serbestli Derecesi	Karelerin Ortalaması	F Değeri	p Değeri
Model	262,80	3	87,60	61,04	<0,0001** -Önemli
X_1	0,98	1	0,98	0,68	0,4301 ^{ns}
X_2	217,27	1	217,27	151,39	<0,0001**
X_2^2	44,55	1	44,55	31,04	0,0003**
Kalıntı	12,92	9	1,44		
Model Uyumsuzluğu	6,01	5	1,20	0,70	0,6546 ^{ns} -Önemsiz
Saf Hata	6,90	4	1,73		
Toplam	275,72	12			

* $p < 0,05$, ** $p < 0,001$, ns: $p > 0,05$, X_1 ; sıcaklık, X_2 ; M:S oranını temsil etmektedir.

Çizelge 4.10'da gösterilen verilere göre yanıt için ikinci dereceden terimlerin eklenmesinin modeli önemli ölçüde geliştirdiği belirlenmiştir. Çizelge 4.11'deki ilişkin göstergelerden R^2 , $R^2_{tahminlenmiş}$ ve $R^2_{düzeltilmiş}$ 'nin en yüksek değerleri olan ÖV için en uygun modelin denklem 4.5 ve 4.6'da verilen ikinci dereceden matematiksel model olduğu görülmektedir.

$$\begin{aligned} \text{ÖV Değeri (\%)} = \\ 41,98 + 0,40 X_1 + 6,02 X_2 - 3,71 X_2^2 \end{aligned} \quad (4.5)$$

$$\begin{aligned} \text{ÖV Değeri (\%)} = \\ 23,79 + 0,02 X_1 + 4,29 X_2 - 0,23 X_2^2 \end{aligned} \quad (4.6)$$

Çizelge 4.11 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için tanımlayıcı istatistikî değerler.

Özellikler	Değerler
Standart Sapma	1,20
Ortalama	40,26
Varyasyon Katsayısı (VK, %)	2,98
Tahminlenmiş Kalıntı Hata Kareler Toplamı (TKHKT)	22,38
Yeterli Kesinlik	19,327
R^2	0,9532
$R^2_{düzeltmiş}$	0,9375
$R^2_{tahminlenmiş}$	0,9188

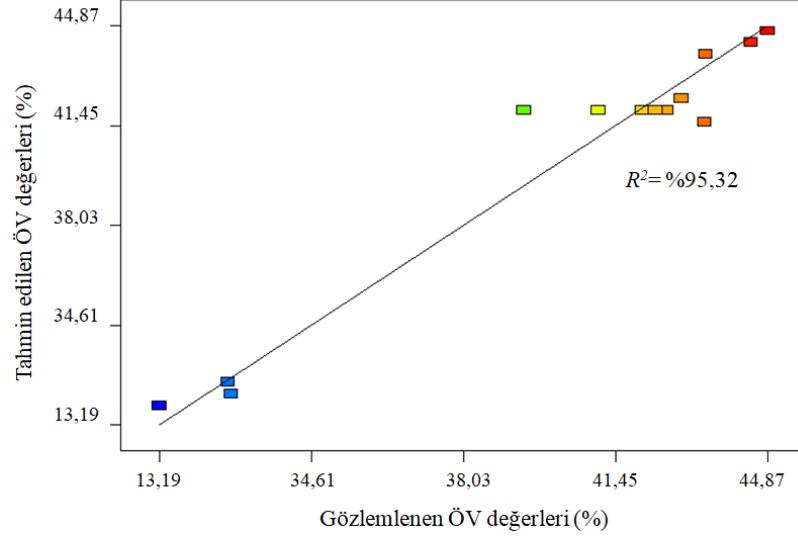
Çizelge 4.12'deki regresyon analizi sonuçlarına göre *VEF* değerlerinin 1'e eşit olması ($VEF < 10$) çoklu doğrusal bağlantı olmadığını göstermektedir.

Çizelge 4.12 : GÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için matematiksel modelin katsayı tahmini ve *VEF* değerleri.

Faktör	Modelin Katsayısı	Serbestlik Derecesi	Standart Hata	%95 Güven Aralığında Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Yüksek Değer	<i>VEF</i>
Kesim	41,98	1	0,45	40,95	43,00	
X_1	0,40	1	0,49	-0,70	1,51	1
X_2	6,02	1	0,49	4,91	7,12	1
X_2^2	-3,71	1	0,67	-5,22	-2,21	1

GÖ için ulaşılabilecek ÖV değerleri denklem 4.5 kullanılarak hesaplanabilmektedir. Ancak denklem 4.5 oluşturulurken yapılan hesaplamalarda ana faktörler için kodlanmış değerler (-1, 0, +1) kullanıldığından formül kullanılarak yapılacak hesaplamalarda yine kodlanmış değerler kullanılarak hesaplama yapılmalıdır. Gerçek değerler (sıcaklık: 25, 50, 75°C M:S oranı: 1:2, 1:6, 1:10 g meyve:mL su) kullanılarak denklem 4.6'da hesaplama yapılması gerekmektedir.

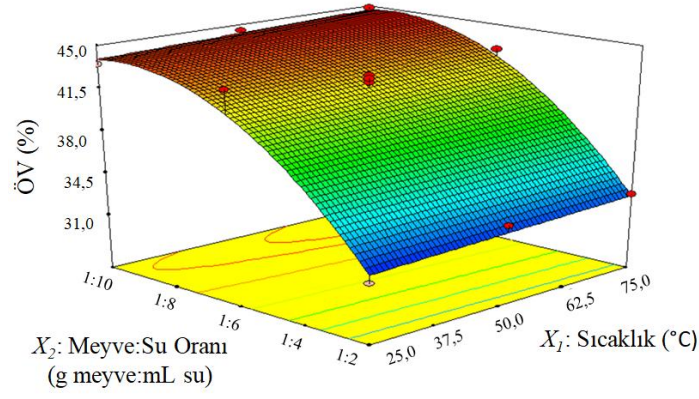
Matematiksel model kullanılarak tahmini ÖV değerleri hesaplanmış ve bu çalışmada yapılan deneme sonucunda elde edilen değerler ile Şekil 4.3'te karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.3 : GÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen ÖV değerlerinin karşılaştırılması.

Şekil 4.3'ten de anlaşılacağı üzere tahmin edilen ve gözlemlenen değerler arasında uygun bir korelasyonun olduğu ve eğriden sapmaların fazla olmadığı görülmektedir (ÖV için R^2 değeri: 0,9532). Denemede kullanılan ana faktörlerin birbirleriyle olan etkileşimleri Şekil 4.4'te gösterilmiştir. Şekil 4.4'e bakıldığında M:S oranının azalması ve sıcaklığın artmasıyla örneklerin ÖV'nin artması görülmektedir. Başka bir ifade ile aynı miktarda meyve ve fakat farklı miktarlarda su kullanıldığı durumlarda su miktarı arttıkça özütlerin ÖV daha yüksek düzeyde bulunmuştur. Çizelge 4.10'da bireysel olarak sıcaklığın etkisi incelendiğinde, her ne kadar istatistiksel olarak önemli görülmesi de ($0,05 < p < 0,4301$) sıcaklığın yaklaşık 75°C olması durumunda Şekil 4.4'te M:S oranının azalmasıyla daha yüksek ÖV değerine ulaşılmasını sağlamıştır.

Literatürde ÖV değerinin sıcaklık ile doğru orantılı (Bakkalbaşı, 2001; Şenay, 2009; Bayar ve diğerleri, 2017; Liu ve diğerleri, 2018b), M:S oranı ile ters orantılı (Şenay, 2009; Zhang ve diğerleri, 2015;) olduğunu belirtmektedirler. Bu çalışmada da palmye meyvelerinden elde edilen özütün ÖV'nin; sıcaklık ile doğru orantılı, M:S oranı ile ters orantılı olduğu görülmektedir.



Şekil 4.4 : GÖ ile ÖV etkinliği üzerine, sıcaklık ve M:S oranının etkisini gösteren yanıt yüzey grafiği.

4.2.1.3. Geleneksel özütlemde optimum noktanın belirlenmesi ve oluşturulan modelin doğrulanması

Süreçlerin optimizasyonunda genellikle sistemin performansını veya ürünün kalite kriterlerini belirleyen çok sayıda yanıtlar eş zamanlı olarak çalışılmaktadır. Bu yanıtların bazılarının en yüksek değerde tutulması, bazılarının en düşük değerde tutulması, bazılarının da kabul edilebilir değerler veya hedef değer olarak alınması istenmektedir. Optimizasyon çalışmasında her bir yanıt için seçilen kriterlere (en yüksek, en düşük, hedef değer atanması veya belli bir aralıkta olması) bağlı olarak farklı "istenilirlik fonksiyonu" metodu kullanıldığı söylenmektedir. Birçok durumda yanıtlar birbirleri ile rekabet halindedir, diğer bir ifadeyle bir yanıtın geliştirilmesinin diğer bir yanıt üzerinde olumsuz bir etki oluşturabileceği vurgulanmaktadır. Bu sebeple, optimizasyon çalışmalarında sistemi karakterize eden tüm yanıtların hep birlikte ele alınması gerektiği söylenmektedir. Ancak bu durumda optimizasyonun oldukça karmaşık bir hal aldığı bildirilmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). Çok yanıtli optimizasyon problemlerinin çözümünde; doğrusal olmayan programlama yaklaşımı, yanıtların izohips eğrileri çizilerek üst üste yerleştirilmesi ve istenilirlik fonksiyonu yaklaşımı gibi yaklaşımlar kullanıldığı belirtilmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010; Tunç ve diğerleri, 2014).

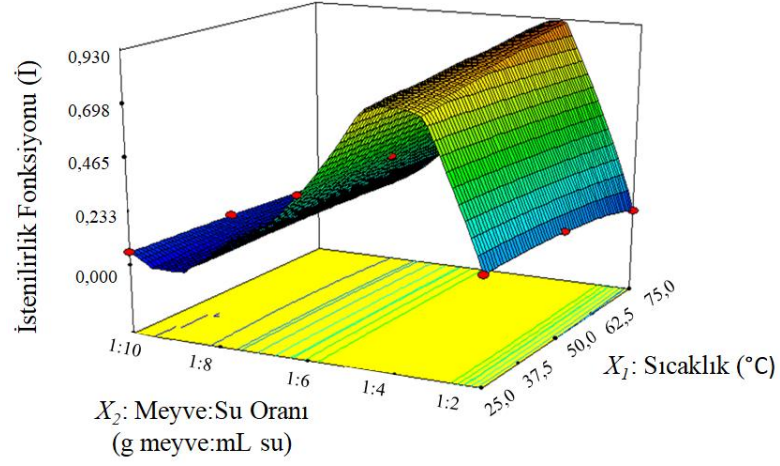
SÇKM ve ÖV modellerinin katsayılarına bağlı olarak eyer şeklinde izohips eğrileri Şekil 4.2 ve 4.4'te görülmektedir. Eyer şeklindeki izohips eğrilerinin eyer noktası durgun tepe ya da yükselen/azalan tepe koşullarını ifade etmektedir. Yanıt yüzeyinin eyer şeklindeki yüzeyler iç etkileşimin önemli olduğunu göstermektedir. Ancak bu yaklaşım çok sayıda bağımlı ve bağımsız değişkenin (dört veya daha fazla) bir arada

incelendiği durumlar için kullanışlılığını kaybetmektedir. Ayrıca, yanıtların çok farklı skalaya sahip olmasının da aynı grafik üzerinde gösterilebilmelerini de zorlaştıracağı bildirilmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). İstenilirlik fonksiyonu ilkesi, tüm yanıtların boyutsuz istenilirlik skalasını içeren tek bir fonksiyon altında toplanmasını ve bu fonksiyonun arzu edilen sonuçları verecek şekilde maksimize edilmesini içermektedir. Farklı skalaya sahip yanıtların birlikte incelenebilmesi, yanıtların kullanılabilmesi bu yöntemin önemli avantajlarından olduğu söylenmektedir. İstenilirlik fonksiyonu tüm yanıtların bir araya getirildiği 0 ve 1 arasında değişen tek bir yanıt indeksidir. İstenilirlik fonksiyonu değerinin 1'e yaklaşması, araştırmacının belirlediği kriterleri sağladığı ve bağımlı değişkenin optimum değerinde olduğunun bir göstergesi olacağı bildirilmektedir (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010; İlbay, 2016). İstenilirlik fonksiyonu her yanıt için ayrı ayrı hesaplanır ve daha sonra bu bireysel fonksiyonların geometrik ortalaması alınarak tek bir toplu İ değeri oluşturulmaktadır (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). İ değeri; 1: mükemmel, 1-0,8 çok iyi, 0,8-0,63 iyi, 0,63-0,37 yeterli, 0,37-0,20 kötü ve 0,2-0 çok kötü olarak sınıflandırılmaktadır (Özdikicierler ve diğerleri, 2016). Çizelge 4.13'te seçilen optimum noktadaki istenilirlik değeri 0,923 olarak çok iyi kategorisinde olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.13 : GÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum noktadaki istenilirlik fonksiyonu değişimi.

Optimum Noktalar	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve:mL su)	SÇKM (°Bx)	ÖV (%)	İstenilirlik Fonksiyonu (İ)
1	75,00	1:3,91	9,17	38,22	0,923-Seçilmiş
2	75,00	1 :3,96	9,07	38,34	0,923
3	75,00	1:3,83	9,34	38,02	0,923
4	75,00	1 :3,79	9,42	37,93	0,922

Şekil 4.5'teki grafikte GÖ yöntemi için istenilirlik fonksiyonu yaklaşımı ve İ değeri görülmektedir.



Şekil 4.5 : GÖ yönteminde istenilirlik fonksiyonu yaklaşımının yanıt yüzey grafiği.

YYM optimizasyon hesaplamalarında optimum SÇKM ve ÖV değerlerine ulaşabilmek amacıyla bu çalışmada denenen özütleme parametreleri için Çizelge 4.13 ve Çizelge 4.14'te görüldüğü üzere optimum değerler belirlenmiştir. YYM sonuçlarına göre 75°C özütleme sıcaklığı, 1:3,9 g meyve:mL su M:S oranı (İ: 0,923) kullanılarak gerçekleştirilecek olan bir çalışmada tahmin edilecek olan SÇKM 9,17°Bx ve ÖV %38,22 olmalıdır.

Çizelge 4.14 : GÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum nokta.

Faktör	İsim	Değer	Alt Değer	Üst Değer	Standart Sapma	Gerçek-Kodlanan Değer	
X_1	Sıcaklık (°C)	75,00	25,00	75,00	0,000	Gerçek	
X_2	M:S oranı (g meyve : mL su)	1:3,91	1:2,00	1:10,00	0,000	Gerçek	
Yanıt	Tahmin	Ortalama Standart Sapma	%95 Güven Aralığında Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Yüksek Değer	Tahminlenen Standart Sapma	%95 Güven Aralığında Tahminlenen Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Tahminlenen Yüksek Değer
SÇKM (°Bx)	9,17	0,11	8,91	9,43	0,22	8,67	9,68
ÖV (%)	38,22	0,66	36,73	39,70	1,37	35,13	41,31

Optimum noktalarda doğrulama denemeleri yapılmaktadır. Optimizasyonda tahminlenen değerler ile doğrulama denemeleri arasındaki fark (hata değeri (%)) hesaplanmaktadır. Bu farkın %15'in altında olması beklenmektedir (Özdikicierler ve diğerleri, 2016). Bu çalışmada elde edilen veriler kullanılarak oluşturulan modelin ve optimum koşulun doğrulanması için belirlenen optimum özütleme koşullarında doğrulama testleri gerçekleştirilmiştir. Bu şartlar altında gerçekleştirilen doğrulama çalışmaları sonucunda 5 paralel özütün ortalama SÇKM 8,90°Bx ve ÖV %41,46 olarak belirlenmiştir. Doğrulama testleri sonucunda belirlenen SÇKM ve ÖV değerinin matematiksel model kullanılarak hesaplanan değer ile uyumlu olduğu görülmektedir (Çizelge 4.15). Çizelge 4.15'te hata değeri denklem 4.7'ye (Özdikicierler ve diğerleri, 2016) göre hesaplanmıştır. Çizelge 4.15'teki hata değerlerinin SÇKM ve ÖV yanıtları için sırasıyla %2,94 ve %8,48 olarak belirlenmiştir, elde edilen değerlerin %15'in altında olduğu gözlenmiştir.

$$\text{Hata Değeri (\%)} = \left[\frac{(\text{Tahminlenen değer} - \text{Deneysel değer})}{\text{Tahminlenen değer}} \right] \times 100 \quad (4.7)$$

Çizelge 4.15 : GÖ yöntemi ile elde edilen modelin doğrulanması.

İstenilirlik Fonksiyonu (İ)	Yanıtlar	YYM ile Tahminlenen Değer	Deneysel Olarak Gözlemlenen Değer	Hata Değeri (%)
0,923	SÇKM (°Bx)	9,17	8,90	2,94
	ÖV (%)	38,22	41,46	8,48

4.2.2. Ultrases destekli özütleme sonuçları

Bu çalışmada palmiye meyvelerinin UÖ yönteminin parametreleri olan özütleme sıcaklığı, M:S oranı ve ultrases gücünün palmiye meyvesinin özütlenmesi üzerine etkileri incelenmiş ve söz konusu parametreler için en yüksek SÇKM ve ÖV'nin elde edilebileceği bir optimizasyon modeli oluşturulmuştur. UÖ'nün deneme deseni ve yanıtları Çizelge 4.16'da verilmiştir. Çizelge 4.16'daki kodlanmış ve gerçek değerler denklem 4.8, 4.9 ve 4.10'da yerine konularak hesaplanmıştır.

$$\text{Kodlanmış Sıcaklık Değerleri} = \frac{(T-50)}{25} \quad (4.8)$$

$$\text{Kodlanmış M: S Oranı Değerleri} = \frac{(W-6)}{4} \quad (4.9)$$

$$\text{Kodlanmış Ultrases gücü Değerleri} = \frac{(T-50)}{30} \quad (4.10)$$

Çizelge 4.16 : UÖ yönteminin deneme deseni ve yanıtları.

Sayı	Bağımsız Değişkenler						Bağımlı Değişkenler (Yanıtlar)		
	Kodlanmış Değerler			Gerçek Değerler			*SÇKM (°Bx)	ÖV (%)	
	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve:mL su)	Ultrases Gücü (%)	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve:mL su)	Ultrases Gücü (%)			
1	F	-1	0	+1	25	1:6	80	3,9	31,06
2	F	+1	0	-1	75	1:6	20	5,4	42,86
3	F	0	+1	+1	50	1:10	80	2,9	38,66
4	F	-1	0	-1	25	1:6	20	3,9	31,84
5	F	+1	+1	0	75	1:10	50	3,2	41,78
6	F	+1	-1	0	75	1:2	50	13,8	33,11
7	F	0	-1	+1	50	1:2	80	12,4	30,85
8	F	-1	+1	0	25	1:10	50	2,0	26,98
9	F	0	-1	-1	50	1:2	20	12,1	30,76
10	F	0	+1	-1	50	1:10	20	2,6	34,67
11	F	+1	0	+1	75	1:6	80	5,6	43,74
12	F	-1	-1	0	25	1:2	50	9,8	24,13
13	O	0	0	0	50	1:6	50	4,7	38,15
14	O	0	0	0	50	1:6	50	4,5	39,67
15	O	0	0	0	50	1:6	50	4,8	38,48
16	O	0	0	0	50	1:6	50	4,9	39,67
17	O	0	0	0	50	1:6	50	4,7	39,42

F; faktöriyel nokta, O; orta noktaları ifade eder. *5 saat özütlemenin sonundaki SÇKM değerleridir.

4.2.2.1. Ultrases destekli özütleme yönteminde suda çözünür kuru madde özütlenmesinin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu

5 saat özütlemeyen sonra elde edilen özütün; vakum yardımıyla kaba filtre kağıdından süzülüp, buz banyosunda yaklaşık 20°C sıcaklığa kadar soğutulmasının ardından SÇKM miktarları belirlenmiş, sonuçlar Çizelge 4.16'da verilmiştir.

SÇKM için matematiksel modellerin varyans analizi sonuçları Çizelge 4.17'de görülmektedir. Çizelge 4.18'de verilen her deneme sonucu elde edilen özütlerde belirlenen SÇKM değerlerine ait istatistiksel varyans analizi (ANOVA) sonuçları hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre; X_1 , X_2 , X_3 , X_1X_2 ve X_2^2 terimleri istatistiksel olarak $p<0,05$ önem düzeyine göre önemli görülmüştür (Çizelge 4.18). Ancak X_1^2 , X_3^2 , X_1X_3 ve X_2X_3 terimleri önemsiz ($p>0,05$) olduğu için çizelgede verilmemiştir.

Çizelge 4.17 : UÖ'de SÇKM için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.

Varyasyon Kaynağı	Serbestlik Derecesi	F Değeri	p Değeri
Ortalama ve Toplam	1		
Doğrusal ve Ortalama	3	24,65	<0,0001
İkili Fraksiyon Etkileşimi ve Doğrusal	3	0,22	0,8827
İkinci Dereceden ve İkili Fraksiyon Etkileşimi	3	106,03	<0,0001-Önerildi
Kübik ve İkinci Dereceden	3	8,56	0,0325-Önerilmedi
Kalıntı	4		
Toplam	17		

Farklı üretim koşullarıyla elde edilen palmye meyvesi özütlerinin SÇKM değerleri üzerine etkileri Çizelge 4.18'de bireysel olarak veya ana faktörlerin birbirleriyle olan etkileşimlerinden istatistiksel açıdan önemli ($p<0,05$ veya $p<0,01$) olanlar incelenmiş olup model uyumsuzluğunun ($0,05<p: 0,0716$) önemsiz olduğu görülmektedir. Çizelge 4.18'e göre yanıt için ikinci dereceden terimlerin eklenmesinin modeli önemli ölçüde geliştirdiği gözlenmektedir. Dolayısı ile SÇKM özütleme için en uygun modelin denklem 4.11 ve 4.12'de verilen ikinci dereceden matematiksel model olduğu görülmektedir. Modelin yeterliliğine bakıldığında Çizelge 4.19'daki R^2 , $R^2_{tahminlenmiş}$ ve $R^2_{düzeltilmiş}$ değerleri denklem 4.11'de verilen matematiksel modelin SÇKM özütlenmesi için ne kadar uyumlu olduğunu vermektedir.

Çizelge 4.18 : Farklı sıcaklık, M:S oranı ve ultrases güçleri kullanılarak gerçekleştirilen UÖ sonucunda elde edilen özütlerin SÇKM değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları (ANOVA).

Değişkenler	Kareler Toplamı	Serbestli Derecesi	Karelerin Ortalaması	F Değeri	p Değeri
Model	215,20	5	43,04	561,02	<0,0001** -Önemli
X_1	8,82	1	8,82	114,97	<0,0001**
X_2	174,84	1	174,84	2279,09	<0,0001**
X_3	0,080	1	0,080	1,04	0,3291 ^{ns}
X_1X_2	1,96	1	1,96	25,55	0,0004**
X_2^2	29,49	1	29,49	384,44	<0,0001**
Kalıntı	0,84	11	0,077		
Model Uyumsuzluğu	0,76	7	0,11	4,91	0,0716 ^{ns} -Önemsiz
Saf Hata	0,088	4	0,022		
Toplam	216,04	16			

* $p < 0,05$ ve ** $p < 0,01$, ns: $p > 0,05$, X_1 ; sıcaklık, X_2 ; M:S oranı ve X_3 ; ultrases gücünü temsil etmektedir.

SÇKM Değeri ($^{\circ}\text{Bx}$) =

$$4,71 + 1,05 X_1 - 4,68 X_2 + 0,10 X_3 - 0,70 X_1 \cdot X_2 + 2,64 X_2^2 \quad (4.11)$$

SÇKM Değeri ($^{\circ}\text{Bx}$) =

$$13,29 + 0,084X_1 - 2,80X_2 + 3,33 \cdot 10^{-3}X_3 - 7,00 \cdot 10^{-3}X_1 \cdot X_2 + 0,17X_2^2 \quad (4.12)$$

Çizelge 4.19 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM değerleri için tanımlayıcı istatistiksel değerleri.

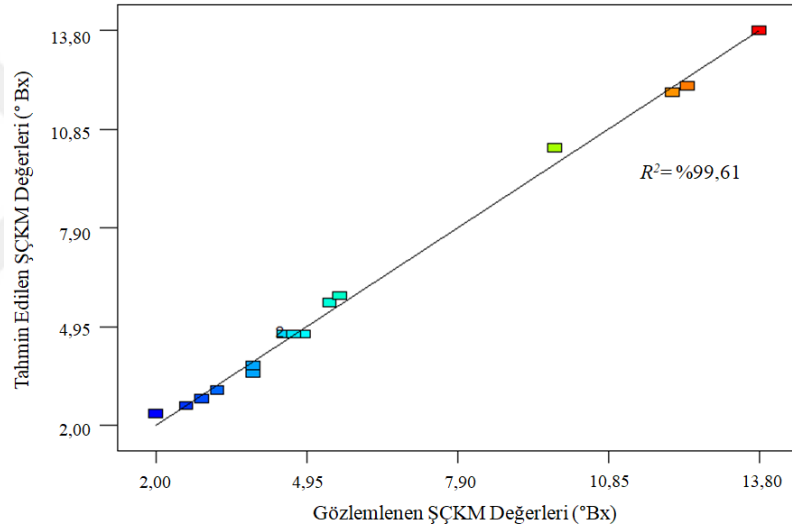
Özellikler	Değerler
Standart Sapma	0,28
Ortalama	5,95
Varyasyon Katsayısı (VK, %)	4,65
Tahminlenmiş Kalıntı Hata Kareler Toplamı (TKHKT)	3,67
Yeterli Kesinlik	69,584
R^2	0,9961
$R^2_{\text{düzeltilmiş}}$	0,9943
$R^2_{\text{tahminlenmiş}}$	0,9830

Çizelge 4.20'deki regresyon analizi sonuçlarına göre VEF değerlerinin 1'e eşit olması ($VEF < 10$) çoklu doğrusal bağlantı olmadığını göstermektedir. UÖ için ulaşılabilecek SÇKM değerleri denklem 4.11 kullanılarak hesaplanabilmektedir. Ancak denklem 4.11 oluşturulurken yapılan hesaplamalarda ana faktörler için kodlanmış değerler (-1, 0, +1) kullanıldığından formül kullanılarak yapılacak hesaplamalarda yine kodlanmış değerler kullanılarak hesaplama yapılması gerekmektedir. Gerçek değerler (sıcaklık; 25, 50, 75°C, M:S oranı; 1:2, 1:6, 1:10 g meyve:mL su ve ultrases gücü; %20, 50, 80) kullanılarak denklem 4.12 yardımıyla hesaplama yapılması gerekmektedir.

Çizelge 4.20 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan SÇKM için matematiksel modelin katsayı tahmini ve VEF değerleri.

Faktör	Modelin Katsayısı	Serbestlik Derecesi	Standart Hata	%95 Güven Aralığında Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Yüksek Değer	VEF
Kesim	4,71	1	0,092	4,51	4,91	
X_1	1,05	1	0,098	0,83	1,27	1,00
X_2	-4,68	1	0,098	-4,89	-4,46	1,00
X_3	0,100	1	0,098	-0,12	0,32	1,00
X_1X_2	-0,70	1	0,14	-1,00	-0,40	1,00
X_2^2	2,64	1	0,13	2,34	2,94	1,00

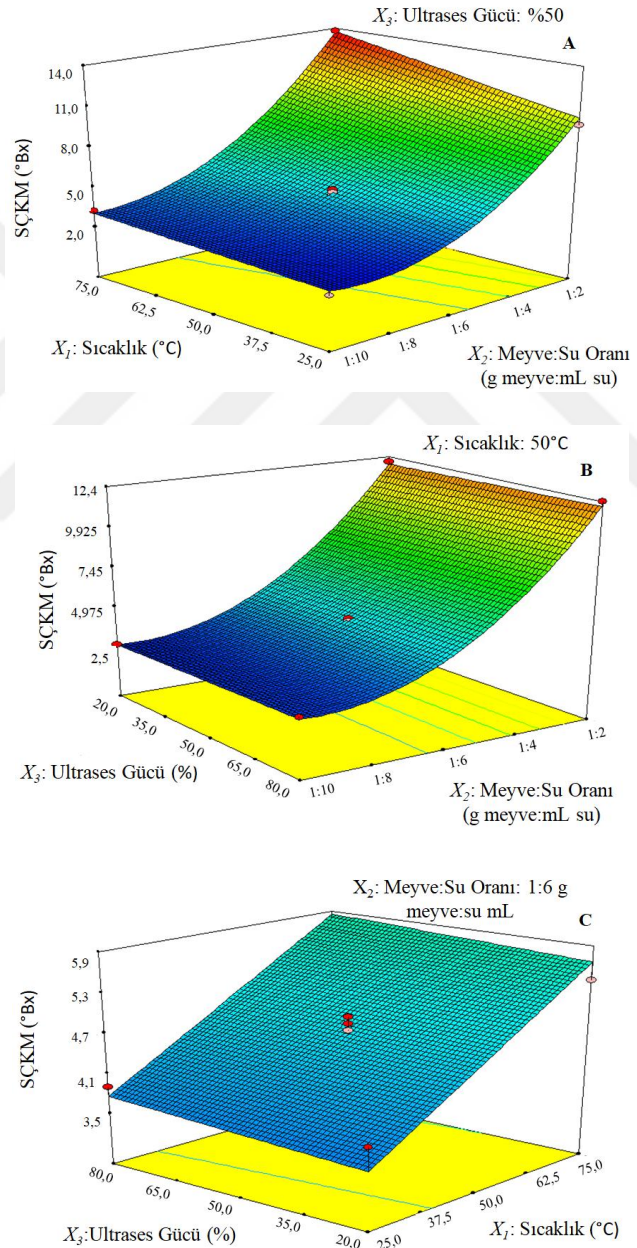
Matematiksel model kullanılarak tahmini SÇKM değerleri hesaplanmış ve bu çalışmada yapılan deneme sonucunda elde edilen değerler ile Şekil 4.6'da karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.6 : UÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen SÇKM değerlerinin karşılaştırılması.

Şekil 4.6'dan da anlaşılacağı üzere tahmin edilen ve gözlemlenen değerler arasında uygun bir korelasyonun olduğu ve eğriden sapmaların fazla olmadığı görülmektedir (SÇKM için R^2 değeri: 0,9961). Elde edilen yanıt yüzey grafikleri; bağımsız değişkenlerden herhangi birinin deneysel tasarımın orta noktasında sabit tutulup, diğer iki bağımsız değişkenin sonsuz sayıdaki kombinasyonlarını verdiğini bildirmektedirler (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). Bağımsız değişkenlerin, birbiriyle olan etkileşimini ve bağımlı değişkene etkilerini görebilmek için Yağcıoğlu (2015)'nin çalışmasında olduğu gibi bir bağımsız değişken orta noktada sabit tutulup, diğer iki değişkenin yanıt yüzey grafikleri Şekil 4.7'de verilmiştir.

M:S oranı ve sıcaklığın artmasıyla örneklerin SÇKM içeriklerinde meydana gelen artışın doğru orantılı olduğu görülmüştür (Şekil 4.7.A). Başka bir ifade ile aynı miktarda meyve fakat farklı miktarlarda su kullanıldığı durumlarda su miktarı azaldıkça özütlerin SÇKM içeriği daha yüksek düzeyde bulunmuştur. Sonuç olarak palmye meyvelerinden elde edilen özütün SÇKM değerlerinin; hem sıcaklık hem de M:S oranı ile doğru orantılı olarak değiştiği görülmektedir. Ultrases gücünün; M:S oranı (Şekil 4.7.B) ve sıcaklık (Şekil 4.7.C) ile etkileşimi sonucunda SÇKM değeri üzerine etkisinin düşük düzeylerde olduğu görülmektedir.



Şekil 4.7 : UÖ ile SÇKM özütlenmesinin etkinliği üzerine; sıcaklık, M:S oranı ve ultrases gücünün etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri (A) X_1X_2 'nin yanıt yüzey grafiği, (B) X_2X_3 'ün yanıt yüzey grafiği, (C) X_1X_3 'ün yanıt yüzey grafiği.

4.2.2.2. Ultrases destekli özütleme yönteminde özütleme veriminin yanıt yüzey metodu ile optimizasyonu

Deneme deseninde belirlenen üretimler yapıldıktan sonra Çizelge 4.21'deki özüt miktarı, özüt SÇKM miktarı, özütleme sırasında kullanılan hammadde miktarı ve hammaddenin SÇKM miktarları analiz edilmiş, elde edilen değerler denklem 3.20'de yerine konularak özütleme verimleri hesaplanmıştır.



Çizelge 4.21 : YYM deneme desenine göre UÖ yönteminde ÖV değişiminin hesaplanması.

No	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve:mL su)	Ultrases gücü (%)	5 saatin sonunda son özütün SÇKM (°Bx)	Özüt Miktarı (mL)	Hammadde Miktarı (g)	Hammadde SÇKM (°Bx)	ÖV (%)
1	50	1:2	20	12,10	160,00	90,07		30,76
2	25	1:10	50	2,00	849,33	90,11		26,98
3	25	1:6	20	3,90	514,00	90,12		31,84
4	75	1:6	20	5,40	499,67	90,11		42,86
5	50	1:2	80	12,40	156,67	90,13		30,85
6	50	1:6	50	4,70	510,67	90,05		38,15
7	75	1:2	50	13,80	151,00	90,09		33,11
8	50	1:10	80	2,90	840,67	90,25		38,66
9	25	1:2	50	9,80	155,00	90,09	69,87	24,13
10	25	1:6	80	3,90	501,33	90,11		31,06
11	50	1:6	50	4,50	553,52	90,11		39,56
12	50	1:6	50	4,80	504,67	90,12		38,48
13	75	1:6	80	5,60	491,67	90,11		43,74
14	50	1:10	20	2,60	839,33	90,09		34,67
15	75	1:10	50	3,20	822,00	90,12		41,78
16	50	1:6	50	4,90	509,50	90,08		39,67
17	50	1:6	50	4,70	528,05	90,12		39,42

ÖV için matematiksel modellerin varyans analizi sonuçları Çizelge 4.22'de, her deneme sonucu elde edilen özütlerde belirlenen ÖV değerlerinin varyans analizi (ANOVA) sonuçları Çizelge 4.23'te verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; X_1 , X_2 , X_3 , X_1X_2 , X_2X_3 , X_1^2 , ve X_2^2 terimleri istatistiksel olarak $p < 0,05$ önem düzeyine göre önemli görülmüştür (Çizelge 4.23). Ancak X_3^2 ve X_1X_3 terimleri önemsiz ($p > 0,05$) olduğu için çizelgede verilmemiştir.

Çizelge 4.22 : UÖ'de ÖV için bağımsız değişkenlerden elde edilecek matematiksel modellerin varyans analizi.

Varyasyon Kaynağı	Serbestlik Derecesi	F Değeri	p Değeri
Ortalama ve Toplam	1		
Doğrusal ve Ortalama	3	8,94	0,0015
İkili Fraksiyon Etkileşimi ve Doğrusal	3	0,27	0,8566
İkinci Dereceden ve İkili Fraksiyon Etkileşimi	3	91,48	<0,0001-Önerildi
Kübik ve İkinci Dereceden	3	1,38	0,0291-Önerilmedi
Kalıntı Hatası	4		
Toplam	17		

Çizelge 4.23 : Farklı sıcaklık, M:S oranı ve ultrases güçleri kullanılarak gerçekleştirilen UÖ sonucunda elde edilen özütlerin ÖV değerlerine ait istatistiksel varyans analizi sonuçları (ANOVA).

Değişkenler	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Karelerin Ortalaması	F Değeri	p Değeri
Model	516,75	7	73,82	135,02	<0,0001**-Önemli
X_1	281,72	1	281,72	515,25	<0,0001**
X_2	67,50	1	67,50	123,45	<0,0001**
X_3	2,18	1	2,18	3,98	0,0771 ^{ns}
X_1X_2	8,46	1	8,46	15,48	0,0034*
X_2X_3	3,82	1	3,82	6,98	0,0268*
X_1^2	15,98	1	15,98	29,23	0,0004**
X_2^2	131,53	1	131,53	240,56	<0,0001**
Kalıntı		9	0,55		
Model Uyumsuzluğu		5	0,60	1,25	0,4272 ^{ns} -Önemsiz
Saf Hata		4	0,48		
Toplam		16			

* $p < 0,05$ ve ** $p < 0,01$, ns: $p > 0,05$, X_1 ; sıcaklık, X_2 ; M:S oranı ve X_3 ; ultrases gücünü temsil etmektedir.

Çizelge 4.23'te gösterilen verilere göre yanıt için ikinci dereceden terimlerin eklenmesinin modeli önemli ölçüde geliştirdiği belirlenmiştir. Dolayısı ile özütleme verimi için en uygun modelin denklem 4.13 ve 4.14'te verilen ikinci dereceden

matematiksel model olduğu görülmektedir. Çizelge 4.24'teki R^2 , $R^2_{tahminlenmiş}$ ve $R^2_{düzeltilmiş}$ değerleri denklem 4.13 ve 4.14'te verilen matematiksel modelin ÖV için ne kadar uyumlu olduğunu vermektedir.

$$\begin{aligned} \text{ÖV Değeri (\%)} = & \\ & 39,17 + 5,93 X_1 + 2,90 X_2 + 0,52 X_3 + 1,45 X_1 \cdot X_2 + 0,98 X_2 \cdot X_3 - \\ & 1,95 X_1^2 - 5,58 X_2^2 \end{aligned} \quad (4.13)$$

$$\begin{aligned} \text{ÖV Değeri (\%)} = & \\ & 8,54 + 0,46 X_1 + 3,78 X_2 - 0,03 X_3 + 0,02 X_1 \cdot X_2 + 8,14 \cdot 10^{-3} X_2 \cdot X_3 - \\ & 3,11 \cdot 10^{-3} X_1^2 - 0,35 X_2^2 \end{aligned} \quad (4.14)$$

Çizelge 4.24 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için tanımlayıcı istatistik değerler.

Özellikler	Değerler
Standart Sapma	0,74
Ortalama	35,63
Varyasyon Katsayısı (VK, %)	2,08
Tahminlenmiş Kalıntı Hata Kareler Toplamı (TKHKT)	20,02
Yeterli Kesinlik	38,288
R^2	0,9906
$R^2_{düzeltilmiş}$	0,9832
$R^2_{tahminlenmiş}$	0,9616

Çizelge 4.25'teki regresyon analizi sonuçlarına göre VEF değerlerinin 1'e eşit olması ($VEF < 10$) çoklu doğrusal bağlantı olmadığını göstermektedir.

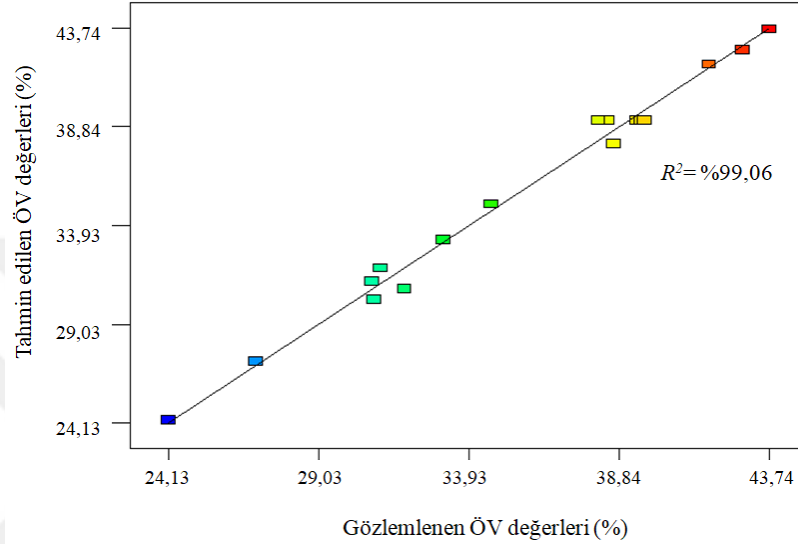
Çizelge 4.25 : UÖ yönteminin yanıtlarından biri olan ÖV için matematiksel modelin katsayı tahmini ve VEF değerleri.

Faktör	Modelin Katsayısı	Serbestlik Derecesi	Standart Hata	%95 Güven Aralığında Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Yüksek Değer	VEF
Kesim	39,17	1	0,29	38,51	39,84	
X_1	5,93	1	0,26	5,34	6,53	1,00
X_2	2,90	1	0,26	2,31	3,50	1,00
X_3	0,52	1	0,26	-0,070	1,11	1,00
$X_1 X_2$	1,45	1	0,37	0,62	2,29	1,00
$X_2 X_3$	0,98	1	0,37	0,14	1,81	1,00
X_1^2	-1,95	1	0,36	-2,76	-1,13	1,00
X_2^2	-5,58	1	0,36	-6,40	-4,77	1,00

UÖ için ulaşılabilecek ÖV değerleri denklem 4.13 kullanılarak hesaplanabilmektedir. Ancak denklem 4.13 oluşturulurken yapılan hesaplamalarda ana faktörler için kodlanmış değerler (-1, 0, +1) kullanıldığından formül kullanılarak yapılacak

hesaplamalarda yine kodlanmış değerler kullanılarak hesaplama yapılması gerekmektedir. Gerçek değerler (sıcaklık: 25, 50, 75°C, M:S oranı: 1:2, 1:6, 1:10 g meyve:mL su ve ultrases gücü: %20, 50, 80) kullanılarak denklem 4.14'e göre hesaplama yapılması gerekmektedir.

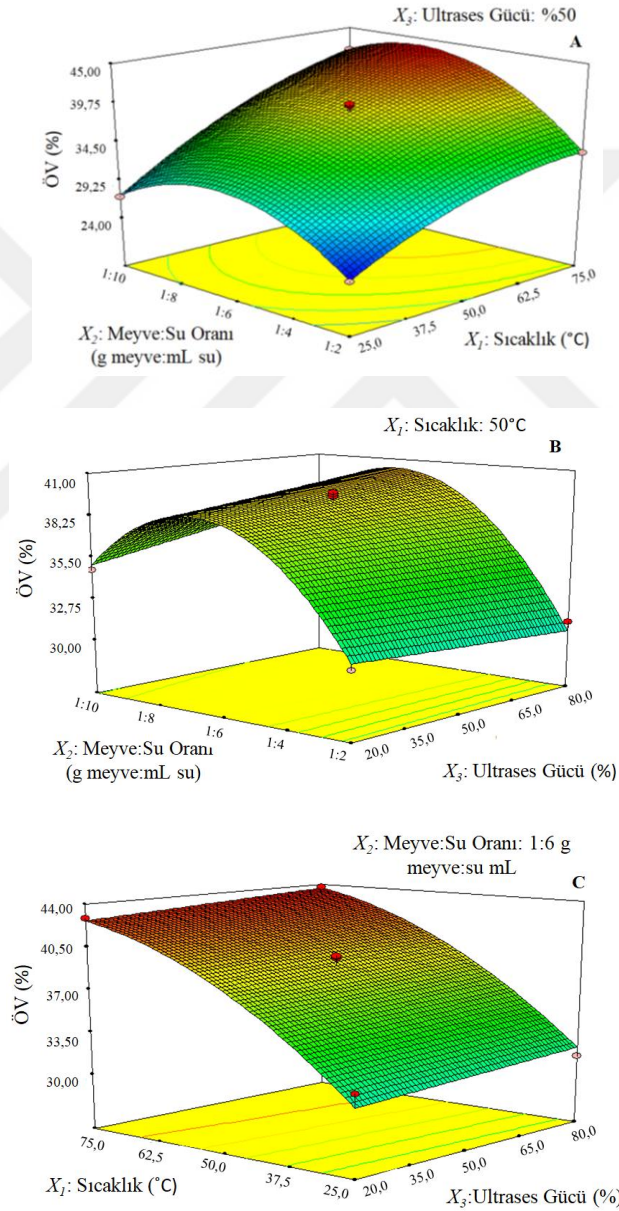
Matematiksel model kullanılarak tahmini ÖV değerleri hesaplanmış ve bu çalışmada yapılan deneme sonucunda elde edilen değerler ile karşılaştırılmıştır (Şekil 4.8).



Şekil 4.8 : UÖ yönteminde tahmin edilen ve gözlemlenen ÖV değerlerinin karşılaştırılması.

Şekil 4.8'den anlaşılacağı üzere tahmin edilen ve gözlemlenen değerler arasında uygun bir korelasyonun olduğu ve eğriden sapmaların fazla olmadığı görülmektedir (ÖV için R^2 değeri: 0,9906). Katsayılarla bağlı olarak izohips eğrilerinin dairesel, eliptik ya da eyer şeklinde olması; en yüksek nokta, en düşük nokta, (eyer noktası) durgun tepe ya da yükselen/azalan tepe koşullarını verebilmektedir. Yanıt yüzeyinin dairesel olması, değişkenler arasındaki etkileşimin ihmal edilebilir olduğunu, elips ya da eyer şeklindeki yüzeyler iç etkileşimin önemli olduğunu göstermektedir. En küçük elips ya da dairesel şekil ile sınırlandırılmış yüzey öngörülen en yüksek veya en düşük yanıtı vereceğini bildirmektedirler (Koç ve Kaymak Ertekin, 2010). Denemede kullanılan ana faktörlerin birbirleriyle olan etkileşimleri yani yanıt yüzey grafikleri Şekil 4.9'da verilmiştir. Şekil 4.9.A ve 4.9.C'ye bakıldığında sıcaklığın artmasıyla ÖV değerinin arttığı görülmektedir. Sıcaklığın en yüksek değerde olduğu ama M:S oranınının 1:6-1:8 g meyve:mL su aralığında olması durumunda ÖV'nin en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir (Şekil 4.9.A). Şekil 4.9.B'deki grafik incelendiğinde ise M:S oranı ve ultrases gücünün birbirleriyle olan etkileşimleri sonucunda ÖV

değerini hem düşürdüğü hem de yükselttiği görülmüştür. Şekil 4.9.B'de bağımsız değişkenlerden biri olan M:S oranı en yüksek (1:2) değerde iken, ultrases gücünü arttırdığımızda ÖV değerinin düştüğü belirlenmiştir. M:S oranı en düşük (1:10) değerdeyken, ultrases gücünü arttırdığımızda ÖV değerinin arttığı görülmüştür. Şekil 4.9.B'de en yüksek ÖV değeri için M:S oranının orta değerleri olan 1:4-1:8 g meyve:mL su aralığında ve ultrases gücünün en yüksek değeri olan %80'de olduğu tespit edilmiştir. Şekil 4.9.C'deki grafik incelendiğinde ultrases gücündeki değişimin ÖV üzerine etkisinin düşük düzeyde olduğu görülmektedir.



Şekil 4.9 : UÖ ile ÖV etkinliği üzerine; sıcaklık, M:S oranı ve ultrases gücünün etkisini gösteren yanıt yüzey grafikleri (A) X_1X_2 'nin yanıt yüzey grafiği, (B) X_2X_3 'ün yanıt yüzey grafiği, (C) X_1X_3 'ün yanıt yüzey grafiği.

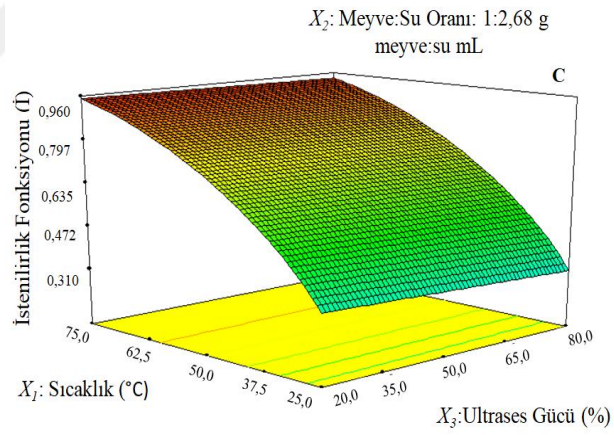
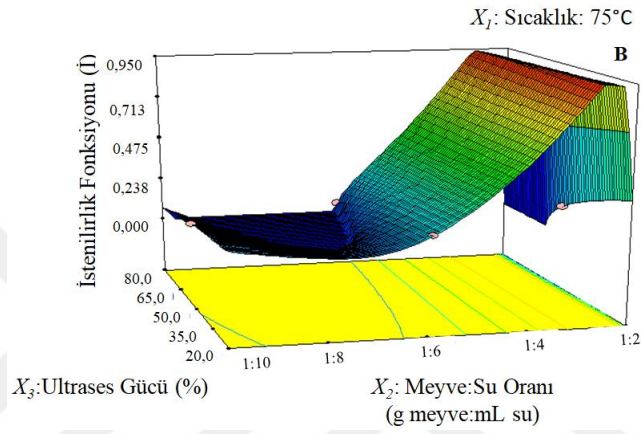
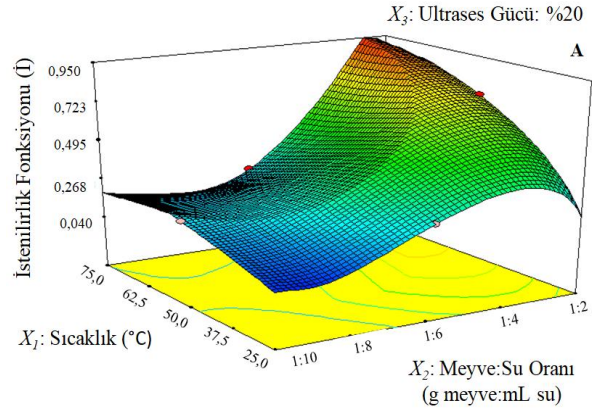
4.2.2.3. Ultrases destekli özütlemde optimum noktanın belirlenmesi ve oluşturulan modelin doğrulanması

Seçilen optimum noktadaki istenilirlik fonksiyonu değeri 0,950 (çok iyi kategorisindedir) olarak hesaplanmıştır (Çizelge 4.26).

Çizelge 4.26 : UÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum noktalardaki istenilirlik fonksiyonu değişimi.

Optimum Noktalar	Sıcaklık (°C)	M:S oranı (g meyve: mL su)	Ultrases Gücü (%)	SÇKM (°Bx)	ÖV (%)	İstenilirlik Fonksiyonu (İ)
1	75,00	1:2,68	20,00	11,93	36,00	0,950-Seçilmiş
2	75,00	1:2,69	20,81	11,93	36,00	0,950
3	75,00	1:2,69	22,08	11,92	36,00	0,950
4	75,00	1:2,69	22,94	11,92	36,00	0,950
5	75,00	1:2,69	23,66	11,92	36,00	0,949

Şekil 4.10'da elde edilen istenilirlik fonksiyonu yaklaşımı grafikleri verilmiştir. İstenilirlik fonksiyonu için Şekil 4.10.A'da sıcaklık-meyve:su oranı, Şekil 4.10.B'de ultrases gücü-meyve:su oranı ve Şekil 4.10.C'de ise sıcaklık-ultrases gücü bağımsız değişkenlerinin sonsuz sayıdaki kombinasyonları gösterilmektedir.



Şekil 4.10 : UÖ yönteminde optimum noktada istenilirlilik fonksiyonu yaklaşımının yanıt yüzey grafikleri (A) X_1X_2 'nin yanıt yüzey grafiği, (B) X_2X_3 'ün yanıt yüzey grafiği, (C) X_1X_3 'ün yanıt yüzey grafiği.

YYM optimizasyon hesaplamalarında optimum SÇKM ve ÖV değerlerine ulaşabilmek amacıyla bu çalışmada denenen özütleme parametreleri için Çizelge 4.26 ve 4.27'de görüldüğü üzere optimum değerler belirlenmiştir.

Çizelge 4.27 : UÖ yönteminde YYM ile belirlenen optimum nokta.

Faktör	İsim	Değer	Alt Değer	Üst Değer	Standart Sapma	Gerçek-Kodlanan Değer	
X_1	Sıcaklık (°C)	75,00	25,00	75,00	0,000	Gerçek	
X_2	M:S oranı (g meyve: mL su)	1:2,68	1:2,00	1:10,00	0,000	Gerçek	
X_3	Ultases Gücü (%)	20,00	20,00	80,00	0,000	Gerçek	
Yanıt	Tahmin	Ortalama Standart Sapma	%95 Güven Aralığında Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Yüksek Değer	Tahminlenen Standart Sapma	%95 Güven Aralığında Tahminlenen Düşük Değer	%95 Güven Aralığında Tahminlenen Yüksek Değer
SÇKM (°Bx)	11,93	0,21	11,47	12,39	0,35	11,16	12,70
ÖV (%)	36,00	0,67	34,49	37,51	1,00	33,75	38,25

YYM sonuçlarına göre 75°C özütleme sıcaklığı, 1:2,7 g meyve:mL su M:S oranı ve %20 ultrases gücü (\dot{I} : 0,950) kullanılarak gerçekleştirilecek olan bir çalışmada tahmin edilecek olan SÇKM 11,93°Bx ve ÖV %36,00 olmalıdır.

Bu çalışmada elde edilen veriler kullanılarak oluşturulan modelin ve optimum koşulun doğrulanması için belirlenen optimum özütleme koşullarında doğrulama testleri gerçekleştirilmiştir. Bu şartlar altında gerçekleştirilen doğrulama çalışmaları sonucunda 5 paralel özütün ortalama SÇKM 11,88°Bx ve ÖV %37,10 olarak belirlenmiştir. Doğrulama testleri sonucunda belirlenen SÇKM ve ÖV değerinin matematiksel model kullanılarak hesaplanan değer uyumlu olduğu görülmektedir (Çizelge 4.28). Çizelge 4.28'deki hata değeri (%) denklem 4.7'ye göre hesaplanmıştır. Çizelge 4.28'deki hata değerlerinin SÇKM ve ÖV yanıtları için sırasıyla %0,42 ve %3,06 olarak belirlenmiştir, elde edilen değerlerin %15'in altında olduğu gözlenmiştir.

Çizelge 4.28 : UÖ yöntemi ile elde edilen modelin doğrulanması.

İstenilirlik Fonksiyonu (\dot{I})	Yanıtlar	YYM ile Tahminlenen Değer	Deneysel Olarak Gözlemlenen Değer	Hata Değeri (%)
0,950	SÇKM (°Bx)	11,93	11,88	0,42
	ÖV (%)	36,00	37,10	3,06

4.2.3. Özütleme yöntemlerinin karşılaştırılması

4.2.3.1. Geleneksel özütleme ve ultrases destekli özütleme ile elde edilen suda çözünür kuru maddenin karşılaştırılması

GÖ sonucunda özütlerin SÇKM içerikleri 3,30-13,90°Bx aralığında; UÖ'de ise 2,00-13,80°Bx aralığında, hammaddenin SÇKM içeriği ise 69,87°Bx olarak bulunmuştur. Deneme deseni incelendiğinde, 25 saat GÖ için en yüksek SÇKM miktarı (8 deney no'lu örnek) 75°C - 1:2 g meyve:su mL M:S oranında 13,90°Bx olarak belirlenmiştir. 5 saat UÖ'de ise en yüksek SÇKM miktarı (6 deney no'lu örnek) 75°C - 1:2 g meyve:su mL - %50 ultrases gücünde 13,80°Bx olarak belirlenmiştir. Espínola ve diğerleri (2011) çalışmalarında ANOVA sonuçlarını içeren çizelgedeki matematiksel modelin önemli ($p < 0,05$) model uyumsuzluğunun ise önemsiz ($p > 0,05$) olması gerektiğini bildirmektedirler. Ayrıca GÖ'de sıcaklık (X_1) ve M:S oranı (X_2) bağımsız değişkenlerinin SÇKM (bağımlı değişken) üzerine etkisinin önemli olduğu belirlenmiştir ($p < 0,05$). UÖ'de ise sıcaklık (X_1), M:S oranının (X_2) SÇKM üzerine

etkisinin önemli olduğu ($p<0,05$) ama ultrases gücünün (X_3) etkisinin önemli olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir. Hem GÖ'de hem de UÖ'de model uyumsuzluğunun %95 güven seviyesinde önemsiz olduğu yani SÇKM yanıtı için elde edilen modellerin matematiksel formunun deneysel veriyi temsil ettiği belirlenmiştir ($p>0,05$). Eğer, modelden önemsiz olan değerler çıkarılmışsa R^2 ve $R^2_{düzeltmiş}$ değerleri aynı değerde olduğu bildirilmektedir (Özdoğan, 2015). Bu çalışmada GÖ'de elde edilen modelin R^2 değeri 0,9984 iken, UÖ'de R^2 değeri 0,9961 olarak saptanmıştır. GÖ'de $R^2_{düzeltmiş}$ ve $R^2_{tahminlenmiş}$ değerleri 0,9975 ve 0,9932 bulunurken, UÖ'de $R^2_{düzeltmiş}$ ve $R^2_{tahminlenmiş}$ değerleri 0,9943 ve 0,9830 bulunmuştur. *TKHKT* değeri GÖ'de 1,16 iken UÖ'de 3,67 olarak bulunmuş ve istenildiği gibi değerler düşük çıkmıştır. Bu analizde, GÖ'de *VK* değeri %2,80 UÖ'de ise *VK* değeri %4,65 olarak hesaplanmış ve iki özütleme yönteminde de istenildiği gibi %10'un altında değer bulunmuştur. Yeterli kesinlik değeri GÖ'de 89,327 iken UÖ'de 69,584 olarak bulunmuş ve bu iki özütleme yönteminde de istenildiği gibi 4'ten büyük değer saptanmıştır. Düşük standart sapma değerinin modelin oldukça tekrarlanabilir olduğunu göstermekte olduğu söylenmektedir (İlbay, 2016). Çalışmada GÖ'de standart sapma değeri 0,19, ultrases destekli özütlemeye ise 0,28 olduğu hesaplanmıştır.

4.2.3.2. Geleneksel özütleme ve ultrases destekli özütleme ile elde edilen özütleme veriminin karşılaştırılması

GÖ sonucunda özütlerin ÖV %31,19-44,87 aralığında; UÖ'de ise %24,13-43,74 aralığında bulunmuştur. Deneme deseni incelendiğinde, GÖ için en yüksek ÖV (7 deney no'lu örnek) 75°C özütleme sıcaklığı - 1:10 g meyve:su mL M:S oranında %44,87 olarak saptanmıştır. UÖ'de en yüksek ÖV (13 deney no'lu örnek) 75°C özütleme sıcaklığı - 1:6 g meyve:su mL M:S oranı - %80 ultrases gücünde %43,74 olarak belirlenmiştir. Bayar ve diğerleri (2017) *F* değerinin deneysel verileri değerlendirmede çok önemli bir katsayı olduğunu belirtmişler ve 21,445 ($p<0,001$) olarak hesapladıklarını bildirmişlerdir. Bu çalışmada ise, varyasyon analiz sonuçlarına göre *F* değeri GÖ'de 61,04 ($p<0,0001$); UÖ'de 135,02 ($p<0,0001$) olarak bulunmuştur. Ayrıca GÖ'de sıcaklığın (X_1) ÖV (bağımlı değişken) üzerine etkisi önemli olmazken ($p>0,05$) M:S oranının (X_2) etkisinin önemli olduğu ($p<0,05$) görülmüştür. UÖ'de ise sıcaklık (X_1), M:S oranının (X_2) ÖV üzerine etkisinin önemli olduğu ($p<0,05$) ama ultrases gücünün (X_3) etkisinin önemli olmadığı ($p>0,05$) tespit

edilmiştir. Hem GÖ'de hem de UÖ'de model uyumsuzluğunun %95 güven seviyesinde önemsiz olduğu yani ÖV için elde edilen modellerin matematiksel formunun deneysel veriyi temsil ettiği belirlenmiştir ($p>0,05$). GÖ'de elde edilen modelin R^2 değeri 0,9532 iken, UÖ'de R^2 değeri 0,9906 olarak saptanmıştır. GÖ'de $R^2_{düzeltilmiş}$ ve $R^2_{tahminlenmiş}$ değerleri 0,9375 ve 0,9188 bulunurken, UÖ'de $R^2_{düzeltilmiş}$ ve $R^2_{tahminlenmiş}$ değerleri 0,9832 ve 0,9616 bulunmuştur. *TKHKT* değeri GÖ'de 22,38 iken UÖ'de 20,02 olarak hesaplanmış ve istenildiği gibi değerler düşük çıkmıştır. Bu analizde, GÖ'de *VK* değeri %2,98 UÖ'de ise *VK* değeri %2,08 olarak hesaplanmış ve iki özütleme yönteminde de istenildiği gibi %10'un altında değer bulunmuştur. Yeterli kesinlik değeri GÖ'de 19,327 iken UÖ'de 38,288 olarak bulunmuş ve bu iki özütleme yönteminde de istenildiği gibi 4'ten büyük değer saptanmıştır. GÖ'de standart sapma değeri 1,20, ultras destekli özütlemde ise 0,74 olarak hesaplanmıştır.

Yin ve Dang (2008) tarafından yapılan *Lycium barbarum*'dan polisakkarit ÖV optimizasyon çalışmasında R^2 değeri 0,9839, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,9651, *VK* %3,2725 bulunduğu modelin uyumlu olduğunu belirtmişlerdir. Zhang ve diğerleri (2015) yaptıkları çalışmada *Rubus chingii* Hu meyve ve yapraklarından özütlenen polisakkaritlerin ÖV optimizasyon çalışmasında R^2 değeri 0,9931, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,9841, $R^2_{tahminlenmiş}$ 0,9141, *VK* %2,53, yeterli kesinlik değeri 29,532, *TKHKT* değeri 3,37 bulunduğu modelin uyumlu olduğunu bildirmişlerdir. Bayar ve diğerleri (2017) pektin ÖV optimizasyonunda R^2 değeri 0,9290, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,8680 bulunduğu modelin uyumlu olduğunu söylemişlerdir. Wang ve diğerleri (2018a) polisakkarit ÖV optimizasyon çalışmasında R^2 değeri 0,9969, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,9895 olarak bulunduğu modelin uyumlu olduğunu bulmuşlardır. Yin ve diğerleri (2018) *Lentinus edodes*'den polisakkarit ÖV optimizasyon çalışmasında R^2 değeri 0,9497, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,8994, *VK* %4,02 bulunduğu modelin uyumlu olduğunu raporlamışlardır. Wang ve diğerleri (2018b) bamya'dan ultras destekli polisakkarit ÖV optimizasyon çalışmasında R^2 değeri 0,9497, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,8851 bulunduğu modelin uyumlu olduğunu söylemiştir. Yang ve diğerleri (2019) patates kabuğundan ultras-mikrodalga destekli asit özütleme yöntemi ile pektin ÖV optimizasyon çalışmasında R^2 değeri 0,9866, $R^2_{düzeltilmiş}$ 0,9693, $R^2_{tahminlenmiş}$ 0,9218, *VK* %2,97, yeterli kesinlik değeri 25,318 bulunduğu modelin uyumlu olduğunu bildirmişlerdir.

4.2.3.3. Geleneksel özütleme ve ultrases destekli özütleme ile elde edilen optimum koşullarının karşılaştırılması

Çalışma kapsamında elde edilen GÖ ve UÖ'de ikinci dereceden modeller spesifik optimum noktaların seçiminde kullanılmıştır. Bulduk ve Gökce (2017), Juntachote ve diğerleri (2006), Yin ve Dang (2008), Espínola ve diğerleri (2011), Yılmaz (2012), Tunç ve diğerleri (2014), Yağcıoğlu (2015), Maran ve diğerleri (2015), Zhang ve diğerleri (2015), Aysel ve diğerleri (2017), Güvercin ve Yıldız (2018), Kutlu Kantar ve diğerleri (2018), Wang ve diğerleri (2018a, 2018b), Yin ve diğerleri (2018), Liu ve diğerleri (2018b), Yang ve diğerleri (2019) yaptıkları çalışmalarda da olduğu gibi bu çalışmada da elde edilen denklem 4.4, 4.6, 4.12 ve 4.14'te ikinci dereceden model olarak seçilmiştir. Optimum noktaların seçiminde en yüksek SÇKM ve ÖV içeriğinin sağlanması için GÖ'de yüksek sıcaklık ve düşük M:S oranı kullanılırken UÖ'de yüksek sıcaklık, düşük M:S oranı ve düşük ultrases gücünün kullanımı hedeflenmiştir.

Literatürde belirlenen optimum noktadaki İ değerinin 0,855-0,984 arasında olduğu bildirmektedir (Maran ve diğerleri, 2015; Çağdaş ve Seydim, 2016; Güvercin ve Yıldız, 2018). Bu çalışmada GÖ'de 0,923 İ değerinde 75°C özütleme sıcaklığı ve 1:3,9 g meyve:su mL M:S oranı optimum özütleme koşulu olarak seçilmiştir. UÖ'de 0,950 İ değerinde 75°C özütleme sıcaklığı, 1:2,7 g meyve:su mL M:S oranı ve %20 ultrases gücü optimum özütleme koşulu olarak belirlenmiştir. Böylelikle bu çalışmada da İ değerlerinin istenilen 1 değerine yakın olduğu ispatlanmıştır.

Şenay (2009) keçiboynuzundan şeker özütlenmesi için optimum koşullar (90°C özütleme sıcaklığı, 1:4 g meyve:mL su M:S oranı, 3 saat özütleme süresi, küçük partikül boyutunda, düzenli karıştırma ve presleme) altında en yüksek ÖV'ye ulaşıldığını raporlamıştır. Liu ve diğerleri (2018b) tarafından yapılan *Paxillus involutus*'dan polisakkarit özütlenmesi için optimum koşullar (3 saat özütleme süresi, 79°C özütleme sıcaklığı, 43.1 mL/g sıvı:kati oranı) altında en yüksek ÖV %12,25 olarak belirlenmiş ve matematiksel modelin uyumlu olduğunu doğruladıklarını söylemişlerdir. Yin ve diğerleri (2018) tarafından yapılan *Lentinus edodes*'den polisakkarit özütlenmesi için optimum koşullar (48°C enzimatik sıcaklık, 5,0 enzimatik pH, 440 W mikrodalga güç, 10 dk özütleme süresi) altında en yüksek ÖV %9,38 olarak belirlenmiş ve matematiksel modelin uyumlu olduğunu doğruladıklarını bildirmişlerdir. Wang ve diğerleri (2018b) bamya'dan ultrases

destekli polisakkarit özütlenmesi için optimum koşullar (59°C özütleme sıcaklığında, 30 dk özütleme süresi, 522 W ultases gücü, 1:10 g/mL meyve:çözücü oranı) altında en yüksek ÖV %10,35 olarak belirlenmiş ve matematiksel modelin uyumlu olduğunu doğruladıklarını raporlamışlardır. Yin ve Dang (2008) tarafından yapılan *Lycium barbarum*'dan polisakkarit özütlenmesi için optimum koşullar (100°C özütleme sıcaklığında, 31,2 S:M oranında, 5,5 saat özütleme süresi ve 5 özütleme sayısı) altında en yüksek ÖV %23,13 olarak belirlemişler ve doğrulama üretimlerinde de %22,56 değerine ulaşılarak matematiksel modelin uyumlu olduğunu doğruladıklarını söylemişlerdir. Wang ve diğerleri (2018a) *Glycyrrhiza uralensis*'den polisakkarit özütlenmesi için optimum koşullar (600 W ultrasases gücü, 85 dk özütleme süresi, 70°C özütleme sıcaklığı, 13:1 mL/g katı:sıvı oranı) altında en yüksek ÖV %4,23 olarak belirlenmiş ve matematiksel modelin uyumlu olduğunu bildirmişlerdir. Zhang ve diğerleri (2015) *Rubus chingii* Hu meyve ve yapraklarından polisakkarit özütlenmesi için optimum koşullar (87,92°C özütleme sıcaklığı, 3,09 saat özütleme süresi, 30,91 mL/g su:hammadde oranı) altında en yüksek ÖV %9,85 olarak belirlenmiş ve doğrulama üretimlerinde %9,57 ÖV'ye ulaşılarak matematiksel modelin uyumlu olduğunu belirtmişlerdir. Bayar ve diğerleri (2017) ultrasases destekli özütleme yöntemiyle *Opuntia ficus indica*'dan pektin özütlenmesi için optimum koşullar (70 dk ultrasases destekli özütleme süresi, 70°C özütleme sıcaklığı, 330 W ultrasases gücü, 1,5 pH, 30:1 mL/g S:M oranı) altında en yüksek ÖV %19,06 belirlenmiş ve doğrulama üretimlerinde %18,14 değerine ulaşılarak matematiksel modelin uyumlu olduğunu söylemişlerdir. Yüksel (2013) andız pekmezi üretiminde SÇKM özütlenmesi için optimum koşullar (90°C özütleme sıcaklığı, 1:4 M:S oranı, 3 saat özütleme süresi) altında en yüksek SÇKM 9,22°Bx belirlenmiş ve doğrulama üretimlerinde 9,23°Bx ÖV'ye ulaşılarak matematiksel modelin uyumlu olduğunu raporlamışlardır. Bu çalışmada da GÖ'nün seçilen optimum koşulunda matematiksel modele göre elde edilecek SÇKM değeri 9,17°Bx ve ÖV %38,22 iken UÖ'nün SÇKM değeri 11,93°Bx ve ÖV %35,9989 olarak hesaplanmış ve GÖ yöntemine göre UÖ yöntemi SÇKM değerini arttırırken, ÖV'yi azalttığı saptanmıştır. ÖV'nin UÖ'de azalmasının sebebinin GÖ'ye göre UÖ'de optimum koşulda M:S oranının değişmesinden (UÖ'de daha az su kullanılması) kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Martínez-Patiño ve diğerleri (2018) öngörülen değer ile deneysel değer arasında ki hata değerlerini (%) en düşük %0,8 en yüksek ise %14,8 bulunduğunu bildirmiştir.

Bu çalışmada optimizasyon ile elde edilen sonuçların geçerliliğinin belirlenmesi amacı ile seçilen optimum noktalarda üretimler yapılarak SÇKM ve ÖV değerleri hesaplanmıştır. Doğrulama üretimlerinde matematiksel modelin tahmini değeri ile deneysel olarak elde edilen değer arasında hata değeri (%) bulunmuştur. Hata değerleri; SÇKM değeri için GÖ'de %2,94 ve UÖ'de %0,42 iken ÖV değeri için GÖ'de %8,48 ve UÖ'de ise %3,06 olarak belirlenmiştir.

Her bir çözücü sistemi için özütlemeye ilgili çözücünün kaynama noktası kısıtlamaları nedeniyle 25-75°C arasında değişen sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir. Genelde, yüksek sıcaklıktaki özütlemeler hammaddenin aktif bölgelerinden çözülmüş maddenin çözünürlüğünün artması nedeniyle kütle transferi ve özütleme performansını artırır. Bu da çözülmüş buhar basıncının yükselmesi ile açıklanabilir. Daha yüksek sıcaklıklarda hem kütle transferi artar hem de çözücü viskozitesi ve yüzey gerilimi azalması sonucunda özütlenen bileşende artış görülebilmektedir. Bu olgu Juntachote ve diğerleri, (2006), Şengül ve Topdaş (2019) ve Bulduk ve Gökce (2017) tarafından bildirilmiştir. Bayar ve diğerleri (2017) pektin ÖV üzerinde sıcaklığın büyük bir etkiye sahip olduğunu ve pektin ÖV'nin özütleme sıcaklığının artırılmasıyla arttığını bildirmişlerdir. Hurmadan şeker özütlenmesinde yüksek sıcaklıkta yapılan özütleme işleminin daha etkili olduğunu bildirmişlerdir (Entezari ve diğerleri, 2004; Fennir ve diğerleri, 2003). Bu çalışmada SÇKM özütlemesindeki artışın sıcaklıkla değişimi GÖ için Şekil 4.2 UÖ'de ise Şekil 4.7.A ve 4.7.C'de verilmiştir. ÖV değerindeki artışın sıcaklıkla değişimini GÖ için Şekil 4.4 UÖ için ise Şekil 4.9.A ve 4.9.C'de gösterilmiştir. Bakkalbaşı (2001) dut kurusunun özütleme koşullarını belirlerken özütleme sıcaklığı olarak 20, 50 ve 70°C'leri kullanarak, en yüksek ÖV değerini en üst sıcaklık değeri olan 70°C'de belirlediğini ifade etmektedir. Sıcaklık artışının kütle transfer katsayısını artırdığını buna bağlı olarak özütleme işleminde birim zamanda çözücüye geçen SÇKM miktarının artacağını belirtmişlerdir. Yani teorik olarak, sıcaklığın artışı ile yüksek kütle transfer katsayısına ve daha başarılı özütleme işlemleri yapılabileceğini bildirmişlerdir. Şenay (2009) keçiboynuzundan şeker özütlemeye en üst sıcaklık değeri olan 90°C'de en yüksek SÇKM ve ÖV değerine ulaşıldığını belirtmektedir. Liu ve diğerleri (2018b) deneme deseninde sıcaklık aralığını 40-80°C olarak belirlemişler ve optimum noktada en yüksek polisakkarit ÖV'nin 79°C özütleme sıcaklığında olduğunu raporlamışlardır. Bu çalışmada her iki özütleme yönteminde de en yüksek SÇKM ve

ÖV değeri deneme desenindeki üst değer olan 75°C özütleme sıcaklığında olduğu belirlenmiştir.

M:S oranı ÖV'yi önemli derecede etkilemektedir (Yin ve Dang, 2008; Govender ve diğerleri, 2005; Bayar ve diğerleri, 2017). Zhang ve diğerleri (2015) katı:sıvı oranı düştükçe polisakkarit özütleme veriminde artış gözlemlendiğini bildirmişlerdir. Şenay (2009) keçiyoynuzundan sıvı şeker özütlemeye M:S oranının düşmesiyle (yani su miktarının artmasıyla) SÇKM değerinin azaldığını, özüt miktarının arttığını ve bunlara bağlı olarak da ÖV değerinin arttığını belirtmiştir. Yalın Kaya ve Özdemir (2015) S:M oranı arttıkça özütlenen SÇKM miktarının azaldığını, yüksek SÇKM için düşük S:M oranlarının kullanılması gerektiğini bildirmişlerdir. Bayar ve diğerleri (2017) katı:sıvı oranı düştükçe hammadde ve su arasındaki temas alanının artmasından dolayı pektin özütleme veriminde artacağını belirtmektedirler. Yin ve Dang (2008) yapmış oldukları çalışmada M:S oranı çok yüksek seçilirse meyvedeki polisakkaritlerin tamamen özütlenemeyeceği, M:S oranı çok düşük ise (su miktarı arttığında) yüksek işlem maliyetine neden olacağı için hedeflenen polisakkaritlerin özütlenmesinde uygun M:S oranının seçilmesi gerektiğini bildirmişlerdir. Bu durumda, SÇKM için özütleme sırasında ne kadar az su kullanılırsa o kadar yüksek değer elde edilecektir. Bu çalışmada da GÖ ve UÖ'de Şekil 4.2, 4.8.A ve 4.8.B'de M:S oranı yükseldikçe SÇKM değerinin arttığı görülmektedir. GÖ ve UÖ'de Şekil 4.4, 4.10.A ve 4.10.B'de M:S oranı 1:6 ile 1:8 oranlarında ÖV'de artış görülmektedir. Bu oranın düşmesiyle işlem maliyetinde artacağı göz önünde bulundurularak GÖ'de optimum M:S oranı 1:3,9 iken UÖ'de 1:2,7 olarak seçilmiştir. Bu duruma olası bir açıklama ise M:S oranının azalmasının, çözücünün hücrelere difüzyonunu arttırabileceği ve polisakkaritlerin hücrelerden desorpsiyonunu arttırabileceği söylenmektedir (Yin ve Dang, 2008). Maran ve diğerleri (2015) antosiyanın özütlenmesinde de M:S oranının artmasıyla ÖV'nin arttığını bildirmişlerdir.

Narváez-Flores ve diğerleri (2015) agave meyvesinden fruktan özütlenmesi için optimizasyon çalışmasında ultrases gücünün etkisini incelemişler ve 49 mW/mL güçte en yüksek ÖV'nin 7,2 g/100g olduğunu bildirmişlerdir. Kumcuoğlu ve diğerleri (2011) salça üretim atıklarından UÖ ile likopen özütlemeye en yüksek değere 90 W ultrases gücü uygulandığında ulaştıklarını bildirmişlerdir. Entezari ve diğerleri (2004) özütleme için en iyi ultrases gücünün %25 olduğunu bildirmişlerdir. Wang ve diğerleri (2018b) bamya'dan ultrases destekli polisakkarit özütlenmesi için

optimizasyon çalışmasında ultrases gücünün etkisini incelemişler ve 522 W güçte en yüksek ÖV değerine ulaşmışlar daha yüksek ultrases güçlerinde ise ÖV değerinin azaldığını söylemişlerdir. Artan ultrases gücü kaviteasyonları arttırmakta olup bu etki sonucu oluşan baloncukların daha yüksek enerji ve hızda patladığı ifade edilmektedir. Bu baloncuk oluşumu ve patlama mekanizması ise çözücünün meyve hücresi içerisine girişini arttırmakta ve böylece daha fazla miktarda SÇKM'nin meyveden özütlenerek ortama salındığı bildirilmektedir (Tontul ve diğerleri, 2018). Bu çalışmada ise %20, 50 ve 80 ultrases güç değişimlerinin SÇKM özütlenmesi üzerine etkisinin az olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.7.B ve 4.7.C). Bu etkinin temel nedeninin ise, YYM ile ultrases gücünün etkisi incelenirken yanıtlardan biri olan SÇKM değerinin 5 saatlik ultrases destekli özütleme sonucunda ölçülen değer olduğu için bu süre sonunda dengeye ulaşması ve buna bağlı olarak ultrases güç değişiminin etkisinin görülemediği düşünülmektedir. Bu çalışmada yüksek M:S oranı ve düşük ultrases gücünde ÖV değeri daha düşük iken düşük M:S oranı ve yüksek ultrases gücünde ÖV değerinin daha yüksek olduğu Şekil 4.9.B'de görülmektedir. Özütleme sırasında işlem maliyeti de dikkate alınarak yüksek M:S oranı (su miktarı az) seçildiğinde ultrases gücünün alt değerinin yeterli olabileceği tahmin edilmektedir. Yüksek M:S oranı ve yüksek ultases gücünün ÖV değerini düşürmesinin nedeni ise artan kaviteasyon ile doğru orantılı bir şekilde ortamdaki baloncuk yoğunluğunun artması ve bu etki sonucunda su-meyve dokusu etkileşiminin azalmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

4.3. Belirlenen Optimum Noktalarda Geleneksel Özütleme ve Ultrases Destekli Özütleme Yöntemi ile Elde Edilen Özütlerin Karşılaştırılması

Bu çalışmada GÖ'de 75°C özütleme sıcaklığı, 1:3,9 g meyve:su mL M:S oranı ve UÖ'de 75°C özütleme sıcaklığı, 1:2,7 g meyve:su mL M:S oranı ve %20 ultrases gücü olarak seçilen optimum özütleme koşullarındaki özütlerin bazı kimyasal özellikleri karşılaştırılmıştır.

4.3.1. pH ve titrasyon asitliği sonuçları

Ben Thabet ve diğerleri (2009) farklı SÇKM değerlerinde konsantre edilmiş hurma şuruplarının pH değerinin 7,45-7,90 aralığında olduğunu ifade etmişlerdir. Yalım Kaya ve Özdemir (2015) keçiyoynuzu özütünde pH değerinin 4,93-5,16 aralığında

olduğunu bildirmişlerdir. Al-Hooti ve diğerleri (2002) farklı çeşit hurmaların konsantre şuruplarının pH ve titrasyon asitliğinin (%SSA) sırasıyla 4,09-4,11 ve 0,67-0,77 aralığında olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada optimum koşullarda elde edilen özütlerin SSA cinsinden titrasyon asitliğinin GÖ'de 0,12 iken UÖ'de 0,10 olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.29). GÖ'de elde edilen özütün pH değeri 5,5 iken UÖ'de pH 5,1 olarak tespit edilmiş ve keçiyoynuzu meyve özütü ile paralellik gösterdiği gözlenmiştir. Ek A'da görüldüğü gibi hammaddenin, GÖ ve UÖ ile elde edilen özütlerin pH değerleri arasında anlamlı bir farklılık gözlenmezken ($p>0,05$) titrasyon asitliği değerleri arasındaki farklılığı istatistiksel olarak önemli olduğu ($p<0,05$) tespit edilmiştir (Çizelge 4.1).

Çizelge 4.29 : Optimum koşullardaki özütlerin pH ve titrasyon asitliği değerleri.

	pH	Titrasyon Asitliği (%SSA)
GÖ	5,5 ^a ±0,00	0,12 ^b ±0,00
UÖ	5,1 ^a ±0,00	0,10 ^c ±0,00

4.3.2. Renk sonuçları

Çizelge 4.30'da optimum koşullarda elde edilen özütlerden L^* , a^* , b^* değerleri sırasıyla GÖ'de 0,21, 0,16, -0,07 iken UÖ'de 0,27, 0,30, 0,08 olarak bulunmuştur. Ek A'da verildiği gibi GÖ ve UÖ yöntemleri ile elde edilen özütlerin L^* değerinde anlamlı farklılık görülmezken ($p>0,05$) a^* , b^* , C^* ve *Hue açısı* değerlerinde farklılık ($p<0,05$) tespit edilmiştir. b^* değerlerine bakıldığında UÖ yöntemi özütün rengini sarılığa doğru az miktarda arttırmıştır. L^* değerlerine bakıldığında her iki özütleme yöntemiyle elde edilen özütlerin renginin bu değere göre siyah olduğu tespit edilmiştir. Optimum koşullarda elde edilen özütlerin C^* ve *Hue açısı* değerleri sırasıyla GÖ'de 0,17, 24,46 iken UÖ'de 0,32, 15,51 olarak belirlenmiştir. C^* değerlerine bakıldığında hem GÖ hemde UÖ ile elde edilen özütlerin mat bir renk tonuna sahip olduğu gözlenmiştir. *Hue açısı* değeri ele alındığında UÖ yöntemi ile elde edilen özütün GÖ yöntemiyle elde edilen özüte göre daha kırmızı renkte olduğu tespit edilmiştir. Ek A'da görüldüğü gibi hammaddeye ait *Hue açısı* değerlerinin (Çizelge 4.1) GÖ yöntemiyle elde edilen özütlerin değerleriyle karşılaştırıldığında, *Hue açısı* değerinde anlamlı bir farklılık görülmezken ($p>0,05$) UÖ yöntemi ile elde edilen özütlerin değerleriyle karşılaştırıldığında farklılık ($p<0,05$) olduğu görülmüştür. Ek A'da verilen Çizelge 4.1'den görüleceği üzere hammadde, GÖ ve UÖ yöntemlerinden elde edilen özütler karşılaştırıldığında L^* , a^* , b^* ve C^*

değerlerinde $p < 0,05$ önem seviyesinde anlamlı farklılıklar tespit edilmiştir. Entezari ve diğerleri (2004) hurmadan şeker özütlemeye UÖ ile GÖ yöntemlerinden elde edilen özütleri arasında renk farklılıklarının olduğunu bildirmişlerdir.

Literatürde farklı SÇKM değerlerindeki hurma özütlerinin sırasıyla L^* , a^* , b^* değerleri 5,94-52,24, -1,0-30,94, 2,15-43,52 gibi geniş bir aralıkta değişim gösterdiği bildirilmektedir (Al-Hooti ve diğerleri, 2002; Ben Thabet ve diğerleri, 2009; Fennir ve diğerleri, 2003). GÖ ve UÖ ile *W. robusta* meyvesinden elde edilen özütlerin renk değerlerinin literatürle paralellik göstermediği tespit edilmiştir.

Çizelge 4.30 : Optimum koşullardaki özütlerin hunter renk değerleri.

	L^*	a^*	b^*	C^*	Hue Açısı
GÖ	0,21 ^b ±0,04	0,16 ^c ±0,03	-0,07 ^c ±0,02	0,17 ^c ±0,04	24,46 ^a ±2,55
UÖ	0,27 ^b ±0,02	0,30 ^b ±0,09	0,08 ^b ±0,02	0,32 ^b ±0,09	15,51 ^b ±1,62

4.3.3. Toplam şeker ve invert şeker sonuçları

Optimum koşullarda gerçekleştirilen GÖ yöntemiyle 25 saatte %41,40 toplam şeker özütlenebilirken optimum koşullarda gerçekleştirilen UÖ yöntemi ile 5 saat gibi kısa bir sürede toplam şekerin %34,16'sının özütlenebildiği gözlenmiştir. Optimum koşullarda gerçekleştirilen GÖ yöntemiyle 25 saatte %41,18 invert şeker özütlenebilirken optimum koşullarda gerçekleştirilen UÖ yöntemi ile 5 saat gibi kısa bir sürede invert şekerin %33,59'unun özütlenebildiği belirlenmiştir. Bu durumda, toplam ve invert şeker içeriğinde UÖ yönteminin GÖ yöntemine göre daha başarılı olduğu tespit edilmiştir. Ben Thabet ve diğerleri (2009) farklı SÇKM değerlerinde konsantre edilmiş hurma özütlerinin toplam ve invert şeker değerlerinin sırasıyla %58,49-75,28, 6,65-8,10 aralığında değiştiğini ifade etmişlerdir. El-Sohaimy ve Hafez (2010)'e *Phoenix dactylifera L.* hurma özütünün karbonhidrat içeriğinin %73,00 olduğu belirtilmektedir. Musa Özcan ve diğerleri (2007) keçiyoynuzu özütünün toplam şeker içeriğini %63,88 olarak bildirmişlerdir. Bu çalışmada optimum koşullarda elde edilen özütlerde toplam şeker içeriği Çizelge 4.31'de verildiği gibi GÖ yönteminde %41,40 olarak tespit edilmişken UÖ yönteminde %34,16 olarak tespit edilmiştir. Ayrıca optimum koşullarda elde edilen özütlerde invert şeker içeriği ise Çizelge 4.31'de verildiği gibi GÖ yönteminde %41,18 iken UÖ yönteminde %33,59 olarak bulunmuştur. Ek A'da görüldüğü gibi hammadde (Çizelge 4.1), GÖ ve UÖ karşılaştırıldığında toplam ve invert şeker değerleri arasında $p < 0,05$ önem seviyesinde anlamlı farklılık tespit edilmiştir.

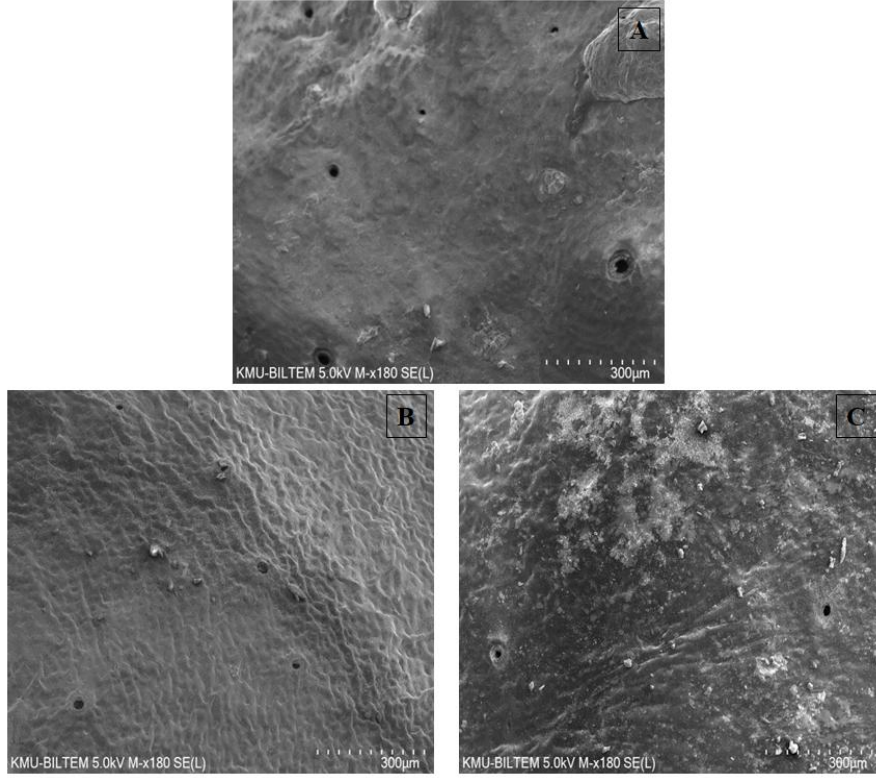
Al-Hooti ve diğeri (2002) farklı çeşit hurmaların konsantre şuruplarının başlıca şeker içeriğinin glikoz ve fruktozdan oluştuğunu vurgulamışlardır. Mazmancı (2011) ise *W. robusta* meyvelerinde sakkaroz bulunmadığını, şeker içeriğinin glikoz ve fruktozdan oluştuğunu belirtmiştir. Bu çalışmada da *W. robusta* meyvesinde sakkaroz tespit edilmediği için GÖ ve UÖ yöntemiyle elde edilen özütlerde de sakkaroz olmadığı düşünülmektedir. Çizelge 4.1 ve 4.31'de görülen eser miktardaki sakkarozun toplam ve invert şeker analizi hesaplamalarındaki standart sapmalardan kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 4.31 : Optimum koşullardaki özütlerin toplam şeker ve invert şeker değerleri.

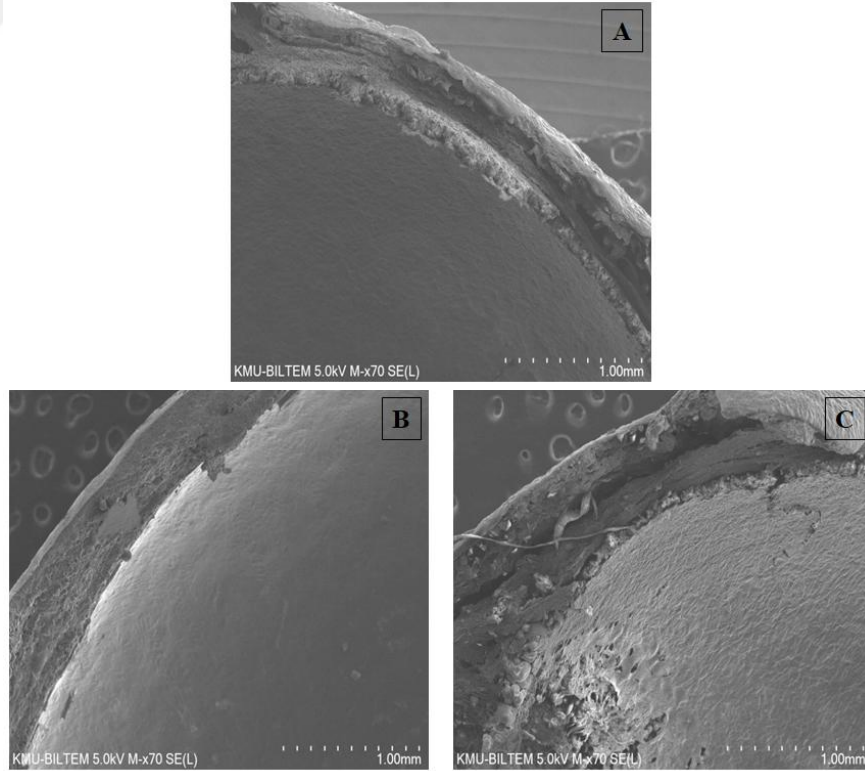
	Toplam Şeker (%)	İnvert Şeker (%)	Hesaplanan Sakkaroz (%)
GÖ (25 saat)	41,40 ^b ±0,08	41,18 ^b ±0,26	0,20±0,32
UÖ (5 saat)	34,16 ^c ±0,36	33,59 ^c ±0,59	0,50±0,88

4.3.4. Taramalı elektron mikroskopisi sonuçları

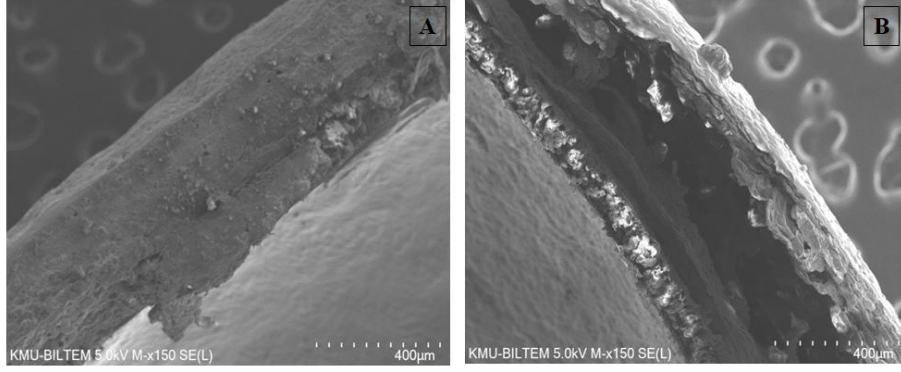
SEM görüntülerine göre ultrases kavitasyonu sayesinde bitki hücrelerinin duvarlarında fiziksel parçalanmaların meydana geldiği bildirilmektedir (Tavman ve ar; 2009; İlbay, 2016; Liu ve diğeri, 2018a). Ultrason etkisi SEM görüntüleriyle incelendiğinde hücre duvarlarında parçalanma ve gözeneklilikte artma olduğunu belirtmektedirler. Böylelikle doku içindeki özütlenebilir bileşenlerin ayrılabilmesinin kolaylaştığı ifade edilmektedir (Tavman ve diğeri, 2009; Özdoğan, 2015; Minjares-Fuentes ve diğeri, 2016). Bu çalışmada GÖ ve UÖ yöntemi sonunda *W. robusta* meyveleri SEM ile görüntülenmiş olup elde edilen görüntüler Şekil 4.11, 4.12 ve 4.13'te verilmiştir. Şekil 4.11.A işlem görmemiş, Şekil 4.11.B'de GÖ yöntemi optimum koşullar sonrası ve Şekil 4.13.C'de ise UÖ yöntemi optimum koşullar sonrası meyvenin dış kabuk yüzeyinin SEM görüntüsü görülmektedir. Şekil 4.12.A'da işlem görmemiş, Şekil 4.12.B'de GÖ yöntemi sonrası ve Şekil 4.12.C'de ise UÖ yöntemi optimum koşullar sonrası meyvenin iç yüzeyinin SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 4.13.A'da GÖ yöntemi optimum koşullar sonrası ve Şekil 4.13.B'de ise UÖ yöntemi optimum koşullar sonrası meyve eti ve kabuk ara yüzeyinin SEM görüntüsü görülmektedir. Bu görüntüler incelendiğinde UÖ yönteminin meyve hücre duvarlarının parçalanmasına neden olarak palmye meyvelerinde bulunan SÇKM'nin çözücü faza geçişini arttırdığı sonucuna ulaşılmıştır.



Şekil 4.11 : Hammadde, optimum koşullarda gerçekleştirilen geleneksel ve ultrases destekli özütleme işleminden sonraki meyvenin dış yüzeyinin 180x katdaki SEM görüntüleri (A) Hammadde, (B) GÖ posası, (C) UÖ posası.



Şekil 4.12 : Hammadde, optimum koşullarda gerçekleştirilen geleneksel ve ultrases destekli özütleme işleminden sonraki meyvenin iç yüzeyinin 70x katdaki SEM görüntüleri (A) Hammadde, (B) GÖ posası, (C) UÖ posası.



Şekil 4.13 : Optimum koşullarda gerçekleştirilen geleneksel ve ultrases destekli özütleme işleminden sonraki meyve eti ve kabuk ara yüzeyinin 150x katdaki SEM görüntüleri (A) GÖ posası, (B) UÖ posası.

4.3.5. Toplam fenolik ve antioksidan aktivite miktarı sonuçları

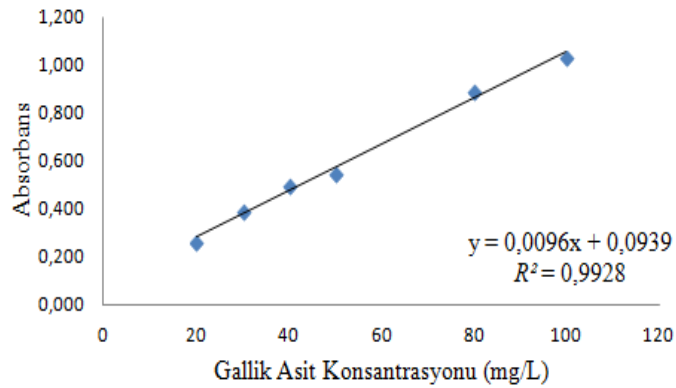
4.3.5.1. Toplam fenolik madde miktarı

TFM miktarı tayininde standart olarak kullanılan Gallik asitin farklı konsantrasyonlarıyla yapılan deneylerden elde edilen absorbanslar Çizelge 4.32'de verilmiştir. Bu değerlere göre Şekil 4.14'teki standart gallik asit grafiği elde edilmiştir.

Çizelge 4.32 : Farklı konsantrasyonlardaki gallik asit standardının absorbanans değerleri.

Gallik Asit Konsantrasyonu (mg/L)	760 nm'deki Abs
20	0,264
30	0,394
40	0,503
50	0,549
80	0,891
100	1,033

Abs: Absorbans.



Şekil 4.14 : Standart gallik asit grafiği.

Numuneler için yapılan deneylerde elde edilen absorbans değerleri Şekil 4.14'teki grafiğin denkleminde yerine konularak TFM miktarı bulunmuş ve mg GAE/g KM cinsinden Çizelge 4.38'de verilmiştir.

4.3.5.2. Toplam antioksidan aktivite miktarı

4.3.5.2.1. DPPH

W. robusta meyve kabuğunun özütü, çekirdeğinin özütü, geleneksel ve ultrases destekli özütlerden farklı hacimlerdeki numunelerin absorbans değerleri Çizelge 4.33'te verilmiştir.

Çizelge 4.33 : Farklı hacimlerdeki palmye meyvesi özütlerinin 517 nm'deki absorbans değerleri.

Örnek Hacmi (µL)	Meyve Kabuk Özütü Abs	Örnek Hacmi (µL)	Meyve Çekirdek Özütü Abs	Örnek Hacmi (µL)	GÖ Abs	Örnek Hacmi (µL)	UÖ Abs
300	0,870	12	0,604	10	0,653	20	0,717
500	0,666	14	0,529	20	0,576	40	0,583
700	0,526	16	0,411	30	0,445	60	0,475
900	0,408	18	0,302	40	0,352	80	0,381
1100	0,313	20	0,168	60	0,203	100	0,319

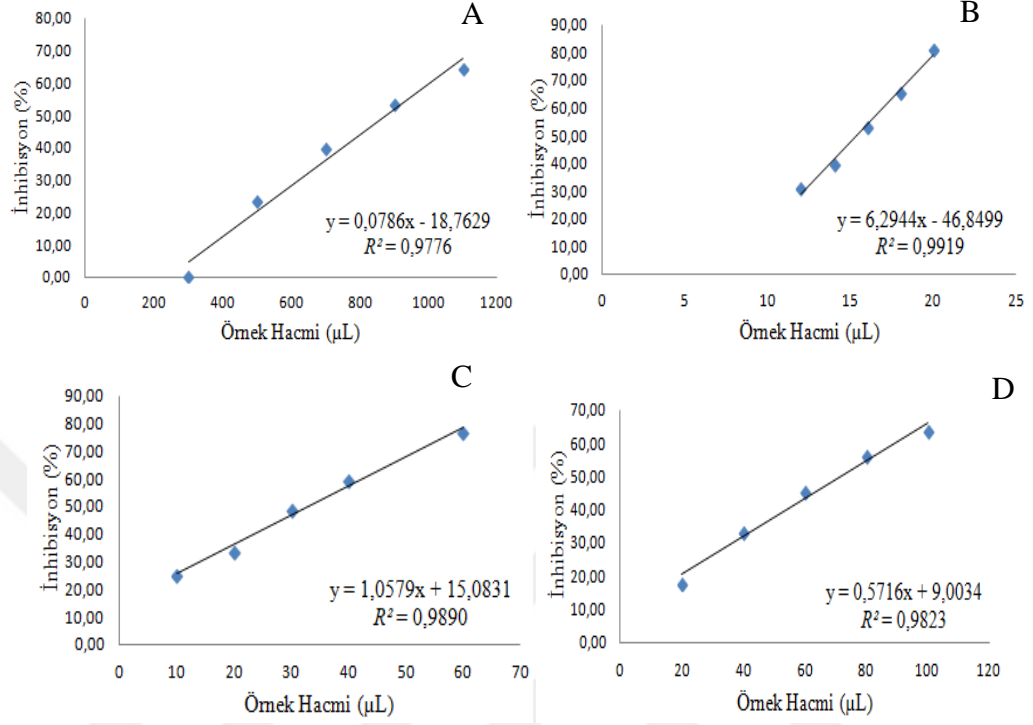
Abs: Absorbans.

Çizelge 4.33'teki değerler denklem 3.11'deki inhibisyon (%) formülüne göre hesaplanmış ve elde edilen bulgular Çizelge 4.34'te verilmiştir. Çizelge 4.34'e göre inhibisyon (%) eğrileri oluşturulmuştur ve elde edilen grafik Şekil 4.15'te verilmiştir.

Çizelge 4.34 : Farklı hacimlerdeki palmye meyvesi özütlerinin inhibisyon (%) değerleri.

Örnek Hacmi (µL)	Meyve Kabuğu İnhibisyon (%) Değeri	Örnek Hacmi (µL)	Meyve Çekirdeği İnhibisyon (%) Değeri	Örnek Hacmi (µL)	GÖ İnhibisyon (%) Değeri	Örnek Hacmi (µL)	UÖ İnhibisyon (%) Değeri
300	0,35	12	30,81	10	25,20	20	17,87
500	23,71	14	39,40	20	34,02	40	33,22
700	39,75	16	52,92	30	49,03	60	45,59
900	53,27	18	65,41	40	59,68	80	56,36
1100	64,15	20	80,76	60	76,75	100	63,46

Her numune için Şekil 4.15'teki grafiklerden elde edilen denklemlerde %50 inhibisyona karşılık gelen örnek hacmi (EC₅₀) hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 4.38'de verilmiştir.



Şekil 4.15 : DPPH için inhibisyon (%) grafikleri (A) meyve kabuk özütü, (B) meyve çekirdek özütü, (C) GÖ yöntemi özütü, (D) UÖ yöntemi özütü.

4.3.5.2.2. ABTS

W. robusta meyve kabuğunun özütü, çekirdeğinin özütü, geleneksel ve ultrases destekli özütleme işlemi ile elde edilen özütlerin farklı hacimlerdeki numunelerinin absorbands değerleri Çizelge 4.35'te verilmiştir.

Çizelge 4.35 : Farklı hacimlerdeki palmye meyvesi özütlerinin 734 nm'deki absorbands değerleri.

Örnek Hacmi (µL)	Meyve Kabuk Özütü Abs	Örnek Hacmi (µL)	Meyve Çekirdek Özütü Abs	Örnek Hacmi (µL)	GÖ Abs	Örnek Hacmi (µL)	UÖ Abs
Kontrol	0,699	Kontrol	0,704	Kontrol	0,700	Kontrol	0,701
10	0,522	6	0,520	20	0,438	40	0,443
30	0,321	8	0,466	25	0,370	50	0,389
40	0,238	12	0,321	30	0,278	80	0,230
50	0,152	16	0,222	40	0,158	90	0,175

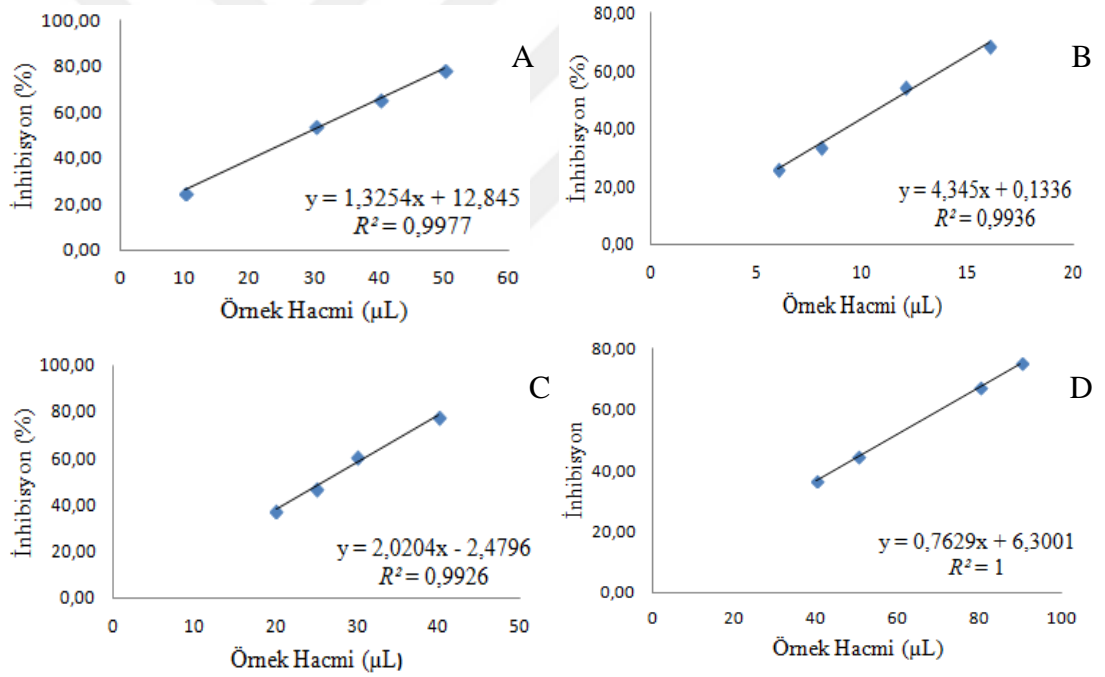
Abs: Absorbansı.

Çizelge 4.35'teki değerler denklem 3.11'deki inhibisyon (%) formülüne göre hesaplanmış ve Çizelge 4.36'da değerler verilmiştir.

Çizelge 4.36 : Farklı hacimlerdeki palmye meyvesi özütlerinin inhibisyon (%) değerleri.

Örnek Hacmi (µL)	Meyve Kabuğu İnhibisyon (%) Değeri	Örnek Hacmi (µL)	Meyve Çekirdeği İnhibisyon (%) Değeri	Örnek Hacmi (µL)	GÖ İnhibisyon (%) Değeri	Örnek Hacmi (µL)	UÖ İnhibisyon (%) Değeri
10	25,32	6	26,14	20	37,43	40	36,83
30	54,08	8	33,88	25	47,21	50	44,47
40	66,02	12	54,47	30	60,36	80	67,17
50	78,26	16	68,54	40	77,43	90	75,09

Çizelge 4.36'ya göre inhibisyon (%) eğrileri oluşturulmuş ve Şekil 4.16'da verilmiştir.



Şekil 4.16 : ABTS için inhibisyon (%) grafiği (A) meyve kabuk özütü, (B) meyve çekirdek özütü, (C) GÖ yöntemi özütü, (D) UÖ yöntemi özütü.

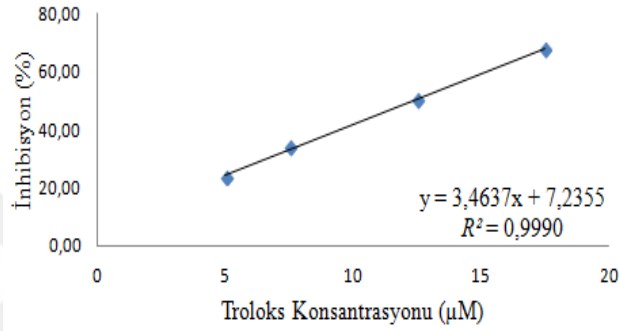
Farklı konsantrasyonlardaki troloks standardının absorbands değerleri ve denklem 3.11'deki formülle hesaplanmış inhibisyon (%) değerleri Çizelge 4.37'de verilmiştir.

Çizelge 4.37 : Farklı konsantrasyonlardaki troloks standardının 734 nm'deki absorbans ve inhibisyon (%) değerleri.

Troloks Konsantrasyonu (μM)	Abs	İnhibisyon (%) Değeri
Kontrol	0,707	
5	0,538	23,92
7,5	0,466	34,04
12,5	0,350	50,46
17,5	0,228	67,73

Abs: Absorbans.

Çizelge 4.37'ye göre inhibisyon (%) eğrisi oluşturulmuş ve elde edilen grafik Şekil 4.17'de verilmiştir.



Şekil 4.17 : Standart troloks grafiği.

Her numune için Şekil 4.16'daki grafiklerden elde edilen eğimler Şekil 4.17'deki troloks standardının eğimine oranlanarak sonuçlar Çizelge 4.38'de verilmiştir.

Çizelge 4.38 : Optimum koşullardaki özütlerin TFM ve TAA değerleri.

	TFM (mg GAE/g KM)	DPPH (EC_{50} Değeri)(mg KM/ μL)	ABTS (μM Troloks/g KM)
GÖ	2,58 ^b \pm 0,03	0,0013 ^c \pm 0,00	26,64 ^b \pm 0,07
UÖ	1,19 ^c \pm 0,09	0,0039 ^b \pm 0,00	6,33 ^d \pm 0,00

TAA tayin yöntemlerinin karşılaştırılması için iki temel prensip ve birçok TAA tayin metodu bulunmaktadır. Antioksidanların indirgeyici kapasitelerini ölçmek için çok sayıda elektron transfer temelli yöntemlerin kullanılması ile sonuçlar arasında lineer ilişki görüldüğü belirtilmektedir (Yüksel, 2013). Yapılan araştırmalarda TFM ve TAA (ABTS ya da DPPH) arasında ilişki bulunduğu belirtilmektedir (Albayrak ve diğerleri, 2010; Yüksel, 2013). Bu yöntemler benzer redoks reaksiyonlarını temel aldığı için indirgeyici antioksidan kapasiteyi ölçmek için çok sayıda yöntem kullanmanın gereksiz olduğunu fakat yaygın olarak kabul edilen ve geçerli bir yöntem kullanmanın önemli olduğu söylenmektedir (Yüksel, 2013). Bu yöntemlerden en çok tercih edilen ve dayandığı prensipler üzerinden birbirleriyle

karşılaştırılabilirliği açısından uygun olan TFM miktarı, DPPH ve ABTS yöntemleri kullanılabilmesi söylenmektedir. Ancak Folin-Ciocalteu reaktifinin sadece TFM miktarını ölçmediği ve örnek içinde mevcut tüm indirgen maddelerle de tepkime vereceği bildirilmektedir. Bu nedenle reaktifin sadece örnekteki fenolik bileşik düzeyini değil örneğin total indirgeme kapasitesini de ölçtüğü konusunda tartışmalar olduğu belirtilmektedir. Buna rağmen Folin-Ciocalteu reaktifi ile TFM miktarı tayini hemen hemen tüm antioksidan çalışmalarında örnekteki fenolik içeriğinin tayininde kullanılan standart bir yöntem olduğu belirtilmektedir (Ardağ, 2008). Bu çalışmada seçilen optimum koşullarda elde edilen palmye meyvesi özütlerinin TFM miktarı, DPPH ve ABTS sonuçları Çizelge 4.38'de verilmiştir.

Altemimi ve diğerleri (2015) UÖ yönteminde 80 kHz'e göre 37 kHz frekansın TAA ve TFM özütlenmesinde daha etkili olduğunu söylemişlerdir. UÖ'de düşük frekanslarda daha şiddetli kavitasyonlar üretildiği söylenmektedir (Başaran, 2015). Bu çalışmada da UÖ yönteminde kullanılan ultrasonik su banyosunun frekansı ise 40 kHz'dir. Literatürde TFM ve TAA bakımından UÖ yönteminin GÖ yönteminden daha etkili olduğuna dair çalışmalar mevcuttur. Özdoğan (2015) GÖ yöntemine göre UÖ yöntemiyle elde edilen özütte TFM miktarının daha yüksek olduğunu belirtmiştir. Altemimi ve diğerleri (2015) özütleme sıcaklığı, süresi, frekans ve ultrases gücünün kombine bir şekilde çalıştığını ve bu parametrelerin optimum şartlarda olduğunda UÖ'nün GÖ yöntemine göre daha yüksek TAA ve TFM özütlendiğini bildirmişlerdir. Yüksel (2013) özütleme sıcaklığı, süre ve M:S oranının artmasıyla elde edilen TFM ve TAA'nın arttığını belirtmiştir. Buradan yola çıkılarak GÖ yönteminin 25 saat, UÖ yönteminin 5 saat süreyle gerçekleştirildiğini göz önünde bulundurduğumuzda Çizelge 4.38'deki TFM miktarının ve antioksidan kapasitesinin GÖ yöntemiyle elde edilen özütte UÖ yöntemine göre daha yüksek çıkmasının nedeninin, özütleme süresinin 5 kat daha fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. İlbay (2016) antioksidan özütleme işlemlerinde kullanılan çözücü türünün etkisinin oldukça fazla olduğunu bildirmektedir. Vankar ve Srivastava (2010) *Canna indica* kırmızı çiçeklerinden en düşükten en yükseğe sırasıyla etanolik<metanolik<etil asetatlı<asetonlu çözücü ile antioksidan ve TFM miktarının alınabildiğini, özütleme çözücüsünün amaca uygun seçilmesinin önemli olduğu ifade edilmektedir. *W. robusta* meyve kabuğu ve çekirdeğinde bulunan TAA ve TFM'lerin tamamının su ile özütlemeye (GÖ ve UÖ) alınmadığı tespit edilmiştir.

Bu çalışmada amaç SÇKM özütlenmesi olduğu için çözücü olarak su kullanılmasından dolayı TAA ve TFM miktarı özütlenmesinin düşük olduğu düşünülmektedir. Juhaimi ve diğerleri (2012) *Phoenix dactylifera* L. hurma meyve çekirdeğinin sulu özütünde 1,98-4,65 mg GAE/100 g TFM tespit edildiğini bildirmişlerdir. Bütün palmiye meyvelerinden GÖ ve UÖ ile elde edilen Çizelge 4.38'deki TFM miktarları sırasıyla 2,58 ve 1,19 mg GAE/g KM olarak tespit edilmiştir. Özütler TFM miktarı bakımından zengin ve değerli olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.38'ten görüleceği gibi palmiye meyvelerinden GÖ ve UÖ yöntemleri ile elde edilen özütlerin ABTS değerleri sırasıyla 26,64 ve 6,33 μ M Troloks/g KM olarak hesaplanmıştır. Yüksel (2013) yüksek TAA'yı ifade eden daha düşük EC₅₀ değerinin elde edildiği ve EC₅₀ değerini başlangıç DPPH konsantrasyonunu %50 azaltmak için gereken örnek konsantrasyonu veya miktarı olarak tanımlanmaktadır. TAA'yı belirlemede sıklıkla kullanılan bir değer olduğu ve başka bir ifade ile düşük EC₅₀ değerinin yüksek TAA'yı ifade etmekte olduğu belirtilmektedir (Ardağ, 2008; Yüksel, 2013). Çizelge 4.38'de verildiği gibi GÖ ve UÖ yöntemi ile elde edilen özütlerin EC₅₀ değerleri sırasıyla 0,0013 ve 0,0039 mg KM/ μ L olarak belirlenmiştir.

4.3.6. Hidroksimetilfurfural sonuçları

Isıl işlem görmüş ürünlerde en önemli kalite ölçülerinden biri de hidroksimetilfurfural (HMF) miktarıdır. HMF miktarı, üretimde yüklenen ısı düzeyinin bir göstergesi olarak değerlendirilmektedir. Ayrıca uzun süreli depolanan şekerli ürünlerde, zamanla artan miktarda HMF oluşabildiği söylenmektedir. Meyve sularında 5 mg/L meyve suyu konsantrelerinde ise 10 mg/kg değerinden fazla HMF aşırı bir ısı yüklemesinin belirtisi olarak kabul edilmektedir (Tüfekci ve Fenercioğlu, 2010). Bal da kristalizasyonu giderme işlemlerinden olan geleneksel ısıtma yöntemine karşı ısı olmayan ultrases işleminde balın HMF miktarının daha düşük tespit edildiğini belirtilmektedir (Chaikham ve diğerleri, 2016; Önür ve diğerleri, 2018). Bal proseslerinde ultrases uygulamalarında gerçekleşen HMF artışı uygulanan diğer ısı işlemlere göre çok daha az miktarda gerçekleştiği ifade edilmektedir. Bunun nedeni ise ısı işlemlerin daha uzun sürede yapılırken ultrases uygulamaları ile daha kısa sürede aynı işlemin yapılabilmesi olarak bildirilmektedir. Ultrases uygulamalarında süre ve güce bağlı olarak HMF'nin başka moleküllere parçalanabileceğini belirtmektedirler (Bayraktar, 2016). Bu çalışmada palmiye

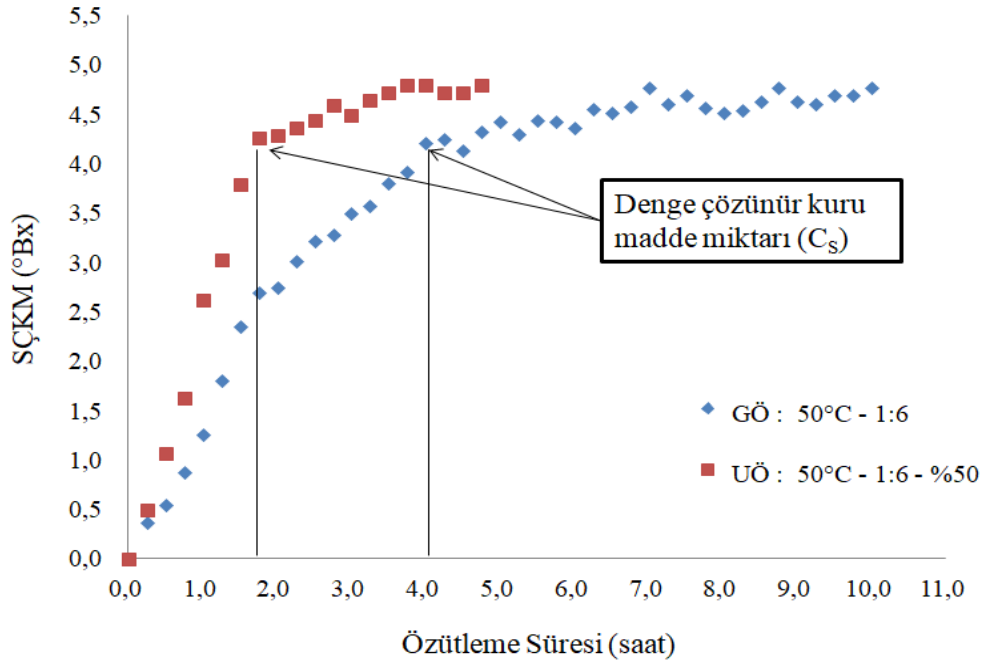
meyvelerinden elde edilen özütlerde HMF miktarı Çizelge 4.39'da görüldüğü gibi GÖ yöntemiyle elde edilen özütte 4,21 mg/L iken UÖ yöntemiyle elde edilen özütte 0,76 mg/L olduğu tespit edilmiştir. Optimum koşullarda GÖ ve UÖ yöntemi ile palmiye meyvelerinden elde edilen özütlerin, meyve sularındaki izin verilen en yüksek HMF sınırı olan 5 mg/L (Tüfekci ve Fenercioğlu, 2010) değerinden yüksek olmadığı belirlenmiştir. Hem GÖ hem de UÖ yönteminde optimum özütleme sıcaklığının 75°C olmasına rağmen GÖ'nün UÖ'ye göre daha fazla HMF içeriğinin tespit edilmesi 5 kat daha uzun süre ısıtılma maruz kalmasından dolayı olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 4.39 : Optimum koşullardaki özütlerin HMF miktarı.

	HMF (mg/L)
GÖ	4,21±0,16
UÖ	0,76±0,09

4.3.7. Toplam kütle transfer katsayı sonuçları

Yapılan bu çalışmada özütleme yöntemi dışındaki tüm özütleme parametrelerinin sabit tutulması için deneme desenindeki orta noktalarda (GÖ; 75°C özütleme sıcaklığı, 1:6 M:S oranı, UÖ; 75°C özütleme sıcaklığı, 1:6 M:S oranı, %20 ultrases gücü) analiz edilmiştir. Böylelikle sonuçlara sadece özütleme yönteminin etkisinin yansımaları sağlanmıştır. Debi formülüne bakıldığında ise kütle transfer katsayısı ile özütleme debisi arasında doğru bir ilişki olduğu bildirilmektedir (Bakkalbaş, 2001). Özütleme süresince çözücüde çözünür kuru madde logaritmik bir azalma göstererek artmıştır. Şekil 4.18'deki grafikte GÖ ve UÖ yönteminin denge çözünür kuru madde miktarı (C_s) sırasıyla 4,215°Bx ve 4,270°Bx olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.18 : GÖ ve UÖ yönteminde denge çözünür kuru madde miktarı grafiği.

GÖ ve UÖ yönteminin SÇKM değişimleri ve logaritmaları sırasıyla Çizelge 4.40 ve 4.41'de verilmiştir.

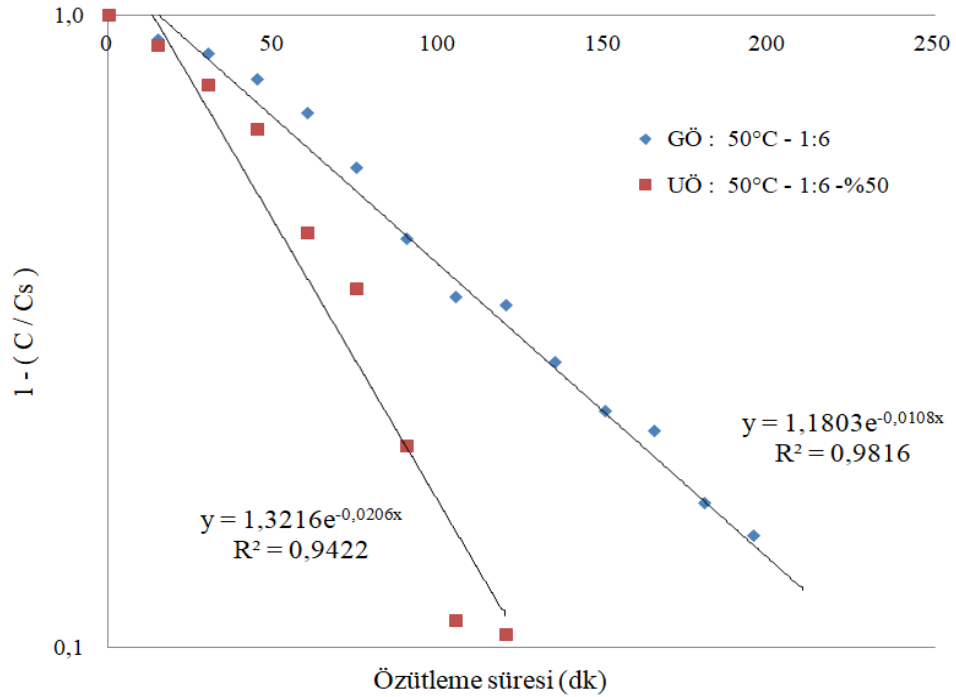
Çizelge 4.40 : GÖ yönteminin SÇKM değişimleri ve logaritması.

Zaman (dk)	SÇKM (°Bx)	$1-C/C_s$	$\log (1-C/C_s)$
0	0,000	1,0	0,0
15	0,365	0,9	0,0
30	0,550	0,9	-0,1
45	0,880	0,8	-0,1
60	1,265	0,7	-0,2
75	1,800	0,6	-0,2
90	2,350	0,4	-0,4
105	2,700	0,4	-0,4
120	2,750	0,3	-0,5
135	3,020	0,3	-0,5
150	3,215	0,2	-0,6
165	3,285	0,2	-0,7
180	3,500	0,2	-0,8
195	3,580	0,2	-0,8
210	3,800	0,1	-1,0
225	3,912	0,1	-1,1
240	4,215	0	-

Çizelge 4.41 : UÖ yönteminin SÇKM değişimleri ve logaritması.

Zaman (dk)	SÇKM (°Bx)	1-C/C _s	log (1-C/C _s)
0	0,000	1,0	0,0
15	0,500	0,9	0,0
30	1,070	0,8	-0,1
45	1,630	0,7	-0,2
60	2,630	0,5	-0,3
75	3,030	0,4	-0,4
90	3,800	0,2	-0,7
105	4,270	0,1	-1,0
120	4,295	0,1	-1,0
135	4,370	0,1	-1,0
150	4,450	0,1	-1,1
165	4,600	0,0	-1,4
180	4,500	0,1	-1,2
195	4,650	0,0	-1,5
210	4,730	0,0	-1,8
225	4,800	0,0	-
240	4,800	0,0	-

Şekil 4.19'daki GÖ ve UÖ için özütleme zamanına karşı tüm çözümler kuru madde değişimlerinin (1-(C/C_s)) grafikleri verilmiştir.



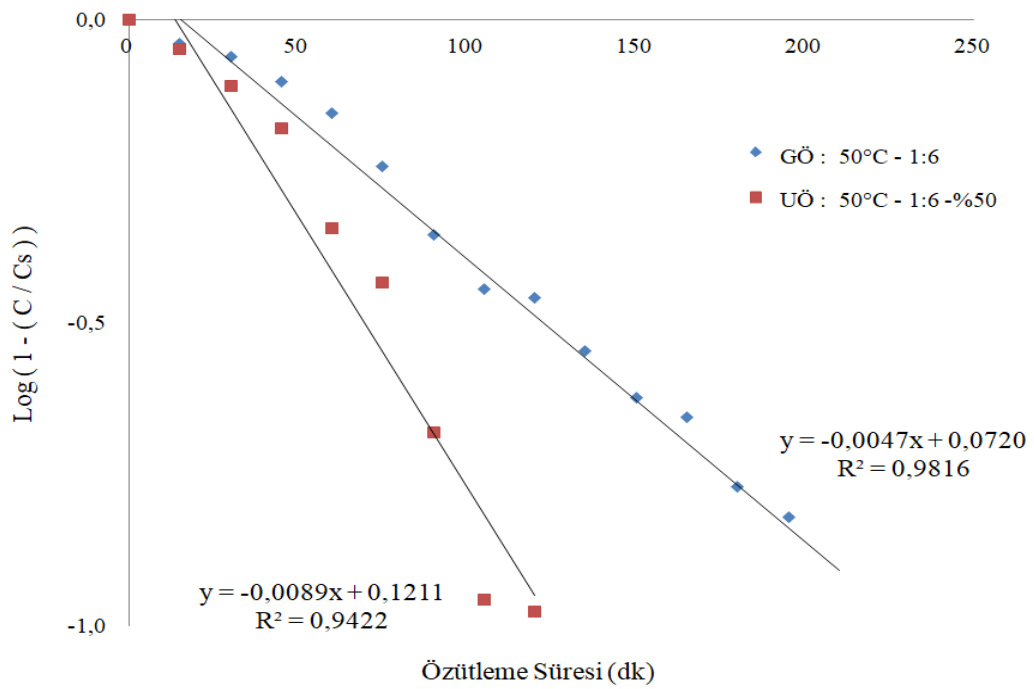
Şekil 4.19 : GÖ ve UÖ yönteminde tüm çözümler kuru madde değişimlerinin özütleme zamanına karşı grafiği.

Şekil 4.19'daki GÖ ve UÖ için model eşitlikleri grafik üzerinde verilmiştir. Evranuz ve Çataltaş (1989) tüm çözümler kuru madde değişimlerini (1-C/C_s) süreye karşı yarı

logaritmik kağıda çizildikten sonra yarı logaritmik kağıda çizilmiş doğrunun eğiminin denklem 4.15'e göre hesaplanabileceğini bildirmektedir.

$$\text{Eğim} = \frac{\log(Y1) - \log(Y2)}{X1 - Xn} \quad (4.15)$$

Denklem 4.15'e göre SÇKM değişimlerinin logaritmasının ($\log(1-C/Cs)$) süreye karşı grafiğindeki 1. dereceden (lineer) denklemdeki "x" değerinin önündeki katsayı eğimi vermektedir. Şekil 4.20'deki GÖ ve UÖ için eğim değerleri sırasıyla 0,0047 ve 0,0089 olarak tespit edilmiştir. Bu eğimler denklem 3.19'daki formülde kullanılarak GÖ ve UÖ toplam kütle transfer katsayıları hesaplanmıştır.



Şekil 4.20 : GÖ ve UÖ yönteminde tüm çözümlü kuru madde değişimlerinin logaritmasının özütleme zamanına karşı grafiği.

Bakkalbaşı (2001) dut kurusundan SÇKM özütleme yönteminde 20, 50 ve 70°C özütleme sıcaklıklarında kütle transfer katsayısını sırasıyla 2,91, 4,68 ve 5,52 mL çözelti/dk olarak bulduğunu bildirmiştir. UÖ yönteminin, özütlenebilir bileşenlerin kütle transferi ile çözücü fazına aktarımını arttırdığını bildirmektedirler (Tavman ve diğerleri, 2009; Çelik, 2017). Entezari ve diğerleri (2004) hurmadan şeker özütlemesinde UÖ yönteminin GÖ'ye kıyasla daha kısa sürede gerçekleştiğini bildirmişlerdir. Bu çalışmada GÖ ve UÖ yöntemlerinin toplam kütle transfer katsayıları sırasıyla 2,50 ve 4,80 mL çözelti/dk olduğu Çizelge 4.42'de verilmiştir.

GÖ'ye göre UÖ yönteminde toplam kütle transfer katsayısının arttığı tespit edilmiştir.

Çizelge 4.42 : GÖ ve UÖ yöntemlerinin toplam kütle transfer katsayısı.

Toplam kütle transfer katsayısı (mL çözelti/dk)	
GÖ	2,50
UÖ	4,80

4.4. Geleneksel Özütleme ve Ultrases Destekli Özütleme Yöntemlerinde Harcanan Elektrik Miktarının Kıyaslanması

Elektrik enerjisi tüketiminin; cihazın güç tüketimi (kW) ile cihazın çalıştırılma süresinin (saat) çarpımı olarak hesaplandığı bildirilmektedir (Şahin, 2012; Duman, 2014). Bu çalışmada optimum özütleme koşullarında elektrik enerji tüketimi Çizelge 4.43'te verilmiştir. UÖ'de (13,33 kWh) özütleme süresi daha kısa olduğu için elektrik enerji tüketiminin GÖ'ye (45,00 kWh) göre daha düşük olduğu hesaplanmıştır.

Çizelge 4.43 : Optimum koşullardaki özütlerin üretiminde harcanan elektrik miktarı.

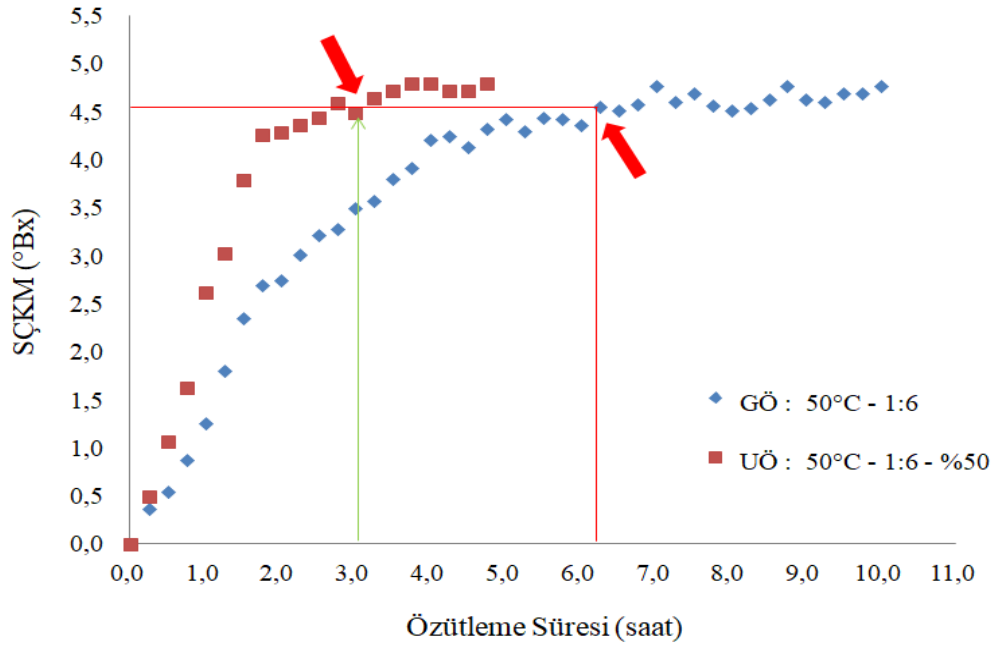
	Cihazın Toplam Güç Tüketimi (kW)	Cihazın Birim Güç Tüketimi (kW/L)	Özütleme Süresi (saat, h)	Elektrik Enerji Tüketimi (kWh)
GÖ (Su Banyosu)	1,800	0,06	25	45,00
UÖ (Ultrasonik Su Banyosu + Soğutma İçin Kullanılan Su Banyosu)	2,665	0,06	5	13,33

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada *W. robusta* meyvesinden çeşitli gıda uygulamalarında kullanılabilen sıvı şeker üretimi için en verimli özütleme koşullarının belirlenmesi amaçlanmıştır. GÖ yönteminde ($\bar{I}= 0,923$) 75°C özütleme sıcaklığı 1:3,9 g meyve:su mL M:S oranı optimum özütleme koşulu olarak belirlenmiştir. UÖ yönteminde ise ($\bar{I}= 0,950$) 75°C özütleme sıcaklığı, 1:2,7 g meyve:su mL M:S oranı ve %20 ultrases gücü optimum özütleme koşulu olarak belirlenmiştir. İstatistiksel analizlerin, optimum özütleme koşullarını geliştirmede yararlı ve güçlü bir araç olduğu bilinmektedir. YYM ile hem GÖ hem de UÖ yönteminin optimize edilmesiyle endüstriyel üretimin daha verimli olacağı öngörülmektedir.

Bu çalışmada kullanılan özütleme yöntemlerini kıyaslayabilmek için orta noktada (GÖ yönteminde özütleme sıcaklığı 50°C, M:S oranı 1:6 g meyve:mL su; UÖ yönteminde özütleme sıcaklığı 50°C, M:S oranı 1:6 g meyve:mL su ve ultrases gücü %50) olan özütleme koşullarında SÇKM değerinin zamana karşı değişimi Şekil 5.1'de verilmektedir. Şekil 5.1'den; UÖ yönteminin, GÖ yöntemine kıyasla daha kısa sürede daha yüksek SÇKM değerine ulaşabilmeyi sağladığı görülmektedir. UÖ yönteminde GÖ yöntemine göre yaklaşık 2 kat daha hızlı bir şekilde istenilen SÇKM değerine ulaşılabilirdiği belirlenmiştir. Endüstriyel açıdan düşünüldüğünde örneğin 4,5°Bx değerine ulaşmak için GÖ yöntemiyle 6 saat özütleme işlemi yapılırken UÖ yönteminde 3 saat gibi bir sürenin yeterli olduğu görülmektedir (Şekil 5.1). UÖ yöntemi kullanılması ile GÖ yöntemine göre özütleme süresinin %50 azaldığı belirlenmiştir. UÖ ile bitkisel dokulardaki hücre duvarları parçalanarak özütlenbilir bileşenlerin çözücü fazına geçişinde kütle transfer katsayısının arttığı (4,80 mL çözelti/dk) ve buna bağlı olarak daha kısa sürede özütleme işleminin gerçekleştirildiği tespit edilmiştir. UÖ yöntemi kullanılması ve değişkenlerin optimize edilmesi ile toplam kütle transfer katsayısında %47,9'luk bir artış olduğu tespit edilmiştir. Bu durumda özütleme işleminde ultrases kullanımının toplam kütle transfer katsayısını arttırdığı ve buna bağlı olarak özütleme işleminde birim zamanda çözücüye geçen SÇKM miktarının artacağı açıkça görülmektedir. Sonuç olarak UÖ

yöntemi ile yüksek toplam kütle transfer katsayısına ve daha başarılı özütleme işlemlerine ulaşılmaktadır.



Şekil 5.1 : GÖ ve UÖ yöntemini kıyaslama grafiği.

Ayrıca GÖ'ye göre UÖ yönteminin özütleme süresini kısaltmasıyla daha az elektrik enerjisi tüketiminin (13,33 kWh) olduğu ve %70,4 düzeyinde tasarruf edildiği tespit edilmiştir. Endüstride hem sürenin hem de elektrik enerjisi tüketiminin önemini düşündüğümüzde UÖ yöntemi tercih edilmelidir. Sonuç olarak, UÖ yönteminin kullanılmasının endüstride özellikle enerji ve zaman yönünden fayda sağlayacağı düşünülmektedir. UÖ; basit, ucuz, hızlı, verimli ve yeşil özütleme yöntemi olması nedeniyle GÖ yöntemlerine iyi bir alternatif olduğu görülmüştür. Ayrıca UÖ ve GÖ yöntemleri işlem sürelerine göre kıyaslandığında, UÖ yöntemiyle elde edilen özütlerin bazı fizikokimyasal kalite özelliklerinin iyileştiği gözlenmiştir.

W. robusta ağacı meyveleri özellikle Türkiye ve Dünya genelinde ticari değeri henüz önemli oranda fark edilmemiş atıl bir meyve olmasına rağmen oldukça geniş alanlarda değerlendirilebilecek bir ürün olduğu öngörülmektedir. *W. robusta* ağacı meyveleri kültür ortamına alınmaya ihtiyaç duymadan yetişmektedir. Palmiye meyvelerinden pekmez, biyoetanol ve yem üretimi yapılabileceği bildirilmektedir. Bu çalışma palmiye özütünün yüksek besinsel özelliklere sahip ve gıda endüstrisinde değerlendirilebilir olduğunu göstermiştir. Ancak *W. robusta* meyveleri endüstriyel boyutta işlenerek ekonomik değer taşıyan ürünlere dönüştürülmesiyle ilgili yeterli

çalışmanın yapılmadığı görülmüştür. Yüksek miktarda SÇKM içeren *W. robusta*'nın SÇKM'sinin önemli bir kısmını meydana getiren şekerler, bu meyvenin endüstriyel açıdan değerlendirilebilir bir ürün olabileceği sonucunu yaratmaktadır. Yüksek şeker içeriğine sahip *W. robusta* meyvesinden alınan şekerin, nişastadan inversiyon işlemi ile elde edilen şekere alternatif olabileceği öngörülmektedir. Palmiye meyvesinden elde edilen özütlerin TFM ve TAA bakımından zengin olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte özütün ana fenolik bileşiklerini izole etmek, tanımlamak ve karakterize etmek için daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır.



KAYNAKLAR

- Álvarez-Casas, M., García-Jares, C., Llompert, M. ve Lores, M. (2014). Effect of Experimental Parameters in the Pressurized Solvent Extraction of Polyphenolic Compounds from White Grape Marc. *Food Chemistry*, 157, 524-532. doi:10.1016/j.foodchem.2014.02.078
- Aghilinategh, N., Rafiee, S., Hosseinpour, S., Omid, M. ve Mohtasebi, S. S. (2015). Optimization of İntermittent Microwave-Convective Drying Using Response Surface Methodology. *Food Science and Nutrition*, 3(4), 331-341. doi:10.1002/fsn3.224
- Akben, S. B., Kalkan, S. ve Çanga, D. (2017). The Optimization Method by Using the Transformation of Two Variable Dependent Experiment Results into Image Data and Its Usability in the Food Engineering Applications. *Eurasian Journal of Food Science and Technology*, 1(1), 58-65.
- Albayrak, S., Sağdıç, O. ve Aksoy, A. (2010). Bitkisel Ürünlerin ve Gıdaların Antioksidan Kapasitelerinin Belirlenmesinde Kullanılan Yöntemler. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi*, 26(4), 401-409.
- Algan Cavuldak, Ö., Vural, N. ve Anlı, R. E. (2016). Bitki Kaynaklı Fenolik Bileşiklerin Ultrasonik Dalga Destekli Ekstraksiyonu. *Gıda*, 41(1), 53-60. doi:10.15237/gida.GD15059
- Al-Hooti, S. U. A. D., Sıdhu, J. S. ve Qabazard, H. (1997a). Objective Color Measurement of Fresh Date Fruits and Processed Date Products. *Journal of Food Quality*, 20(3), 257-266. doi:10.1111/j.1745-4557.1997.tb00469.x
- Al-Hooti, S., Sıdhu, J. S. ve Qabazard, H. (1997b). Physicochemical Characteristics of Five Date Fruit Cultivars Grown in the United Arab Emirates. *Plant Foods for Human Nutrition*. 50(2), 101-113. doi:10.1007/BF02436030
- Al-Hooti, S. N., Sıdhu, J. S., Al-Saqer, J. M. ve Al-Othman A. (2002). Chemical Composition and Quality of Date Syrup as Affected by Pectinase/Cellulase Enzyme Treatment. *Food Chemistry*, 79(2), 215-220. doi:10.1016/S0308-8146(02)00134-6
- Altan, D. D. (2014). Kuşburnu Meyvesinin Geleneksel Yöntemle Meyve Suyuna İşlenmesi Aşamalarında Antioksidan Kapasite Değişiminin İncelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ*.
- Altemimi, A., Choudhary, R. Watson, D. G. ve Lightfoot, D. A. (2015). Effects of Ultrasonic Treatments on the Polyphenol and Antioxidant Content of Spinach Extracts. *Ultrasonics Sonochemistry*, 24, 247-255. doi:10.1016/j.ultsonch.2014.10.023
- Amira, E. A., Behija, S. E., Beligh, M., Lamia, L., Manel, I., Mohamed, H. ve Lotfi, A. (2012). Effects of the Ripening Stage on Phenolic Profile, Phytochemical Composition and Antioxidant Activity of Date Palm Fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(44), 10896-10902. doi:10.1021/jf302602v
- Anderson, G. H. (1995). Sugars, Swetness, and Food Intake. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 62(1), 195-201. doi:10.1093/ajcn/62.1.195S

- Anjum, F. M., Bukhat, S. I., El-Ghorab, A. H., Khan, M. I., Nadeem, M., Hussain, S. ve Arshad, M. S. (2012). Phytochemical Characteristics of Date Palm (*Phoenix dactylifera*) Fruit Extracts. *Pakistan Journal of Food Sciences*, 22(3), 117-127.
- Annegowda, H. V., Bhat, R., Min-Tze, L., Karim, A. A. ve Mansor, S.M. (2011). Influence of Sonication Treatments and Extraction Solvents on the Phenolics and Antioxidants in Star Fruits. *Journal of Food Science and Technology*, 49(4), 510-514. doi:10.1007/s13197-011-0435-8
- Anonim, (2018a). *Washingtonia*. Erişim Adresi: <http://en.wikipedia.org/wiki/Washingtonia>. (Erişim Tarihi: 10.06.2018).
- Anonim, (2018b). *Washingtonia filifera*. Erişim Adresi: http://www.floridata.com/ref/w/wash_fil.cfm. (Erişim tarihi: 14.06.2018).
- Anonim, (2019a). Şeker. Erişim Adresi: <http://www.Aktuelkimya.blogspot.com>, (Erişim Tarihi: 18.07.2019).
- Anonim, (2019b). Disakkaritler. Erişim Adresi: <http://www.disakkaritler.webders.net>. (Erişim Tarihi: 19.07.2019).
- Anonim, (2019c). Mersin ve Türkiye haritası. Erişim Adresi: <http://www.maps/place/mersin.com>, (Erişim Tarihi: 20.06.2019).
- AOAC, (2006). Official Method 977.20 Official Methods of Analysis. Separation of sugars in honey, *AOAC International*, 44.4.13.
- Ardağ, A. (2008). Antioksidan Kapasite Tayini Yöntemlerinin Analitik Açıdan Karşılaştırılması. *Yüksek Lisans Tezi, Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Aydın.
- Armenta-Méndez, L., Ortega-Nieblas, M. M., Gallo-Reynoso, J. P., Gardea, A. A., Wilder, B., González-Aguilar, G. ve Preciado-Saldaña, A. M. (2019). Proximal Chemical Analysis and Secondary Metabolites in *Washingtonia Robusta* Fruit (*Arecaceae*): Relevance for the Feeding of Wildlife and Human. *Ecology/Ecologia*. doi:10.17129/botsci.2057
- Arruda, H. S., Pereira, G. A. ve Pastore, G. M. (2017). Oligosaccharide Profile in Brazilian Cerrado Fruit Araticum (*Annona crassiflora* Mart.). *LWT-Food Science and Technology*, 76, 278-283. doi:10.1016/j.lwt.2016.05.017
- Aslan, S. ve Şanlıer, N. (2018). Hurmanın (*Phoenix dactylifera*) Bileşimi ve Antioksidan Özellikleri. *Beslenme ve Diyet Dergisi*, 46(2), 176-182. doi:10.33076/2018.BDD.302
- Aslan, M. ve Akan, H. (2019). Şanlıurfa Ormanlarındaki Doğal Odunsu Bitkilerin ve Park-Bahçe Bitkilerinin Tespiti ve Peyzaj Değerlerinin Belirlenmesi. *Biological Diversity and Conservation*, 12(1), 50-65.
- Asp, N. G. (1994). Nutritional Classification and Analysis of Food Carbohydrates. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 59(3), 679-681. doi:10.1093/ajcn/59.3.679Sa
- Assirey, E. A. (2014). Nutritional Composition of Ten Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Cultivar Fruits Grown in Saudi Arabia by High Performance Liquid Chromatography. *Journal of Taibah University for Science*, 1-12.

- Ateş, E. (2017). Ultrason Destekli Ekstraksiyon Uygulamasının Yeşil Çay Ekstraktının Fizikokimyasal ve Fitokimyasal Özellikleri Üzerine Etkisi. *Yüksek Lisans Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tokat.
- Aysel, E. L. İ. K., Yanık, D. K. ve Göğüş, F. (2017). Optimization of Microwave-Assisted Extraction of Phenolics from Organic Strawberry Using Response Surface Methodology. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*, 21(2), 143-154. doi:10.29050/harranziraat.321124
- Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M. H. A., Ghafoor, K., Norulaini, N. A. N. ve Omar, A. K. M. (2013). Techniques for Extraction of Bioactive Compounds from Plant Materials: A Review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426-436. (http://www.epa.gov/greenchemistry/pubs/about_gc.html). doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.01.014
- Bakkalbaşı, E. (2001). Dut Kurusunun Ekstraksiyon Koşullarının Belirlenmesi, *Yüksek Lisans Tezi, Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Van.
- Barbero, G. F., Liazid, A., Palma, M. ve Barroso, C. G. (2008). Ultrasound-Assisted Extraction of Capsaicinoids from Peppers. *Talanta*, 75(5), 1332-1337. doi:10.1016/j.talanta.2008.01.046
- Başaran, E. (2015). Fındıkta Uygulanan Ultrases Ön İşleminin Fındık Yağı Verimine ve Kalitesine Etkisi. *Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- Bayar, N., Bouallegue, T., Achour, M., Kriaa, M., Bougatef, A. ve Kammoun, R. (2017). Ultrasonic Extraction of Pectin from *Opuntia ficus indica* Cladodes After Mucilage Removal: Optimization of Experimental Conditions and Evaluation of Chemical and Functional Properties. *Food Chemistry*, 235, 275-282. doi:10.1016/j.foodchem.2017.05.029
- Bayraktar, M. (2016). Ultrases Teknolojisinin Balın Kalitesi Üzerine (HMF, Enzim) Etkisinin Belirlenmesi ve Sanayideki Geleneksel Isıtma Yöntemlerine Alternatif Yöntemlerin Araştırılması. *Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- Benahmed-Bouhafoun, A., Djebbar, H. ve Kaid-Harche, M. (2015). Determination of Polyphenolic Compounds of *Washingtonia robusta* H. Wendl Extracts. *Acta Physica Polonica A*, 128(2B). doi:10.12693/APhysPolA.128.B-465
- Ben Thabet, I., Besbes, S., Masmoudi, M., Attia, H., Deroanne, C. ve Blecker, C. (2009). Compositional, Physical, Antioxidant and Sensory Characteristics of Novel Syrup from Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.). *Food Science and Technology International*, 15(6), 583-590. doi:10.1177/1082013209353079
- Bernardo-Gil, M. G., Roque, R., Roseiro, L. B., Duarte, L. C., Gírio, F. ve Esteves, P. (2011). Supercritical Extraction of Carob Kibbles (*Ceratonia siliqua* L.). *The Journal of Supercritical Fluid*, 59, 36-42. doi:10.1016/j.supflu.2011.08.007
- Biglari, F., AlKarkhi, A. F. ve Easa, A. M. (2008). Antioxidant Activity and Phenolic Content of Various Date Palm (*Phoenix dactylifera*) Fruits from Iran. *Food Chemistry*, 107(4), 1636-1641. doi:10.1016/j.foodchem.2007.10.033

- Bilen, F. D. (2015). Polyphenol Content and in Vitro Bioavailability of Black Carrot (*Daucus carota*) Pomace and Peel. *Master Thesis, Istanbul Technical University Graduate School of Natural and Applied Sciences, İstanbul.*
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E. ve Berset, C. L. W. T. (1995). Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. *LWS-Food Science and Technology*, 28(1), 25-30.
- Borchani, C., Besbes, S., Blecker, C., Masmoudi, M., Baati, R. ve Attia, H. (2010). Chemical Properties of 11 Date Cultivars and Their Corresponding Fiber Extracts. *African Journal of Biotechnology*, 9(26), 4096-4105.
- Bouhlali, E. D. T., Ramchoun, M., Alem, C., Ghafoor, K., Ennassir, J. ve Zegzouti, F. Y. (2015). Functional Composition and Antioxidant Activities of Eight Moroccan Date Fruit Varieties (*Phoenix dactylifera L.*). *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*. doi:10.1016/j.jssas.2015.08.005
- Bulduk, İ. ve Gökce, S. (2017). Yüzey Yanıt Metodolojisi ile Biberiye Yapraklarından Rosmarinik Asit Ekstraksiyonunun Optimizasyonu, *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 5(2), 441-454.
- Büyüktuncel, E. (2012). Gelişmiş Ekstraksiyon Teknikleri I. *Hacettepe Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi*, 32(2), 209-242.
- Cemeroğlu, B. (2010). Gıda Analizleri. *Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları*, 34(2), 1-429, Ankara.
- Chaikham, P., Kemsawasd, V. ve Apichartsrangkoon, A. (2016). Effects of Conventional and Ultrasound Treatments on Physicochemical Properties and Antioxidant Capacity of Floral Honeys from Northern Thailand. *Food Bioscience*, 15, 19-26. doi:10.1016/j.fbio.2016.04.002
- Chaira, N., Ferchichi, A., Mrabet, A. ve Sghairoun, M. (2007). Chemical Composition of the Flesh and the Pit of Date Palm Fruit and Radical Scavenging Activity of Their Extracts. *Pakistan Journal of Biological Sciences*, 10(13), 2202-2207.
- Chandraju, S., Mythily, R. ve Chidan, K. C. (2011a). Extraction, Isolation and Identification of Sugars from Banana Peels (*Musa sapientum*) by HPLC Coupled LC/MS Instrument and TLC Analysis. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 3(3), 312-321.
- Chandraju, S., Mythily, R. ve Chidan, K. C. (2011b). Separation and Identification of Simple Sugar Metabolites from Non-Edible Pomegranate (*Punica granatum L.*) via TLC and On-Line Electrospray Mass Spectrometry. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 3(4), 422-429.
- Chandraju, S., Mythily, R. ve Chidan, K. C. (2011c). Liquid-Liquid Extraction of Sugars from Non Edible Pineapple (*Ananas comosus*) and Analysis by Sophisticated Liquid Chromatography/Mass Spectroscopy and Thin Layer Chromatographic Analysis. *International Journal of Current Scientific Research*, 1(3), 125-128.
- Chandraju, S., Mythily, R. ve Kumar C. C. (2011d). Liquid Chromatography/Mass Spectroscopy and TLC Analysis for the Identification of Sugars Extracted from the Outer Skin of Almond Fruit (*Prunus dulcis*). *Recent Research in Science and Technology*, 3(7), 58-62.

- Chandrabu, S., Mythily, R. ve Kumar, C. C. (2012a). Qualitative Chromatographic Analysis of Sugars Present in Non-Edible Rind Portion of Custard Apple (*Annona squamosa L.*). *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 4(2), 1312-1318.
- Chandrabu, S., Mythily, R., ve Kumar, C. C. (2012b). Preparative HPLC Separation of Sugars Extracted from Non-Edible Portion of Ridge Gourd (*Luffa acutangula*) and Their Identification by Mass and TLC Analysis. *International Journal of Chemistry Research*, 3(1), 40-44.
- Chandra-Sekhar, K. N. ve De-Mason, D. A. (1988). A Comparison of Endosperm and Embryo Proteins of the Palm *Washingtonia filifera*. *American Journal of Botany*, 75(3), 338-342.
- Chemat, F. ve Khan, M. K. (2011). Applications of Ultrasound in Food Technology: Processing, Preservation and Extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(4), 813-835. doi:10.1016/j.ultsonch.2010.11.023
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A-G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A.S. ve Albert-Vian, M. (2017). Ultrasound Assisted Extraction of Food and Natural Products, Mechanisms, Techniques, Combinations, Protocols and Applications. A Review, *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 540-560. doi:10.1016/j.ultsonch.2016.06.035
- Chen, C., You, L. J., Abbasi, A. M., Fu, X. ve Liu, R. H. (2015a). Optimization for Ultrasound Extraction of Polysaccharides from Mulberry Fruits with Antioxidant and Hyperglycemic Activity in Vitro. *Carbohydrate Polymers*, 130, 122-132. doi:10.1016/j.carbpol.2015.05.003
- Chen, F., Sun, Y., Zhao, G., Liao, X., Hu, X., Wu, J. ve Wang, Z. (2007). Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Anthocyanins in Red Raspberries and Identification of Anthocyanins in Extract Using High-Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry. *Ultrasonics Sonochemistry*, 14(6), 767-778. doi:10.1016/j.ultsonch.2006.12.011
- Chen, M., Zhao, Y. ve Yu, S. (2015b). Optimisation of Ultrasonic-Assisted Extraction of Phenolic Compounds, Antioxidants, and Anthocyanins from Sugar Beet Molasses. *Food Chemistry*, 172, 543-550. doi:10.1016/j.foodchem.2014.09.110
- Chen, G. ve Kan, J. (2018). Ultrasound-Assisted Extraction, Characterization, and Antioxidant Activity in Vitro and in Vivo of Polysaccharides from Chestnut Rose (*Rosa roxburghii tratt*) Fruit. *Journal of Food Science and Technology*, 55(3), 1083-1092. doi:10.1007/s13197-017-3023-8
- Cheng-mei, L. O. N. G. (2010). Study on Extraction Technology for Total Sugar from Guizhou Jiuqian Plum Fruit. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 33, 172.
- Chniti, S., Jemni, M., Bentahar, I., Shariati, M. A., Djelal, H., Amrane, A. ve Hassouna, M. (2017). By-Products of Date: Optimization of the Extraction of Juice Using Response Surface Methodology and Ethanol Production. *Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences*, 7(2), 204-208. doi:10.15414/jmbfs.2017.7.2.204-208

- Coşkuner, A. (2006). Dünya ve Türkiye'deki Palmiyeler, Ekolojik Özellikleri ile İzmir ve Çeşme'deki Kullanımları Üzerine Araştırmalar. *Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.*
- Coşkuner, Y. ve Gökbudak, A. (2016). Dimensional Specific Physical Properties of Fan Palm Fruits, Seeds and Seed Coats (*Washingtonia robusta*). *International Agrophysics*, 30(3), 301-309.
- Cui, S. W. (2005). Food Carbohydrates: Chemistry, Physical Properties, and Applications. *Taylor and Francis Group*, 10, 1-128.
- Çağdaş, E. ve Seydim, A. C. (2016). Üzüm Çekirdeğinden Fenolik Bileşen Ekstraksiyonunun Yüzey Yanıt Metodu ile Optimizasyonu. *Gıda*, 41(6), 403-410.
- Çam, M. ve Hışıl, Y. (2010). Pressurised Water Extraction of Polyphenols from Pomegranate Peels. *Food Chemistry*, 123(3), 878-885. doi:10.1016/j.foodchem.2010.05.011
- Çatıkkaş, A. (2019). Palmiye (*Washingtonia robusta*) Meyvesinin Gıda Endüstrisinde Kullanım Olanaklarının Araştırılması, *Yüksek Lisans Tezi, Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karaman.*
- Çelik, S. Y. (2017). Kristalize Çam Balının Çözdürülmesinde Mikrodalga Isıtmanın Hidroksimetilfurfural Oluşumu ve Diastaz Aktivitesi Üzerine Etkileri. *Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.*
- da Silveira Agostini-Costa, T. (2018). Bioactive Compounds and Health Benefits of Some Palm Species Traditionally Used in Africa and the Americas. A review. *Journal of Ethnopharmacology*, 224, 202-229. doi:10.1016/j.jep.2018.05.035
- D'Alessandro, L. G., Dimitrov, K., Vauchel, P. ve Nikov, I. (2014). Kinetics of Ultrasound Assisted Extraction of Anthocyanins from Aronia Melanocarpa (black chokeberry) Wastes. *Chemical Engineering Research and Design*, 92(10), 1818-1826. doi:10.1016/j.cherd.2013.11.020
- Demirtaş, Ö. (2007). Keçiboynuzu (*Ceratonia siliqua*) Çekirdeklerinden Gam Üretim Yollarının Araştırılması, *Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.*
- Deng, G-F., Xu, D. P., Li, S. ve Li, H. B. (2015). Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Natural Antioxidants from Sugar Apple (*Annona squamosa L.*) Peel Using Response Surface Methodology. *Molecules*, 20(11), 20448-20459. doi:10.3390/molecules201119708
- Diaz, C. S. (1995). Doğal Keçiboynuzu Şekerlerinin Şurubu ve Üretimi için Bir İşlem. ABD Patent No. 5,451,262, Washington, DC: ABD Patent ve Marka Ofisi.
- Dos Santos, E. K. R., Azoubel, P. M. ve Gouveia, E. R. (2017). Better Pectin Yield from Passion Fruit Peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) from Shaker or Ultrasound? A Comparison. *Waste and Biomass Valorization*, 8(3), 905-910. doi:10.1007/s12649-016-9611-4
- Duman, A. (2014). Süt Sağım Mekanizasyonunda Enerji Maliyetlerinin ve Enerji Verimliliğini Etkileyen Unsurların Saptanması Üzerine Bir Araştırma. *Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.*

- El-Darra, N., Grimi, N., Vorobiev, E., Louka, N. ve Maroun, R. (2013). Extraction of Polyphenols from Red Grape Pomace Assisted by Pulsed Ohmic Heating. *Food Bioproc Technology*, 6(5), 1281-1289. doi:10.1007/s11947-012-0869-7
- Eliasson, A. C. (2006). Carbohydrates in Food. *Taylor and Francis Group*, 13, 1-36.
- El-Sharnouby, G. A., Aleid, S. M. ve Al-Otaibi, M. M. (2014). Liquid Sugar Extraction from Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Fruits. *Journal of Food Processing and Technology*, 5(12), 1-5. doi:10.4172/2157-7110.1000402
- El-Sohaimy, S. A. ve Hafez, E. E. (2010). Biochemical and Nutritional Characterizations of Date Palm Fruits (*Phoenix dactylifera L.*). *Journal of Applied Sciences Research*, 6(6), 1060-1067.
- Entezari, M. H., Nazary, S. H. ve Khodaparast, M. H. (2004). The Direct Effect of Ultrasound on the Extraction of Date Syrup and Its Micro-Organisms. *Ultrasonics Sonochemistry*, 11(6), 379-384. doi:10.1016/j.ultsonch.2003.10.005
- Esener, R. (1999). Palmiyeler. *Ümit Yayıncılık*, Ankara.
- Espínola, F., Moya, M., Fernández, D. G. ve Castro, E. (2011). Modelling of Virgin Olive Oil Extraction Using Response Surface Methodology. *International Journal of Food Science and Technology*, 46(12), 2576-2583. doi:10.1111/j.1365-2621.2011.02786.x
- Evranuz, Ö. ve Çataltaş, İ. (1989). Gıda İşleme Mühendisliği. 1. Baskı, *Inkilap Kitapevi*.
- Felger, R. S. ve Joyal, E. (1999). The Palms (*Arecaceae*) of Sonora, Mexico. *Aliso: A Journal of Systematic and Evolutionary Botany*, 18(1), 1-18. doi:10.5642/aliso.19991801.11
- Fennir, M. A., Landry, J. A., Ramaswamy, H. S. ve Raghavan, V. G. S. (2003). An Investigation of Sugar Extraction Methods and the Use of Microwave Power for Date Syrup Processing: Efficiency and Color Related Considerations. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 38(3), 189-196. doi:10.1080/08327823.2003.11688498
- Garcia-Ortuño, T., Andreu-Rodriguez, J., Ferrandes-Garcia, M. T., Ferrandez-Garcia, C. E., Medina, E., Parede, C., Perez-Murcia, M. D. ve Moreno-Caselles, J. (2013). Evaluation of the Different Uses of *Washingtonia robusta* Pruning Waste. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 44(1-4), 623-631. doi:10.1080/00103624.2013.745371
- Garcia-Salas, P., Morales-Soto, A., Segura-Carretero, A., ve Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Phenolic-Compound-Extraction Systems for Fruit and Vegetable Samples. *Molecules*, 15(12), 8813-8826. doi:10.3390/molecules15128813
- Garofulic, I. E., Dragovic-Uzelac, V., Jambrak, A. R. ve Jukic, M. (2013). The Effect of Microwave Assisted Extraction on the Isolation of Anthocyanins and Phenolic Acids from Sour Cherry Marasca (*Prunus cerasus var. marasca*). *Journal of Food Engineering*, 117(4), 437-442. doi:10.1016/j.jfoodeng.2012.12.043
- Gizir, A. M., Turker, N. ve Artuvan, E. (2008). Pressurized Acidified Water Extraction of Black Carrot (*Daucus carota ssp. sativus var. atrorubens alef.*) Anthocyanins. *European Food Research and Technology*. 226(3), 363-370. doi:10.1007/s00217-006-0546-z

- Gomaa, R. A. (2019). Physico-Chemical Characteristics of *Washingtonia robusta* Fruit Oil. *Suez Canal University Journal of Food Sciences*, 6(1), 19-25. doi:10.21608/SCUJ.2019.60150
- Govender, S., Pillay, V., Chetty, D. J., Essack, S. Y., Dangor, C. M. ve Govender, T. (2005). Optimisation and Characterisation of Bioadhesive Controlled Release Tetracycline Microspheres. *International Journal of Pharmaceutics*. 306(1-2), 24-40. doi:10.1016/j.ijpharm.2005.07.026
- Grigoras, C. G., Destandau, E., Zubrzycki, S. ve Elfakir, C. (2012). Sweet Cherries Anthocyanins: An Environmental Friendly Extraction and Purification Method. *Separation and Purification Technology*, 100, 51-58. doi:10.1016/j.seppur.2012.08.032
- Günyeli, S. (2012). Bazı Organik Asitlerin Tepkimeli Özütleme ile Ayrılması. *Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.*
- Güvercin, S. ve Yıldız, A. (2018). Optimization of Cutting Parameters Using the Response Surface Method. *Sigma: Journal of Engineering and Natural Sciences*, 36(1), 113-121.
- Habib, H. M. ve İbrahim, W. H. (2011). Nutritional Quality of 18 Date Fruit Varieties. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 62(5), 544-551. doi:10.3109/09637486.2011.558073
- Hawari, A. H ve Mulligan, C. N. (2006). Biosorption of Lead (II), Cadmium (II), Copper (II) and Nichel (II) by Anaerobic Granular Biomass. *Bioresource Technology*, 97(4), 672-700. doi:10.1016/j.biortech.2005.03.033
- Haynes, J. ve McLaughling, J. (2000). Edible Palms and Their Uses. *Gainesville: University of Florida.*
- Hazir, A. ve Buyukozturk, H. D. (2013). *Phoenix spp.* and Other Ornamental Palms in Turkey: the Threat from Red Palm Weevil and Red Palm Scale Insects. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 25(11), 843-853. doi:10.9755/ejfa.v25i11.16500
- Ivanovic, J., Tadic, V., Dimitrijevic, S., Stamenic, M., Petrovic, S. ve Zizovic, I. (2014). Antioxidant Properties of the Anthocyanin-Containing Ultrasonic Extract from Blackberry Cultivar "*Cacanska Bestrna*". *Industrial Crops and Products*, 53, 274-281. doi:10.1016/j.indcrop.2013.12.048
- İlbay, Z., Şahin, S. ve Kırbaşlar, Ş. İ. (2013). Optimisation of Ultrasound-Assisted Extraction of Rosehip (*Rosa canina L.*) with Response Surface Methodology. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(11), 2804-2809. doi:10.1002/jsfa.6104
- İlbay, Z. (2016). Turunçgil Meyve ve Yapraklarının Farklı Ekstraksiyon Yöntemleriyle Ekstraksiyonu ve Matematik Modellemesi, *Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.*
- İnanç, A. L. ve Yüksel, D. (2018). Ihlamur Bitkisinin (*Tilia cordata*) Katı-Sıvı Ekstraksiyonunda Toplam Fenolik Madde Kinetiğinin Matematiksel Modellenmesi. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*, 22(1), 12-20.

- Ji, X., Peng, Q., Yuan, Y., Liu, F. ve Wang, M. (2018). Extraction and Physicochemical Properties of Polysaccharides from *Ziziphus jujuba cv. muzao* by Ultrasound-Assisted Aqueous Two-Phase Extraction. *International Journal of Biological Macromolecules*, 108, 541-549. doi:10.1016/j.ijbiomac.2017.12.042
- Juhaimi, F. A., Ghafoor, K. ve Musa Özcan, M. (2012). Physical and Chemical Properties, Antioxidant Activity, Total Phenol and Mineral Profile of Seeds of Seven Different Date Fruit (*Phoenix dactylifera* L.) Varieties. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 63(1), 84-89. doi:10.3109/09637486.2011.598851
- Juntachote, T., Berghofer, E., Bauer, F. ve Siebenhandl, S. (2006). The Application of Response Surface Methodology to the Production of Phenolic Extracts of Lemon Grass, Galangal, Holy Basil and Rosemary. *International Journal of Food Science and Technology*, 41(2), 121-133. doi:10.1111/j.1365-2621.2005.00987.x
- Karkacier, M. (1994). Keçiboynuzu Meyvesinin Ekstraksiyon Koşulları ve Durultması Üzerine Bir Araştırma, *Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara.
- Karut, K. ve Kazak, C. (2005). Akdeniz Bölgesi'nde Yeni Bir Hurma Ağacı (*Phoenix dactylifera* L.) Zararlısı: *Rynchophorus ferrugineus* (Olivier, 1790) (Coleoptera: Curculionidae). *Türkiye Entomolojisi Dergisi*, 29(4), 295-300.
- Keskin, M., Setlek, P. ve Demir, S. (2017). Use of Color Measurement Systems in Food Science and Agriculture. In *International Advanced Researches and Engineering Congress*, 16-18.
- Khlifa, M., Bahloul, A. ve Kitane, S. (2013). Determination of Chemical Composition of Carob Pod (*Ceratonia siliqua* L.) and Its Morphological Study. *Journal of Materials and Environmental Science*, 4(3), 348-353.
- Koç, B. ve Kaymak Ertekin, F. (2010). Yanıt Yüzey Yöntemi ve Gıda İşleme Uygulamaları. *Gıda*, 35(1), 1-8.
- Kösa, S. ve Karagüzel, O. (2016). Antalya, Bazı Kent İçi Yolların Bitki Materyali ve Bitkisel Tasarımı Yönünden Değerlendirilmesi. *Mediterranean Agricultural Sciences*, 29(3), 105-116.
- Kumar, C. C., Mythily, R. ve Chandraju, S. (2012a). A Rapid and Sensitive Extraction of Sugars from Papaya Peels (*Carica Papaya*). *Scholars Research Library Der Pharma Chemica*, 4(4), 1631-1636.
- Kumar, C. C., Mythily, R. ve Chandraju, S. (2012b). Utilization of Mango Peels (*Mangifera indica*) for the Extraction of Sugars. *Scholars Research Library Der Pharma Chemica*, 4(6), 2422-2426.
- Kumar, C. C., Mythily, R. ve Chandraju, S. (2012c). Advanced Chromatographic Technique for the Analysis of Sugars Extracted from the Peels of Black Grape (*Vitis vinifera* L.). *Asian Journal of Chemistry*, 24(5), 2170-2172.

- Kumar, C. C., Mythily, R. ve Chandraju, S. (2012d). Commercial Production of Simple Sugars from Calabash Peels (*Lagenaria siceraria*) and Identification Using Sophisticated Liquid Chromatography/Mass Spectrometry and Thin Layer Chromatographic Analysis. *International Journal of Chem Tech Research*, 4(1), 438-444.
- Kumar, C. C., Mythily, R. ve Chandraju, S. (2012e). Studies on Sugars Extracted from Water Melon (*Citrullus lanatus*) Rind, A Remedy for Related Waste and Its Management. *International Journal of Chemical and Analytical Science*, 3(8), 1527-1529.
- Kumar, C. C., Mythily, R. ve Chandraju, S. (2016). Extraction of Carbohydrate from Sweet Orange Peels (*Citrus sinensis* L.) and Their Identification via LC/MS and Thin Layer Chromatographic Analysis. *Biosciences Biotechnology Research Asia*, 8(2), 709-715.
- Kumcuoğlu, S., Yılmaz, T. ve Tavman, Ş. (2011). Salça Üretimi Atıklarından Ultrason Destekli Ekstraksiyon İşlemiyle Likopen Ekstraksiyonu. *Akademik Gıda*, 9(6), 23-28.
- Kutlu, N., Yeşilören, G. ve İşçi, A ve Şakıyan, Ö. (2017). Konveksiyonel Ekstraksiyona Alternatif Yeşil Teknolojiler. *Gıda*, 42(5), 514-526. doi:10.15237/gida.GD17016
- Kutlu Kantar, N., Bıçak, C., Ekincik, D., Kılıç, E., Erdem, N., Yakan, A. İ. ve Demirkol, Ö. Ş. (2018). Application of Response Surface Methodology to Optimize Microwave-Assisted Extraction of Total Phenolic Compounds from Caucasian Whortleberry (*Vaccinium arctostaphylos*). *Gıda*, 43(2), 264-272. doi:10.15237/gida.GD17087
- Lakkakula, N. R., Lima, M. ve Waker, T. (2004). Rice Bran Stabilization and Rice Bran Oil Extraction Using Ohmic Heating. *Bioresource Technology*, 92(2), 157-161. doi:10.1016/j.biortech.2003.08.010
- Lamanauskas, N., Bobinaite, R., Satkauskas, S., Viskelis, P., Pataro, G. ve Ferrari, G. (2015). Pulsed Electric Field-Assisted Juice Extraction of Frozen/Thawed Blueberries. *Zemdirbyste-Agriculture*, 102(1), 59-66. doi:10.13080/z-a.2015.102.007
- Liazid, A., Guerrero, R., Cantos, E., Palma, M. ve Barroso, C. (2011). Microwave Assisted Extraction of Anthocyanins from Grape Skins. *Food Chemistry*, 124(3), 1238-1243. doi:10.1016/j.foodchem.2010.07.053
- Li, A. N., Li, S., Li, Y., Xu, D. P. ve Li, H. B. (2016). Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Natural Antioksidants from the *Osmanthus fragrans* Flower. *Molecules*, 21(2), 218. doi:10.3390/molecules21020218
- Liu, M., Su, Y. J., Lin, Y. L., Wang, Z. W., Gao, H. M., Li, F., Wei, X. Y ve Jiang, H. L. (2018a). Optimization of Green Extraction of Anthocyanins from Purple Passion Fruit Peels by Response Surface Methodology. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(10), e13756. doi:10.1111/jfpp.13756

- Liu, Y., Zhou, Y., Liu, M., Wang, Q. ve Li, Y. (2018b). Extraction Optimization, Characterization, Antioxidant and Immunomodulatory Activities of a Novel Polysaccharide from the Wild Mushroom *Paxillus involutus*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 112, 326-332. doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.01.132
- Loginova, K. V., Lebovka, N. I. ve Vorobiev, E. (2011). Pulsed Electric Field Assisted Aqueous Extraction of Colorants from Red Beet. *Journal of Food Engineering*, 106(2), 127-133. doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.04.019
- Loypimai, P., Moongngarm, A., Chottanom, P. ve Moontree, T. (2015). Ohmic Heating-Assisted Extraction of Anthocyanins from Black Rice Bran to Prepare a Natural Food Colourant. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 27, 102-110. doi:10.1016/j.ifset.2014.12.009
- Luengo, E., Condón-Abanto, S., Condón, S., Álvarez, I. ve Raso, J. (2014). Improving the Extraction of Carotenoids from Tomato Waste by Application of Ultrasound Under Pressure. *Separation and Purification Technology*, 136, 130-136. doi:10.1016/j.seppur.2014.09.008
- Ma, Y. Q., Ye, X. Q., Fang, Z. X., Chen, J. C., Xu, G. H. ve Liu, D. H. (2008a). Phenolic Compounds and Antioxidant Activity of Extraction from Ultrasonic Treatment of Satsuma Mandarin (*Citrus unshiu* Marc.) Peels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56(14), 5682-5690. doi:10.1021/jf072474o
- Ma, Y. Q., Chen, J. C., Liu, D. H. ve Ye, X. Q. (2008b). Effect of Ultrasonic Treatment on the Total Phenolic and Antioxidant Activity of Extracts from Citrus Peel. *Journal of Food Science*, 73(8), 115-120. doi:10.1111/j.1750-3841.2008.00908.x
- Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E. ve Kefalas, P. (2005). Phenolic Profile and Antioxidant Activity of the Algerian Ripe Date Palm Fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, 89(3), 411-420. doi:10.1016/j.foodchem.2004.02.051
- Marakis, S. G. (1992). Sucrose Syrup from Carob Pod. *Biotechnology Letters*, 14(11), 1075-1080. doi:10.1007/BF01021062
- Maran, J. P., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K. ve Sridhar, R. (2015). Extraction of Natural Anthocyanin and Colors from Pulp of Jamun Fruit. *Journal of Food Sciences and Technology*, 52(6), 3617-3626. doi:10.1007/s13197-014-1429-0
- Martínez-Patiño, J. C., Gullón, B., Romero, I., Ruiz, E., Brnčić, M., Žlabur, J. Š., ve Castro, E. (2018). Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Biomass from Olive Trees Using Response Surface Methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*, 51, 487-495. doi:10.1016/j.ultsonch.2018.05.031
- Mason, T. J., Paniwnyk, L. ve Lorimer, J. P. (1996). The Uses of Ultrasound in Food Technology. *Ultrasonics Sonochemistry*, 3(3), 253-260.
- Mazmancı, M. A. (2011). Ethanol Production from *Washingtonia robusta* Fruits by Using Commercial Yeast. *African Journal of Biotechnology*, 10(1), 48-53.

- Minjares-Fuentes, R., Femenia, A., Garau, M. C., Candelas-Cadillo, M. G., Simal, S. ve Rosselló, C. (2016). Ultrasound-Assisted Extraction of Hemicelluloses from Grape Pomace Using Response Surface Methodology. *Carbohydrate Polymers*, 138, 180-191. doi:10.1016/j.carbpol.2015.11.045
- Montgomery, D. C. (2013). Design and Analysis of Experiments. Eighth Edition, *John Wiley and Sons, Inc. yayın evi*, New York. 1-757.
- Mulet, A., Cárcel, J. A., Sanjuán, N. ve Bon, J. (2003). New Food Drying Technologies-Uses of Ultrasound. *Food Science and Technology International*, 9(3), 215-221. doi:10.1177/1082013203034641
- Musa Özcan, M., Arslan, D. ve Gökçalık, H. (2007). Some Compositional Properties and Mineral Contents of Carob (*Ceratonia siliqua*) Fruit, Flour and Syrup. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 58(8), 652-658. doi:10.1080/09637480701395549
- Mussatto, S. I., Carneiro, L. M., Silva, J. P. A., Roberto, I. C. ve Teixeira, J. A. (2011). A Study on Chemical Constituents and Sugars Extraction from Spent Coffee Grounds. *Carbohydrate Polymers*, 83(2), 368-374. doi:10.1016/j.carbpol.2010.07.063
- Narváez-Flores, M., Sánchez-Madrigal, M. A., Quintero-Ramos, A., Paredes-Lizárraga, M. A., González-Laredo, R. F., Ruiz-Gutiérrez, M. G., Piñón-Castillo, H. A. ve Meléndez-Pizarro, C. O. (2015). Ultrasound Assisted Extraction Modeling of Fructans from Agave (*Agave tequilana Weber var. Azul*) at Different Temperatures and Ultrasound Powers. *Food and Bioprocess Processing*, 96, 232-239. doi:10.1016/j.fbp.2015.08.007
- Nehdi, I. A. (2011). Characteristics and Composition of *Washingtonia filifera* (*Linden ex André*) H. Wendl. Seed and Seed Oil. *Food Chemistry*, 126(1), 197-202. doi:10.1016/j.foodchem.2010.10.099
- Nikolidaki, E. K., Chiou, A., Christea, M., Gkegka, A. P., Karvelas, M. ve Karathanos, V. T. (2017). Sun Dried Corinthian Currant (*Vitis vinifera L. var. Apyrena*) Simple Sugar Profile and Macronutrient Characterization. *Food Chemistry*, 221, 365-372. doi:10.1016/j.foodchem.2016.10.070
- Önür, İ., Misra, N. N., Barba, F. J., Putnik, P., Lorenzo, J. M., Gökmen, V. ve Alpas, H. (2018). Effects of Ultrasound and High Pressure on Physicochemical Properties and HMF Formation in Turkish Honey Types. *Journal of Food Engineering*, 219, 129-136. doi:10.1016/j.jfoodeng.2017.09.019
- Özçelik, M. M. (2017). Ultrases ve Mikrodalga Destekli Ekstraksiyon Yöntemleri ile Kayısı Çekirdeği Yağı Eldesi ve Bazı Parametrelerinin İncelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Isparta.
- Özdikicierler, O., Eren, İ., Göksungur, Y., Yemişçioğlu, F. ve Gümüşkesen, A. S. (2016). Gıda Mühendisliğinde Optimizasyon ve Modelleme Süreçlerinde Cevap Yüzey Metodu Yaklaşımı. *Türkiye 12. Gıda Kongresi*, Edirne.
- Özdoğan, K. (2015). Geleneksel ve Ultrasonik Yöntemlerle Kırmızı Lahana Antosiyaninlerinin Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu. *Yüksek Lisans Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tokat.

- Paes, J., Dotta, R., Barbero, G. F. ve Marínez, J. (2014). Extraction of Phenolic Compounds and Anthocyanins from Blueberry (*Vaccinium myrtillus L.*) Residues Using Supercritical CO₂ and Pressurized Liquids. *The Journal of Supercritical Fluids*, 95, 8-16. doi:10.1016/j.supflu.2014.07.025
- Palma, M. ve Barroso, C. G. (2002). Ultrasound-Assisted Extraction and Determination of Tartaric and Malic Acids from Grapes and Winemaking By-Products. *Analytica Chimica Acta*, 458(1), 119-130. doi: 10.1016/S0003-2670(01)01527-6
- Petersson, E. V., Liu, J., Sjöberg, P. J., Danielsson, R. ve Turner, C. (2010). Pressurized Hot Water Extraction of Anthocyanins from Red Onion a Study on Extraction and Degradation Rates. *Analytica Chimica Acta*, 663(1), 27-32. doi:10.1016/j.aca.2010.01.023
- Petigny, L., Périno-Issartier, S., Wajsman, J. ve Chemat, F. (2013). Batch and Continuous Ultrasound Assisted Extraction of Boldo Leaves (*Peumus boldus Mol.*). *International Journal of Molecular Sciences*, 14, 5750-5764. doi:10.3390/ijms14035750
- Pingret, D., Fabiano-Tixier, A. S., Bourvellec, C. L., Renard, C. M. G. C. ve Chemat, F. (2012). Lab and Pilot-Scale Ultrasound-Assisted Water Extraction of Polyphenols from Apple Pomace. *Journal of Food Engineering*, 111(1), 73-81. doi:10.1016/j.jfoodeng.2012.01.026
- Puértolas, E., Cregenzán, O., Luengo, E., Álvarez, I. ve Raso, J. (2013). Pulsed-Electric-Field-Assisted Extraction of Anthocyanins from Purple-Fleshed Potato. *Food Chemistry*. 136(3-4),1330-1336. doi:10.1016/j.foodchem.2012.09.080
- Rastogi, N. K. (2011). Opportunities and Challenges in Application of Ultrasound in Food Processing. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 51(8), 705-722. doi:10.1080/10408391003770583
- Rayman Ergün, A., Baysal, T. ve Bozkır, H. (2013). Ultrases Yöntemi ile Karotenoitlerin Ekstraksiyonu. *Gıda*, 38(4), 239-246. doi:10.5505/gida.2013.30074
- Rizvi, S. S. H. (2010). Separation, Extraction and Concentration Processes in the Food, Beverage and Nutraceutical Industries. *Woodhead Yayınları*, Hindistan.
- Robinson, M. L. (2004). Pruning Palm Trees. *University of Nevada Cooperative Extension*.
- Rodrigues, S., Fernandes, F. A. N., de Brito, E. S., Sousa, A. D. ve Narain, N. (2015). Ultrasound Extraction of Phenolics and Anthocyanins from Jaboticaba Peel. *Industrial Crops and Products*, 69, 400-407. doi:10.1016/j.indcrop.2015.02.059
- Rodriguez, J., Melo, E. C., Mulet, A. ve Bon, J. (2013). Optimizastion of the Antioxidant Capacity of Thyme (*Thymus vulgaris L.*) Extracts: Management of the Convective Drying Process Assisted by Power Ultrasound. *Journal of Food Engineering*, 119(4), 793-799. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.07.016
- Saafi, E. B., Arem, A. E., Issaoui, M., Hammami, M. ve Achour, L. (2009). Phenolic Content and Antioxidant Activity of Four Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Fruit Varieties Grown in Tunisia. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, 2314-2319. doi:10.1111/j.1365-2621.2009.02075.x

- Said, K. A. M. ve Amin, M. A. M. (2015). Overview on the Response Surface Methodology (RSM) in Extraction Processes. *Journal of Applied Science and Process Engineering*, 2(1), 8-17. doi:10.33736/jaspe.161.2015
- Setyaningsih, W., Saputro, I. E., Palma, M. ve Barroso, C. G. (2015). Optimisation and Validation of the Microwave-Assisted Extraction of Phenolic Compounds from Rice Grains. *Food Chemistry*, 169, 141-149. doi:10.1016/j.foodchem.2014.07.128
- Singleton, V. L. ve Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *American Journal Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.
- Sivakumar, V., Verma, V. R., Rao, P. G. ve Swaminathan, G. (2007). Studies on the Use of Power Ultrasound in Solid-Liquid Myrobalan Extraction Process. *Journal of Cleaner Production*, 15(18), 1813-1818. doi:10.1016/j.jclepro.2006.06.006
- Star, F., Starr, K. ve Loope, L. (2003). *Washingtonia spp.* Mexican Fan Palm and California Fan Palm *Arecaceae*. *United States Geological Survey-Biological Resources Division Haleakala Field Station*, Maui, Hawai'i.
- StatSoft, Inc. (2007). STATISTICA (data analysis software system). Version 8.0, www.statsoft.com.
- Suliman, A. M. E., Elhafise, I. A. A. ve Abdelrahim, A. M. (2012). Comparative Study on Five Sudanese Date (*Phoenix dactylifera L.*) Fruit Cultivars. *Food and Nutrition Sciences*, 3, 1245-1251.
- Sun, Y., Liu, D., Chen, J., Ye, X. ve Yu, D. (2011). Effects of Different Factors of Ultrasound Treatment on the Extraction Yield of the All-trans- β -carotene from Citrus Peels. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(1), 243-249. doi:10.1016/j.ultsonch.2010.05.014
- Söğüt, Z. (2018). Türkiye'de Yabancı Yurtlu Bitki Türlerinin Kullanımının Değerlendirilmesi. *TÜCAUM 30. Yıl Uluslararası Coğrafya Sempozyumu*, Ankara.
- Sönmez, H. ve Gültekin, E. (2004). Çukurova Bölgesinde Yer Alan Bazı Kentlerdeki (Mersin, Adana, Osmaniye, İskenderun ve Antakya) Kent İçi Yeşil ve Açık Alanlarda Bakım ve İyileştirme Çalışmaları. Çukurova Bölgesinde Yeşil Alanda Yıllık Bakım Çalışmalarının Araştırılması ve Analizi, *Çukurova Üniversitesi E-Dergi*, 13(1).
- Şahin, M. Ç. (2012). Konutlardaki Elektrikli Cihazların Bekleme Konumunda Elektrik Tüketiminin ve Buna Bağlı CO₂ Emisyonunun Belirlenmesi. *Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara.
- Şenay, F. (2009). Keçiboynuzundan Sıvı Şeker Üretimi. *Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- Şengül, M. ve Topdaş, E. F. (2019). Katı-Sıvı Ekstraksiyonunda Kullanılan Modern Teknikler ve Bu Teknikler Arasında Ultrason Yardımlı Ekstraksiyonun Yeri. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 50(2), 201-216. doi:10.17097/ataunizfd.466649

- Tao, Y., Wu, D., Zhang, Q. A. ve Sun, D. W. (2014). Ultrasound-Assisted Extraction of Phenolics from Wine Lees: Modeling, Optimization and Stability of Extracts During Storage. *Ultrasonics Sonochemistry*, 21(2), 706-715. doi:10.1016/j.ultsonch.2013.09.005
- Tavman, Ş., Kumcuoğlu, S. ve Akkaya, Z. (2009). Bitkisel Ürünlerin Atıklarından Antioksidan Maddelerin Ultrason Destekli Ekstraksiyonu, *Gıda*, 34(3), 175-182.
- Tchabo, W., Ma, Y., Engmann, F. N. ve Zhang, H. (2015). Ultrasound-Assisted Enzymatic Extraction (UAEE) of Phytochemical Compounds from Mulberry (*Morus nigra*) Must and Optimization Study Using Response Surface Methodology. *Industrial Crops Products*, 63, 214-225. doi:10.1016/j.indcrop.2014.09.053
- Thirugnanasambandham, K., Sivakumar, V. ve Maran, J. P. (2015). Microwave-Assisted Extraction of Polysaccharides from Mulberry Leaves. *International Journal of Biological Macromolecules*, 72, 1-5. doi:10.1016/j.ijbiomac.2014.07.031
- Tontul, S. A., Mutlu, C., Andaç, K. O. Ç. ve Erbaş, M. (2018). Çiya Tohumundan Ultrason Destekli Yağ Ekstraksiyonunun Optimizasyonu. *Gıda*, 43(3), 393-402. doi:10.15237/gida.GD18013
- Truong, V. D., Hu, Z., Thompson, R. L., Yencho, G. C. ve Pecota, K. V. (2012). Pressurized Liquid Extraction and Quantification of Anthocyanins in Purple-Fleshed Sweet Potato Genotypes. *Journal of Food Composition and Analysis*, 26(1-2), 96-103. doi:10.1016/j.jfca.2012.03.006
- Tunç, İ., Çalışkan, F., Özkan, G. ve Karacabey, E. (2014). Mikrodalga Destekli Soxhlet Cihazı ile Fındık Yağı Ekstraksiyonunun Yanıt Yüzey Yöntemi ile Optimizasyonu, *Akademik Gıda*, 12(1), 20-28.
- Turan, M. D. ve Altundoğan, H. S. (2011). Hidrometalurjik Araştırmalarda Yanıt Yüzey Yöntemlerinin (YYY) Kullanımı. *Bilimsel Madencilik Dergisi*, 50(3), 11-23.
- Turgay, Ö. ve Çelik, E. (2016). Kırmızı Biberden Pigment Ekstraksiyonunda Kullanılan Yöntemler. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19(3), 184-188.
- Tüfekci, H. B. ve Fenercioğlu, H. (2010). Türkiye'de Üretilen Bazı Ticari Meyve Sularının Kimyasal Özellikler Açısından Gıda Mevzuatına Uygunluğu, *Akademik Gıda*, 8(2), 11-17.
- Tzia, C. ve Liadakis, G. (2003). Extraction Optimization in Food Engineering. *Kongre Kütüphanesi Yayınları*. New York.
- Ulusoy, K. ve Karakaya, M. (2011). Gıda Endüstrisinde Ultrasonik Ses Dalgalarının Kullanımı. *Gıda*, 36(2), 113-120.
- Vankar, P. S. ve Srivastava, J. (2010). Ultrasound-Assisted Extraction in Different Solvents for Phytochemical Study of *Canna indica*. *International Journal of Food Engineering*, 6(3). doi:10.2202/1556-3758.1599
- Vergara-Salinas, J., Vergara, M., Altamirano, C., Gonzalez, Â. ve Pérez-Correa, J. (2015). Characterization of Pressurized Hot Water Extracts of Grape Pomace Chemical and Biological Antioxidant Activity. *Food Chemistry*. 171, 62-69. doi:10.1016/j.foodchem.2014.08.094

- Voragen, A. G. J. (1998). Technological Aspects of Functional Food-Related Carbohydrates. *Trends in Food Science and Technology*, 9(8-9), 328-335. doi:10.1016/S0924-2244(98)00059-4
- Wang, L. ve Weller, C. L. (2006). Recent Advances in Extraction of Nutraceuticals from Plants. *Trends in Food Sciences and Technology*, 17(6), 300-312. doi:10.1016/j.tifs.2005.12.004
- Wang, Y., Li, Y., Ma, X., Ren, H., Fan, W., Leng, F., Yang, M. ve Wang, X. (2018a). Extraction, Purification, and Bioactivities Analyses of Polysaccharides from *Glycyrrhiza Uralensis*. *Industrial Crops and Products*, 122, 596-608. doi:10.1016/j.indcrop.2018.06.011
- Wang, K., Li, M., Wen, X., Chen, X., He, Z. ve Ni, Y. (2018b). Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Okra (*Abelmoschus esculentus (L.) Moench*) Polysaccharides Based on Responce Surface Methodology and Antioxidant Activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 114, 1056-1063. doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.03.145
- Xia, T., Shi, S. ve Wan, X. (2006). Impact of Ultrasonic-Assisted Extraction on the Chemical and Sensory Quality of Tea Infusion. *Journal of Food Engineering*, 74(4), 557-560. doi:10.1016/j.jfoodeng.2005.03.043
- Yağcıoğlu, P. (2015). Farklı Ekstraksiyon Metotları ile Adaçayı (*Salvia Officinalis L.*) Bitkisinden Antioksidan Ekstraksiyonunun Optimizasyonu. *Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.*
- Yalım Kaya, S. ve Özdemir, Y. (2015). Keçiboynuzu Meyvesinden Suda Çözünür Kuru Madde Özütleme Üzerine Meyvenin Su Tutma Kapasitesi ile Özütleme Koşullarının Etkisi. *Gıda*. 40, 1-8.
- Yaman, T. ve Kuleaşan, Ş. (2016). Uçucu Yağ Elde Etmede Gelişmiş Ekstraksiyon Yöntemleri. *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 7(1), 78-83.
- Yang, J. S., Mu, T. H., ve Ma, M. M. (2019). Optimization of Ultrasound-Microwave Assisted Acid Extraction of Pectin from Potato Pulp by Response Surface Methodology and Its Characterization. *Food Chemistry*. 289, 351-359. doi:10.1016/j.foodchem.2019.03.027
- Yılmaz, M. Y. (2009). Keçiboynuzu Suyu Üretim Teknolojilerinin Geliştirilmesi. *Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.*
- Yılmaz, F. M. (2012). Vişne (*Prunus cerasus L.*) Posasından Fenolik Madde Ekstraksiyonunun Optimizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi, Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa.*
- Yin, C., Fan, X., Fan, Z., Shi, D. ve Gao, H. (2018). Optimizasyon of Enzymes-Microwave-Ultrasound Assisted Extraction of *Lentinus Edodes* Polysaccharides and Determination of Its Antioxidant Activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111, 446-454. doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.01.007
- Yin, G. ve Dang, Y. (2008). Optimization of Extraction Technology of the *Lycium barbarum* Polysaccharides by Box-Behnken Statistical Design. *Carbohydrate Polymers*, 74(3), 603-610. doi:10.1016/j.carbpol.2008.04.025

- Yüksel, E. (2013). Andız Pekmezi Üretiminde Ekstraksiyon Aşamasının Cevap Yüzey Metodu Kullanılarak Optimize Edilmesi. *Yüksek Lisans Tezi, Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Antalya.*
- Zaghdoudi, K., Framboisier, X., Frochot, C., Vanderesse, R., Barth, D., Kalthoum-Cherif, J. ve Guiavarch, Y. (2016). Response Surface Methodology Applied to Supercritical Fluid Extraction (SFE) of Carotenoids from Persimmon (*Diospyros kaki L.*). *Food Chemistry*, 208, 209-219. doi:10.1016/j.foodchem.2016.03.104
- Zhang, Z-S., Wang, L. J., Li, D., Jiao, S. S., Chen, X. D. ve Mao, Z. H. (2008). Ultrasound-Assisted Extraction of Oil from Flaxseed. *Separation and Purification Technology*, 62(1), 192-198. doi:10.1016/j.seppur.2008.01.014
- Zhang, T. T., Lu, C. L., Jiang, J. G., Wang, M., Wang, D. M. ve Zhu, W. (2015). Bioactivities and Extraction Optimization of Crude Polysaccharides from the Fruits and Leaves of *Rubus chingii* Hu. *Carbohydrate Polymers*, 130, 307-315. doi:10.1016/j.carbpol.2015.05.012
- Zhang, W., Zeng, G., Pan, Y., Chen, W., Huang, W., Chen, H. ve Li, Y. (2017). Properties of Soluble Dietary Fiber-Polysaccharide from Papaya Peel Obtained Through Alkaline or Ultrasound-Assisted Alkaline Extraction. *Carbohydrate Polymers*, 172, 102-112. doi:10.1016/j.carbpol.2017.05.030
- Zheng, X., Xu, X., Liu, C., Sun, Y., Lin, Z. ve Liu, H. (2013). Extraction Characteristics and Optimal Parameters of Anthocyanin from Blueberry Powder Under Microwave-Assisted Extraction Conditions. *Separation and Purification Technology*, 104, 17-25. doi:10.1016/j.seppur.2012.11.011

EKLER

Ek A: GÖ, UÖ yöntemlerinin optimum koşullarında elde edilen özüt ve hammaddenin bazı fizikokimyasal özelliklere ait varyans analiz sonuçları.

Her Bağımlı Değer için Tek Değişkenli Sonuçlar, p Kısıtlı Parametreleştirme, Etkili Hipotez Ayrıştırması

	<i>SD</i>	ABTS- Kareler Toplamı	ABTS- Karelerin Ortalaması	ABTS- <i>F</i> Değeri	ABTS- <i>p</i> Değeri	DPPH- Kareler Toplamı	DPPH- Karelerin Ortalaması	DPPH <i>-F</i> Değeri	DPPH <i>-p</i> Değeri	TFM- Kareler Toplamı	TFM- Karelerin Ortalaması	TFM- <i>F</i> Değeri	TFM- <i>p</i> Değeri
Kesim	1	71429,7	71429,68	385351,0	0,00	0,000102	0,000102	1729256	0,00	1234,375	1234,375	31950,20	0,00
Özellik	3	144824,3	48274,76	260434,1	0,00	0,000071	0,000024	400261	0,00	2258,234	752,745	19483,83	0,00
Hata	8	1,5	0,19			0,000000	0,000000			0,309	0,039		
Toplam	11	144825,8				0,000071				2258,543			

SD: Serbestlik derecesi. $p < 0,05$ düzeyinde önemli.

Tanımlayıcı İstatistikler

	Faktör	Örnek Sayısı	ABTS- Ortalama	ABTS-Standart Sapma	DPPH- Ortalama	DPPH-Standart Sapma	TFM-Ortalama	TFM-Standart Sapma
Toplam		12	77,15	114,74	0,0029	0,002536	10,142	14,32907
Özellik	İşlem Görmemiş Kabuk	3	8,70	0,22	0,0064	0,000014	2,924	0,00450
Özellik	İşlem Görmemiş Çekirdek	3	266,94	0,83	0,0001	0,000000	33,876	0,38240
Özellik	GÖ	3	26,64	0,07	0,0013	0,000002	2,576	0,02760
Özellik	UÖ	3	6,33	0,00	0,0039	0,000007	1,193	0,08675

ABTS Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması: 0,18536, $SD:8$

Özellik	ABTS-Ortalama	1	2	3	4
1 İşlem Görmemiş Kabuk	8,7013 ^c		****		
2 İşlem Görmemiş Çekirdek	266,9447 ^a				****
3 GÖ	26,6351 ^b			****	
4 UÖ	6,3280 ^d	****			

DPPH Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata aralığı $p: 0,05$, Karelerin Ortalaması: 0.00000, $SD: 8$

Özellik	DPPH-Ortalama	1	2	3	4
1 İşlem Görmemiş Kabuk	0,006385 ^a				****
2 İşlem Görmemiş Çekirdek	0,000121 ^d	****			
3 GÖ	0,001251 ^c		****		
4 UÖ	0,003900 ^b			****	

TFM Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması: 0,03863, $SD:8$

Özellik	TFM-Ortalama	1	2	3
1 İşlem Görmemiş Kabuk	2,92360 ^b	****		
2 İşlem Görmemiş Çekirdek	33,87620 ^a			****
3 GÖ	2,57580 ^b	****		
4 UÖ	1,19327 ^c		****	

SD : Serbestlik derecesi.

Her Bağımlı Değer için Tek Değişkenli Sonuçlar, p Kısıtlı Parametreleştirme, Etkili Hipotez Ayırıştırması

	SD	Toplam Şeker-Kareler Toplamı	Toplam Şeker-Karelerin Ortalaması	Toplam Şeker - F Değeri	Toplam Şeker - p Değeri	İnvert Şeker-Kareler Toplamı	İnvert Şeker - Karelerin Ortalaması	İnvert Şeker - F Değeri	İnvert Şeker - p Değeri
Kesim	1	22765,48	22765,48	56503,18	0,000000	22391,96	22391,96	60655,36	0,000000
Özellik	2	2899,63	1449,81	3598,39	0,000000	2897,12	1448,56	3923,86	0,000000
Hata	6	2,42	0,40			2,22	0,37		
Toplam	8	2902,04				2899,34			

SD : Serbestlik derecesi.

Tanımlayıcı İstatistikler						
	Faktör	Örnek Sayısı	Toplam Şeker-Ortalama	Toplam Şeker -Standart Sapma	İnvert Şeker-Ortalama	İnvert Şeker -Standart Sapma
Özellik	İşlem Görmemiş Meyve	3	75,33	1,03	74,87	0,83
Özellik	GÖ	3	41,40	0,08	41,18	0,26
Özellik	UÖ	3	34,16	0,36	33,59	0,59

Toplam Şeker Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması:0,40291, $SD:6$

	Özellik	Toplam Şeker-Ortalama	1	2	3
1	İşlem Görmemiş Meyve	75,33 ^a			****
2	GÖ	41,40 ^b		****	
3	UÖ	34,16 ^c	****		

İnvert Şeker Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması:0,36917, $SD:6$

	Özellik	İnvert Şeker-Ortalama	1	2	3
1	İşlem Görmemiş Meyve	74,87 ^a			****
2	GÖ	41,18 ^b		****	
3	UÖ	33,59 ^c	****		

SD : Serbestlik derecesi

Çok Değişkenli Önem Testi Sonuçları, p Kısıtlı Parametreleştirme, Etkili Hipotez Ayırıştırması

	Test	Değer	F	Etki- SD	Hata- SD	p
Kesim	Wilks Yöntemi	0,001518	109,6511	6	1	0,072971*
Özellik	Wilks Yöntemi	0,000007	63,3400	12	2	0,015643

SD : Serbestlik derecesi. $p < 0,05$ düzeyinde önemli, $*p > 0,05$ düzeyinde önemsiz.

Her Bağımlı Değer için Tek Değişkenli Sonuçlar, p Kısıtlı Parametreleştirme, Etkili Hipotez Ayırıştırması

	<i>SD</i>	pH- Kareler Toplamı	pH- Karelerin Ortalaması	pH-<i>F</i> Değeri	pH-<i>p</i> Değeri	Titrasyon Asitliği- Kareler Toplamı	Titrasyon Asitliği- Karelerin Ortalaması	Titrasyon Asitliği -<i>F</i> Değeri	Titrasyon Asitliği - <i>p</i> Değeri	<i>L</i>*- Kareler Toplamı	<i>L</i>*- Karelerin Ortalaması	<i>L</i>*-<i>F</i> Değeri	<i>L</i>*-<i>p</i> Değeri
Kesim	1	252,8100	252,8100	2,84638 8E+19	0,00	0,207966	0,207966	18066,5 8	0,000000	256,1067	256,1067	221630 ,8	0,000 000
Özellik	2	0,2400	0,1200	1,35108 0E+16	0,00	0,029299	0,014650	1272,65	0,000000	467,7775	233,8887	202403 ,7	0,000 000
Hata	6	0,0000	0,0000			0,000069	0,000012			0,0069	0,0012		
Toplam	8	0,2400				0,029368				467,7844			
	<i>SD</i>	<i>a</i>*- Kareler Toplamı	<i>a</i>*- Karelerin Ortalaması	<i>a</i>*-<i>F</i> Değeri	<i>a</i>*-<i>p</i> Değeri	<i>b</i>*- Kareler Toplamı	<i>b</i>*- Karelerin Ortalaması	<i>b</i>*-<i>F</i> Değeri	<i>b</i>*-<i>p</i> Değeri	<i>C</i>*- Kareler Toplamı	<i>C</i>*- Karelerin Ortalaması	<i>C</i>*-<i>F</i> Değeri	<i>C</i>*-<i>p</i> Değeri
Kesim	1	0,774400	0,774400	228,511 5	0,0000 05	0,036100	0,036100	43,9054 1	0,000569	0,892773	0,892773	225,27 46	0,000 006
Özellik	2	0,104467	0,052233	15,4131	0,0043 25	0,098067	0,049033	59,6351 4	0,000110	0,121041	0,060521	15,271 2	0,004 426
Hata	6	0,020333	0,003389			0,004933	0,000822			0,023778	0,003963		
Toplam	8	0,124800				0,103000				0,144819			
	<i>SD</i>	<i>Hue</i> Açıst- Kareler Toplamı	<i>Hue</i> Açıst- Karelerin Ortalaması	<i>Hue</i> Açıst-<i>F</i> Değeri	<i>Hue</i> Açıst-<i>p</i> Değeri								
Kesim	1	3965,834	3965,834	622,482 8	0,0000 00								
Özellik	2	138,354	69,177	10,8581	0,0101 45								
Hata	6	38,226	6,371										
Toplam	8	176,580											

SD: Serbestlik derecesi. $p < 0,05$ düzeyinde önemli.

Tanımlayıcı İstatistikler										
Faktör	Örnek Sayısı	pH-Ortalama	pH-Standart Sapma	Titrasyon Asitliği-Ortalama	Titrasyon Asitliği - Standart Sapma	L*-Ortalama	L*-Standart Sapma	a*-Ortalama	a*-Standart Sapma	
Özellik	İşlem Görmemiş Meyve	3	5,30	0,00	0,232	0,003	15,53	0,04	0,42	0,030
Özellik	GÖ	3	5,50	0,00	0,123	0,005	0,21	0,04	0,16	0,032
Özellik	UÖ	3	5,10	0,00	0,102	0,002	0,27	0,02	0,30	0,091
Faktör	Örnek Sayısı	b*-Ortalama	b*-Standart Sapma	C*-Ortalama	C*-Standart Sapma	Hue Açısı-Ortalama	Hue Açısı-Standart Sapma			
Özellik	İşlem Görmemiş Meyve	3	0,18	0,040	0,457	0,043	23,00	3,16		
Özellik	GÖ	3	-0,07	0,021	0,173	0,038	24,46	2,55		
Özellik	UÖ	3	0,08	0,021	0,315	0,093	15,51	1,62		

pH Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması:0,00000, $SD:6$

Özellik	pH-Ortalama	1	2	3
1 İşlem Görmemiş Meyve	5,30 ^a	****		
2 GÖ	5,50 ^a	****		
3 UÖ	5,10 ^a	****		

Titrasyon Asitliği Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması:0,00001, $SD:6$

Özellik	Titrasyon Asitliği-Ortalama	1	2	3
1 İşlem Görmemiş Meyve	0,232 ^a			****
2 GÖ	0,123 ^b		****	
3 UÖ	0,102 ^c	****		

L* Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı $p:0,05$, Karelerin Ortalaması:0,00116, $SD:6$

Özellik	L*-Ortalama	1	2	3
1 İşlem Görmemiş Meyve	15,53 ^a		****	
2 GÖ	0,21 ^b	****		
3 UÖ	0,27 ^b	****		

SD : Serbestlik derecesi.

<i>a*</i> Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı <i>p</i> :0,05, Karelerin Ortalaması:0,00339, <i>SD</i> :6					
	Özellik	<i>a*</i>-Ortalama	1	2	3
1	İşlem Görmemiş Meyve	0,42 ^a			****
2	GÖ	0,16 ^c	****		
3	UÖ	0,30 ^b		****	
<i>b*</i> Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı <i>p</i> :0,05, Karelerin Ortalaması:0,00082, <i>SD</i> :6					
	Özellik	<i>b*</i>-Ortalama	1	2	3
1	İşlem Görmemiş Meyve	0,18 ^a			****
2	GÖ	-0,07 ^c	****		
3	UÖ	0,08 ^b		****	
<i>C*</i> Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı <i>p</i> :0,05, Karelerin Ortalaması:0,00396, <i>SD</i> :6					
	Özellik	<i>C*</i>-Ortalama	1	2	3
1	İşlem Görmemiş Meyve	0,46 ^a			****
2	GÖ	0,17 ^c	****		
3	UÖ	0,31 ^b		****	
<i>Hue Açısı</i> Değişkeni için Duncan Testi, Homojen Gruplar, Hata Aralığı <i>p</i> :0,05, Karelerin Ortalaması:0,63710, <i>SD</i> :6					
	Özellik	<i>Hue Açısı</i>-Ortalama	1	2	3
1	İşlem Görmemiş Meyve	23,00 ^a	****		
2	GÖ	24,46 ^a	****		
3	UÖ	15,51 ^b		****	

SD: Serbestlik derecesi.

ÖZGEÇMİŞ



Adı Soyadı : Özge ŞİMŞEK
Doğum Tarihi ve Yeri : 13.04.1995 - MUĞLA
E-posta : ozgesimsek1995@gmail.com
Adresi : Bayır Mahallesi, Kuyubaşı Sokak, No:29,
Menteşe/MUĞLA

Öğrenim Durumu:

Lise : 2013, Muğla Turgutreis Andolu Lisesi/MUĞLA
Lisans : 2017, Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Mühendislik
Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü/KARAMAN
Yüksek Lisans : 2020, Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Fen Bilimleri
Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı/KARAMAN

Yabancı Dil ve Düzeyi: İngilizce/Orta

Mesleki Deneyim : 2016, Döhler Gıda San. ve Tic. Ltd. Şti., KARAMAN
Deneyim Alanları : Gıda Mühendisi, Kalite Bölümü

Tezden Üretilmiş Projeler ve Bütçesi:

- Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü/08-YL-19 numaralı proje/10.197,54 TL

Tezden Üretilmiş Tebliğ ve/veya Poster Sunumu ile Katıldığı Toplantılar:

- Şimşek, Ö. ve Coşkun, Y. (2018). Gıdalardan ve Biyolojik Maddelerden Ultrases Destekli Özütleme Tekniğiyle Değerli Bileşenlerin Elde Edilmesi. *International Congress on Agriculture and Animal Sciences (ICAGAS)*, 13, 7-9 Kasım 2018, Alanya, Türkiye.
- Şimşek, Ö. ve Coşkun, Y. (2019). Palmiye (*Washingtonia robusta*) Meyvelerinden Geleneksel Yöntemle Şeker Özütleme Koşullarının Optimizasyonu. *International Symposium on Academic Studies in Science, Engineering and Architecture Studies (ISMS)*, 283-299, 15-17 Kasım 2019, Ankara, Türkiye.