



**FENOLİK BİLEŞİKLERİN ALIÇ MEYVESİNDEN (*Creataegus monogyna*)
MİKRODALGA VE ULTRASES DESTEKLİ YÖNTEMLER İLE
EKSTRAKSİYONU**

**Merve Silanur Yılmaz^{1*}, Naciye Kutlu², Gizem Melissa Erdem¹,
Özge Şakıyan¹, Aslı İşçi¹**

¹Ankara Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Ankara, Türkiye

²Bayburt Üniversitesi, Gıda İşleme Bölümü, Bayburt, Türkiye

Geliş / *Received*: 21.01.2021; Kabul / *Accepted*: 02.07.2021; Online baskı / *Published online*: 14.07.2021

Yılmaz, M.S., Kutlu, N., Erdem, G.M., Şakıyan, Ö., İşçi, A. (2021). Fenolik bileşiklerin alıç meyvesinden (*Creataegus monogyna*) mikrodalga ve ultrases destekli yöntemler ile ekstraksiyonu. GIDA (2021) 46 (4) 1002-1015 doi: 10.15237/gida.GD21018

Yılmaz, M.S., Kutlu, N., Erdem, G.M., Şakıyan, Ö., İşçi, A. (2021). Extraction of phenolic compounds from hawthorn fruit (*Creataegus monogyna*) using microwave and ultrasound assisted methods. GIDA (2021) 46 (4) 1002-1015 doi: 10.15237/gida.GD21018

ÖZ

Bu çalışmada, alıç meyvesinden mikrodalga (MDE) ve ultrases destekli ekstraksiyon (UDE) yöntemleri kullanılarak, fenolik maddeler ekstrakte edilmiştir. MDE yöntemi, farklı katı oranları, farklı ekstraksiyon süreleri ve farklı mikrodalga güçlerinde, UDE yöntemi ise, farklı katı oranları ve sonikasyon sürelerinde uygulanmıştır. Maserasyon yöntemi kontrol grubu olarak kullanılmıştır. Maserasyon, MDE ve UDE yöntemleriyle elde edilen ekstraktların toplam fenolik madde (TFM) miktarları ve renk değerleri belirlenmiştir. En yüksek TFM miktarları MDE, UDE ve maserasyon yöntemlerinde sırasıyla 9.31, 5.34 ve 3.00 mg GAE/g kuru madde olarak bulunmuştur. Bu sonuçlara göre MDE yöntemi ile elde edilen miktar, UDE ve maserasyona kıyasla sırasıyla 1.7 ve 3.1 kat daha fazladır. Bunun yanında MDE ile elde edilen L* değerlerinin daha düşük olduğu görülmüştür. Sonuç olarak, MDE yönteminin, alıç meyvesinden fenolik madde ekstraksiyonu için en uygun yöntem olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Alıç, mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrases destekli ekstraksiyon, fenolik madde

**EXTRACTION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM HAWTHORN FRUIT
(*Creataegus monogyna*) USING MICROWAVE AND ULTRASOUND ASSISTED
METHODS**

ABSTRACT

In this study, phenolic compounds were extracted from hawthorn fruit using microwave (MAE) and ultrasound assisted extraction (UAE) methods. The MAE was applied at different solids ratios, different extraction times and different microwave powers. UAE was applied at different solids ratios

* Yazışmalardan sorumlu yazar/*Corresponding author*;

✉ merveyilmaz@ankara.edu.tr

☎ (+90) 312 203 3300/3642

☎ (+90) 312 317 8711

Merve Silanur Yılmaz; ORCID no:0000-0002-3184-1780

Naciye Kutlu; ORCID no: 0000-0002-4075-8823

Gizem Melissa Erdem; ORCID no:0000-0002-7855-9096

Özge Şakıyan; ORCID no: 0000-0002-0778-8211

Aslı İşçi; ORCID no: 0000-0002-8319-0414

and sonication times. The maceration method was used as the control group. Total phenolic content (TPC) and color values of the extracts were examined. The highest values of TPC were determined as 9.31, 5.34, and 3.00 mg GAE/g dry matter in MAE, UAE, and maceration methods, respectively. Based on these results, it was found that the TPC value of the MAE method was 1.7 and 3.1-fold more than those of UAE and maceration, respectively. In addition, it was observed that L* values of MAE samples were lowest among others. It was concluded that the MAE is the most suitable method for the extraction of phenolic compounds from hawthorn fruit.

Keywords: Hawthorn, microwave assisted extraction, ultrasound assisted extraction, phenolic compounds

GİRİŞ

Alıç, *Rosaceae* familyasının *Crataegus* cinsindeki tüm bitki türlerinin ortak adıdır. Türkiye’de birçok bölgede özellikle dağlık alanlarda yetişmektedir (Seçmen vd., 1989). Her ne kadar Türkiye’de yaygın olarak tüketilmesede, Çin ve Avrupa ülkelerinde bitkisel ilaç olarak, çeşitli kardiyovasküler hastalıkların tedavisinde kullanılmaktadır (Chang vd., 2002).

Alıç meyvesi, insan sağlığına yararlı olan mineralleri içermektedir. Bu minerallerin başında Ca, P, K, Fe ve Mg gelmektedir. Bunların yanında alıç meyvesi, önemli derecede karbonhidrat, şeker ve vitamin içermektedir (Özcan vd., 2005). Ek olarak alıç meyvesi, apijenin, kuersetin, klorojenik asit, gallik asit, vitesin, kumarik asit, kafeik asit, narinjenin ve kratenasin gibi fenolik maddeler bakımından da oldukça zengindir (Çoklar vd., 2018). Fenolik maddeler, insan sağlığı açısından oldukça önemli olan sekonder metabolitlerdir (Lapornik vd., 2005). Bu maddeler, bitki büyümesi ve üremesinde patojenlere karşı etkili bir koruma sağlamakta, meyve ve sebzelerin renk ve duyuşal özelliklerine katkıda bulunmaktadır (Popa vd., 2008; Ignat vd., 2011).

Geleneksel ekstraksiyon yöntemleri (maserasyon, sokslet, perkolasyon vb.), yüksek enerji tüketimi, uzun süren ekstraksiyon süresi, biyoaktif bileşiklerin degradasyonu ve yüksek çözücü tüketimi gibi dezavantajlara sahiptirler. Bu dezavantajları ortadan kaldırmak ve aynı zamanda ekstraksiyon verimini arttırmak için, mikrodalga ve ultrases destekli ekstraksiyon gibi yenilikçi yöntemlerin kullanımı son yıllarda önemli derecede artmıştır (Chemat vd., 2011; Kaderides vd., 2019).

Mikrodalga destekli ekstraksiyon, gıda materyallerinden fenolik maddelerin eldesinde, son yıllarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Yüksek frekanslı elektromanyetik dalgalara sahip olan mikrodalga'nın çalışma prensibi, iyonik iletim ve dipol rotasyona dayanmaktadır (Xia vd., 2013; Nitthiyah vd., 2017; Meda vd., 2017). İyonik iletim, iyonların elektrik alanının etkisi altında göç etmesine ve ısı üretme kabiliyeti olarak tanımlanmaktadır. Dipol rotasyon ise su moleküllerinin yüksek frekansta elektrik alanı içinde hareketine bağlı olarak, materyal içinde ısı oluşturmaya dayanmaktadır (Fanari vd., 2020). Mikrodalga destekli ekstraksiyonda, elektromanyetik dalgalar ekstraksiyon işlemi sırasında çözücü ve örneğin ısınmasını sağlar. Bu yöntemde, ekstraksiyon işlemi için seçilen çözücünün mikrodalga enerjisini absorblama yeteneği ve örnek ile çözelti arasındaki etkileşim çok önemlidir (Lopez-Avila, 1999). Geleneksel yöntemlerle yapılan ekstraksiyonlar ile kıyaslandığında, mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi, düşük çözücü tüketimi, zaman tasarrufu ve yüksek ekstraksiyon verimi gibi avantajlara sahiptir (Lovrić vd., 2017). Son zamanlarda yapılan çalışmalar incelendiğinde, mikrodalga destekli ekstraksiyonun, muz kabuklarından pektin eldesinde (Swamy ve Muthukumarappan, 2017), kurutulmuş paçuli yaprakları ve adaçayından uçucu yağ eldesinde (Kusuma vd., 2018; Wei vd., 2018), kahve telvesi ve nar kabuklarından polifenol eldesinde (Kaderides vd., 2019; Pettinato vd., 2019) kullanıldığı görülmüştür.

Isıl olmayan gıda muhafaza yöntemleri kullanımıyla, gıdalarda ısıl işlem ile birlikte ortaya çıkan kalite kayıplarının azaltılması amaçlanmaktadır. Ultrases destekli ekstraksiyon da bu amaçla kullanılan yöntemlerden biridir

(Baysal ve İçier, 2012). Ultrases, ses dalgalarının saniyede 20.000 ve daha fazla titreşmesi sonucu oluşmaktadır. Gıda teknolojisinde kullanılan ultrases ekipmanları 20 kHz-10 MHz frekans aralığında değişmektedir (Knorr vd., 2004). Ultrases destekli ekstraksiyon işlemi kavitasyon olgusu ile ilişkilendirilmektedir. Ultrases etkisindeki sıvılarda, mikro kabarcıkların oluşması, genişmesi ve patlaması sonucu ortaya çıkan bu olaya "akustik kavitasyon" adı verilmektedir (Piyasena vd., 2003). Patlama ile kabarcığın etrafında, 5500 °C'ye ve 50 MPa ulaşan çok yüksek sıcaklık ve basınç bölgeleri oluşmaktadır (Pico, 2013). Ultrases teknolojisi ile oluşan bu kavitasyon nedeniyle, materyalin hücre duvarları parçalanmakta, çözücünün ürüne penetrasyonu artmakta ve böylece kütle transferi olumlu yönde etkilenmektedir (Awad vd., 2012). Son zamanlarda yapılan çalışmalar incelendiğinde, ultrases destekli ekstraksiyonun, kakao çekirdeği (Quiroz-Reyes vd., 2013), siyah çay (Both vd., 2014), mor tatlı patates (Zhu vd., 2016), patates kabukları (Kumari vd., 2017) ve portakal posası (Ghasempour vd., 2019) gibi farklı materyallerde biyoaktif bileşiklerin eldesinde kullanıldığı görülmüştür.

Bu çalışmada, alıç meyvesinden (*Crataegus monogyna*) farklı proses koşullarında (güç, süre ve katı oranı) mikrodalga ve ultrases destekli yöntemler kullanılarak, fenolik maddeler ekstrakte edilmiştir. Maserasyon yöntemi ise kontrol grubu olarak kullanılmıştır. Farklı yöntemler ile elde edilen ekstraktların toplam fenolik madde miktarları ve renk değerleri karşılaştırılmış olup, sonuçlara göre alıç meyvesi için en uygun ekstraksiyon yöntemi belirlenmiştir.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Çalışmada kullanılan alıç meyvesi (*Crataegus monogyna*), hasat döneminde (Eylül ve Ekim ayları), Ankara ilinin Gölbaşı ilçesindeki, yerel üreticiden temin edilmiştir. Alıç meyvesi, öncelikle sap ve çekirdeklerinden ayrılmış, daha sonra maksimum 5 mm çapında olacak şekilde, küçük parçalar haline getirilmiştir. Depolama sırasında dışarıdan nem almaması için, 18x23 ebatlarındaki vakum poşetlere konularak, vakum

paketlenme (Stilea, VM 501, Çin) yapılmış ve analizlerde kullanılmak üzere -18 °C'de muhafaza edilmiştir. Alıç meyvesinin başlangıç nem değeri kızılötesi nem tayin cihazı (MA 150, Sartorius, Almanya) ile belirlenmiş ve %68±0.92 olarak ölçülmüştür.

Maserasyon

Maserasyon yönteminde iki farklı katı oranında (%5 w/v ve %10 w/v) hazırlanan örnekler 24 saat boyunca 25 °C'de bekletilmiştir (Xu vd., 2017). Çözücü olarak su kullanılmış ve bu yöntem ile elde edilen sonuçlar, kontrol grubu olarak değerlendirilmiştir. Elde edilen ekstraktlar, amber renkli şişelere konulmuş olup, fiziksel ve kimyasal analizler yapıncaya kadar -18 °C'de muhafaza edilmiştir.

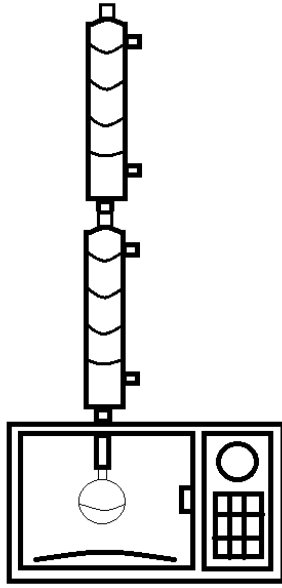
Mikrodalga destekli ekstraksiyon

Alıç meyvesi, ev tipi bir mikrodalga fırınına 3 kademeli bir soğutucu entegre edilerek oluşturulan mikrodalga ekstraksiyon sistemi (GMOM 25, General Electric, ABD) ile ekstrakte edilmiştir. Kullanılan mikrodalga ekstraksiyon sisteminin şematik diyagramı Şekil 1'de verilmiştir. Çözücü olarak su kullanılmıştır ve çalışmada kullanılan proses koşulları ön denemeler ile belirlenmiştir. Ekstraksiyon, farklı katı oranı (%5 w/v ve %10 w/v), farklı mikrodalga gücü (180, 270 ve 360 W) ve farklı ekstraksiyon sürelerinde (5, 10, 20, 30 dk.) uygulanmıştır. Örnekler 30 mL çözücü içerisinde balonjojede karıştırılarak mikrodalga fırına konulmuştur. Mikrodalga ekstraksiyonu sonunda, ekstraktların sıcaklık değerleri 80±4 °C olarak ölçülmüştür. İşlem sonrasında örnek+çözücü karışımı, kaba filtre kağıdından süzülerek, katı partiküllerinden ayrılmıştır. Elde edilen ekstraktlar, amber renkli şişelere konulmuş olup, fiziksel ve kimyasal analizler yapıncaya kadar -18 °C'de muhafaza edilmiştir.

Ultrases destekli ekstraksiyon

Ekstraksiyon, farklı katı oranı (%5 w/v ve %10 w/v) ve farklı sonikasyon sürelerinde (1, 10, 20, 30, 50, 70 dk.), 50 °C sıcaklıktaki ultrases banyoda (RK 100 H, Bandelin Sonorex, Almanya) yapılmıştır. Yapılan ön denemelerde, çalışmada kullanılan ultrasonik banyonun 50 °C civarında

oldukça stabil kaldığı gözlenmekle birlikte, sıcaklık artışı olmaması adına gerektiği durumlarda, 50 °C'de sabit tutabilmek için gerektiğinde banyoya buz eklemesi yapılmıştır. Ultrasonik banyo içine çözücü hacmi 100 mL olacak şekilde örnek yerleştirilmiştir. Çözücü olarak su kullanılmıştır. İşlem sonrasında örnek+çözücü karışımı, kaba filtre kağıdından süzülerek katı partiküllerden ayrılmıştır. Elde edilen ekstraktlar, amber renkli şişelere konulmuş olup, fiziksel ve kimyasal analizler yapıncaya kadar -18 °C'de muhafaza edilmiştir.



Şekil 1. Mikrodalga ekstraksiyon sisteminin şematik diyagramı

Figure 1. Schematic diagram of microwave-assisted extraction

Nem tayini

Alıç örneklerinin nem içeriği, kızılötesi nem tayin cihazı (MA150, Sartorius, Germany) ile belirlenmiştir.

Toplam fenolik madde (TFM) miktarının belirlenmesi

Farklı ekstraksiyon yöntemleri sonunda elde edilen ekstraktların toplam fenolik madde miktarları, Folin-Ciocalteu yöntemine göre belirlenmiştir (Çoklar ve Akbulut, 2016). 1 mL ekstrakt tüpe alınarak, üzerine 5 mL Folin-Ciocalteu çözeltisi (1:10) ve 4 mL sodyum

karbonat- Na_2CO_3 (%7.5) çözeltisi eklenmiştir. Hazırlanan tüpler oda sıcaklığında, karanlık bir ortamda 2 saat bekletilmiştir. Süre sonunda UV-VIS spektrofotometrede (Lambda35, Perkin Elmer, ABD) 765 nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçülmüştür. Gallik asit referans madde olarak kullanılmıştır ve sonuçlar mg Gallik Asit Eşdeğeri (GAE)/g kuru madde olarak verilmiştir. Analizler iki tekerrürlü olarak yapılmıştır.

Renk değerlerinin belirlenmesi

Farklı ekstraksiyon yöntemleri sonunda elde edilen ekstraktların renk değerleri, CIE sistemi esasına dayanarak, kolorimetre yardımıyla (Konica Minolta, C-400, Japonya) ölçülmüştür. Sıvı fazda bulunan ekstraktların renk ölçümleri için özel yapılmış ölçüm kabı kullanılmıştır. Ölçüm parametrelerinden L^* değeri açıklık-koyuluk, a^* değeri kırmızılık-yeşillik ve b^* değeri sarılık-mavilik, kroma değeri (C^*) matlık-canlılık, Hue değeri (h°) renk açısı ve ΔE değeri toplam renk farkı hakkında bilgi vermektedir (Akbulut ve Çoklar, 2008).

İstatistiksel analiz

Bulgulara yönelik istatistiksel analizler, MINITAB 17.1.1.0 (Minitab, State Collage, PA, ABD) paket programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bağımlı değişkenler arasındaki farklılık, ANOVA-Tukey testi ile $P \leq 0.05$ önem derecesine göre belirlenmiştir.

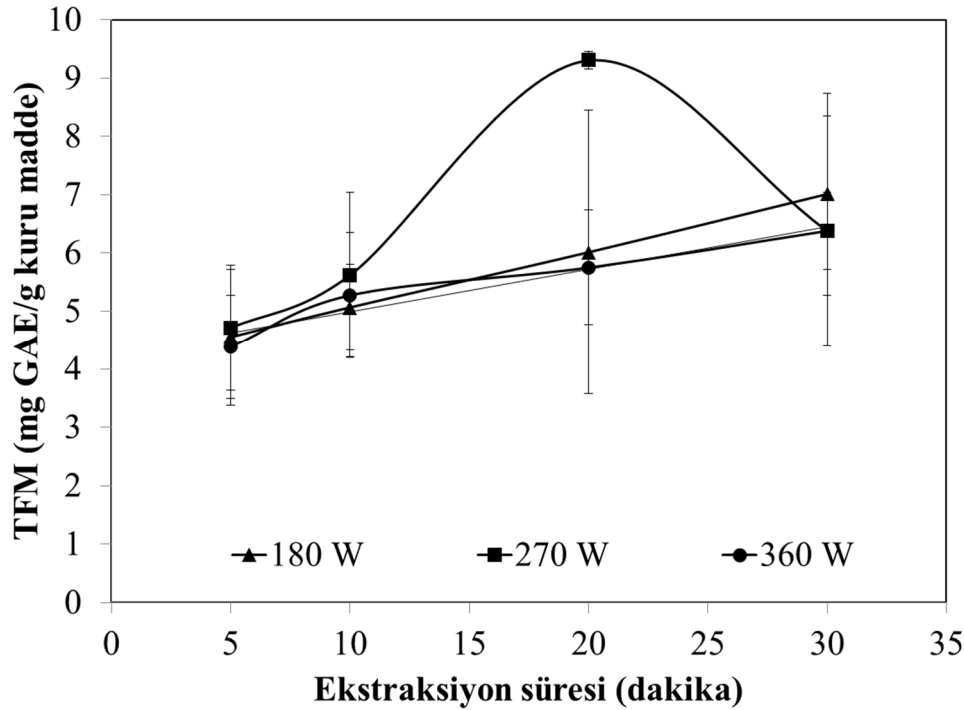
SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Toplam fenolik madde miktarı

Farklı mikrodalga güçlerinde (180, 270 ve 360 W), ekstraksiyon sürelerinde ve katı oranlarında (%5 ve %10), mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde edilen ekstraktların TFM miktarlarındaki değişim Şekil 2 ve Şekil 3'te verilmiştir. %5 katı oranı için aynı ekstraksiyon sürelerinde, artan mikrodalga gücüne bağlı olarak, elde edilen TFM miktarları arasındaki fark istatistiksel açıdan önemli bulunmamıştır ($P > 0.05$). Ayrıca, %5 katı oranında ve 180 W mikrodalga gücünde işlem gören örnekler için, ekstraksiyon süresindeki değişimin TFM miktarı üzerine istatistiksel olarak bir etkisi görülmemiştir ($P > 0.05$). Bunun yanı sıra, %5 katı oranında, 270 ve 360 W mikrodalga güçlerinde yapılan ekstraksiyon işlemi sonucu elde

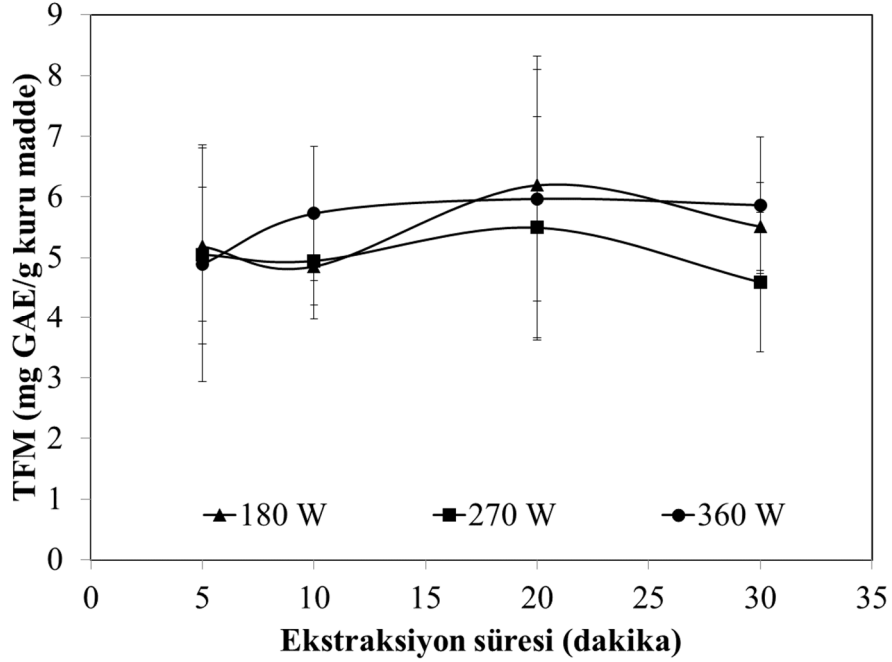
edilen ekstraktlarda ise ekstraksiyon süresindeki artışın TFM miktarı üzerine etkili olduğu tespit edilmiştir ($P < 0.05$). %10 katı oranında ise, aynı ekstraksiyon süresinde mikrodalga gücündeki değişimin TFM miktarı üzerine istatistiksel olarak önemli bir etki göstermediği bulunmuştur ($P > 0.05$). Her iki katı oranı için (%5 ve %10) TFM miktarları incelendiğinde, en yüksek değer (9.31±0.15 mg GAE/g kuru madde), %5 katı oranında, mikrodalga gücünün 270 W ve ekstraksiyon süresinin 20 dakika olduğu proses koşullarında elde edildiği tespit edilmiştir. Bunlara ek olarak, katı oranı ve mikrodalga gücü interaksiyonunun toplam fenolik madde miktarı üzerine etkili olduğu ($P < 0.05$) görülmüştür. Bu bulguya göre, katı başına düşen çözücü miktarı artırıldığında, TFM eldesinde de önemli bir artış olduğu söylenebilir. Çözücü miktarındaki artış ile hücrelere daha fazla çözücü nüfuz etmekte ve

dolayısı ile daha yüksek miktarda TFM eldesi mümkün olmaktadır ve bu durum birçok araştırmacı tarafından da rapor edilmiştir. Örneğin, Alifakı (2019) gilaburu meyvesinden farklı mikrodalga gücü (90-450 W), farklı ekstraksiyon süresi (1-120 dakika) ve farklı katı:çözücü oranında (5:100-15:100 g/mL), toplam fenolik madde ekstraksiyonu gerçekleştirmiştir. En yüksek TFM miktarı (yaklaşık 70 mg/g kuru madde), çözücü miktarının en yüksek olduğu 5:100 g/mL katı:çözücü oranında elde edilmiştir. Yeşilören Akal (2019) siyah havuç posasından mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile fenolik bileşik eldesi üzerine çalışmıştır. Sonuçta bizim çalışmamıza benzer olarak, kullanılan birim katı başına düşen çözücü miktarının 2 katına çıkarılması ile TFM ekstraksiyonunda %17 artış sağlandığı rapor edilmiştir.



Şekil 2. MDE ile elde edilen örneklerin TFM miktarının mikrodalga gücü (180, 270 ve 360 W) ve ekstraksiyon süresi (5, 10, 20 ve 30 dk.) ile değişimi (%5 katı oranında)

Figure 2. Variation of TPC of MAE samples with respect to microwave power (180, 270 and 360 W) and extraction time (5, 10, 20 ve 30 min.) (for 5% solid ratio)



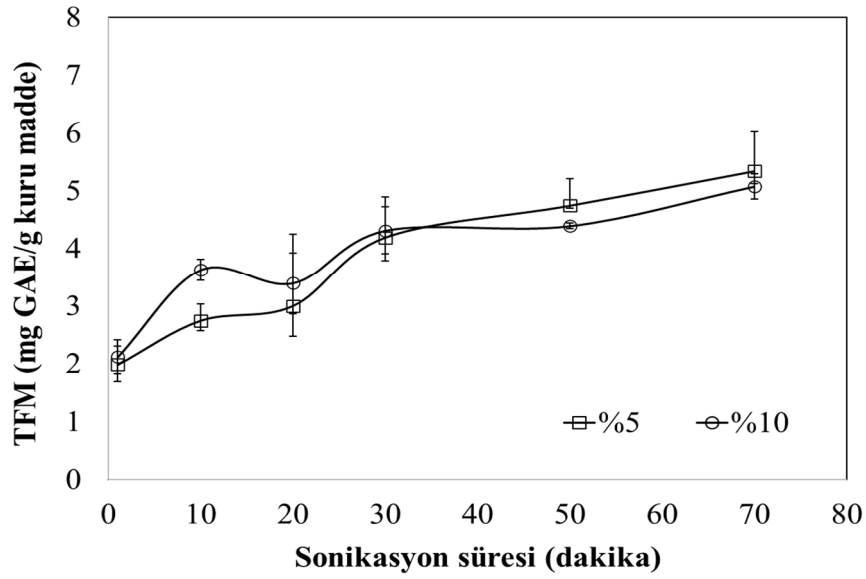
Şekil 3. MDE ile elde edilen örneklerin TFM miktarının mikrodalga gücü (180, 270 ve 360 W) ve ekstraksiyon süresi (5, 10, 20 ve 30 dk.) ile değişimi (%10 katı oranında)

Figure 3. Variation of TPC of MAE samples with respect to microwave power (180, 270 and 360 W) and extraction time (5, 10, 20 ve 30 min.) (for 10% solid ratio)

Özbek vd. (2018) yapmış oldukları çalışmada, farklı mikrodalga güçlerinde (170-280 W) fıstık kabuğundan toplam fenolik madde ekstraksiyonu gerçekleştirmişlerdir ve optimum verimin elde edildiği mikrodalga gücünü, 250 W olarak bildirmişlerdir. Bu çalışmada da yüksek mikrodalga gücünün TFM miktarı üzerine pozitif etkisi görülmemiştir.

Ultrases destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen örneklerin TFM miktarlarının, farklı sonikasyon süreleri (1, 10, 20, 30, 50 ve 70 dk.) ve katı oranları (%5 ve %10) ile değişimi Şekil 4'te verilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, iki farklı katı oranında da sonikasyon süresinin artmasıyla TFM miktarının arttığı gözlenmiştir ($P < 0.05$). Bu durum artan sonikasyon süresi ile daha fazla fenolik maddenin çözünerek çözücüye geçmesinden kaynaklanmaktadır. UDE yönteminde, en yüksek toplam fenolik madde miktarı (5.34 ± 0.68 mg GAE/g kuru madde), katı oranının %5 ve sonikasyon süresinin 70 dakika olduğu proses koşullarında elde edilmiştir. Her iki

katı oranında da yapılan ekstraksiyon işleminde, 30. dakikadan sonra MDE yöntemi ile elde edilen sonuçlara benzer olarak, birim katı başına düşen çözücü miktarı arttıkça, TFM miktarının arttığı görülmüştür, ancak bu artış istatistiksel açıdan önemli bulunmamıştır ($P > 0.05$). Bu sonuçtan yola çıkılarak çözücü oranındaki artışın, ekstraksiyon hızı üzerinde etkili olduğu söylenebilir. Alifakı vd. (2018) gilaburu meyvesinde farklı katı:çözücü oranlarında (5:100, 10:100, 15:100) ultrases destekli ekstraksiyon ile TFM eldesi üzerine çalışmışlardır. Çalışma sonucunda, bu çalışmada bulunan sonuçlara benzer olarak, birim katı başına düşen çözücü miktarının artması ile TFM veriminin arttığını bildirmişlerdir. Khan vd. (2010) tarafından yapılan bir çalışmada, portakaldan maserasyon ve ultrases destekli ekstraksiyon yöntemleri ile polifenoller ekstrakte edilmiştir. Çalışma sonucunda ise TFM miktarı ve ekstraksiyon veriminin ultrases destekli ekstraksiyon yöntemi ile daha yüksek olduğu rapor edilmiştir.



Şekil 4. UDE ile elde edilen örneklerin TFM miktarının sonikasyon süresi (1, 10, 20, 30, 50 ve 70 dk.) ve katı oranı (%5 ve %10) ile değişimi

Figure 4. Variation of TPC of UAE samples with respect to sonication time (1, 10, 20, 30, 50 and 70 min.) and solid ratios (5% and 10%)

MDE ve UDE yöntemleri ile edilen en yüksek TFM miktarları sırası ile 9.31 ± 0.15 (katı oranı: %5, mikrodalga gücü: 270 W, süre: 20 dakika) ve 5.34 ± 0.68 mg GAE/g kuru madde (katı oranı: %5, süre: 70 dakika) olarak bulunmuştur. Kontrol grubunda ise TFM miktarı %5 katı oranı için 3.00 ± 0.10 ; %10 katı oranı için 2.49 ± 0.15 mg GAE/g kuru madde olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlara göre, hem elde edilen TFM miktarı hem de ekstraksiyon süresi açısından MDE yönteminin, maserasyon ve UDE yöntemine göre daha iyi olduğu söylenebilir. MDE yönteminin veriminin yüksek olmasının nedeni mikrodalgaların hacimsel ısıtma özelliğinde olmasıdır. Aynı zamanda MDE yöntemi ile elde edilen ekstraktlarda ölçülen son sıcaklığın (~ 80 °C), maserasyon (25 °C) ve UDE (50 °C) yöntemine göre daha yüksek olmasından da kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu sonuçlara benzer olarak Dahmoune vd. (2014) sakız ağacı yapraklarından, Radojkovic vd. (2018) karadut yapraklarından, Baltacıoğlu vd. (2019) şeftali posasından fenolik maddelerin ekstraksiyonu için MDE ve UDE yöntemlerini kullanmışlar ve MDE yöntemi ile daha yüksek TFM ekstrakte

edildiğini bildirmişlerdir. Pan vd. (2003) tarafından yapılan bir çalışmada, yeşil çay yapraklarından çay polifenollerini ve çay kateşinlerini, maserasyon, mikrodalga ve ultrases destekli ekstraksiyon yöntemleri ile ekstrakte etmişlerdir. Çalışma sonucunda, MDE yönteminin, ekstraksiyon süresi, ekstraksiyon verimi ve ekstrakte edilen polifenol ile kateşin miktarları açısından daha etkili olduğu sonucuna varmışlardır.

Renk

Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen ekstraktlara ait renk değerleri Çizelge 1'de verilmiştir. Yapılan istatistiksel analiz sonucunda, MDE yöntemi ile elde edilen ekstraktlardaki L^* değerleri üzerine katı oranının ve işlem süresinin istatistiksel olarak etkili olduğu görülmüştür ($P < 0.05$). MDE yöntemi ile elde edilen örneklerde, katı oranındaki artışla birlikte L^* değerlerinin azaldığı (ekstraktların renklerinin koyulaştığı) görülmüştür. Maksimum TFM miktarı en açık renkli ekstraktta (%5 katı oranında) elde edilmiş olması çelişkili gibi görünse de bu durum toplam fenolik bileşik miktarı sonuçlarının, kuru madde

Alıç (*Cretegus monogyna*) meyvesinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu

üzerinden hesaplanmasından kaynaklanmaktadır. Başka bir deyişle, çözücü miktarının fazla olması örneklerin renginin seyrelemesine ve daha açık renkte olmasına sebep olmuştur. a* değerleri üzerine katı oranı, süre ve mikrodalga gücünün etkili olduğu bulunmuştur ($P < 0.05$). b* değerleri ise sadece değişen katı oranından etkilenmiştir ($P > 0.05$). C* ve ΔE değerleri her iki katı oranı içinde

ayrı ayrı incelendiğinde, aynı sürelerde artan mikrodalga gücüne bağlı olarak aralarındaki farkın istatistiksel açıdan etkili olmadığı görülmüştür ($P > 0.05$). h° değeri için ise %5 katı oranında, 270 ve 360 W mikrodalga güçlerinde, %10 katı oranında ise sadece 360 W mikrodalga gücünde artan süreye bağlı olarak aralarındaki farkın istatistiksel açıdan anlamsız olduğu görülmüştür ($P > 0.05$).

Çizelge 1. MDE ile elde edilen ekstraktların L*, a*, b*, C*, h° ve ΔE değerlerinin farklı mikrodalga güçleri (180, 270 ve 360 W), ekstraksiyon süreleri (5, 10, 20 ve 30 dk.) ve katı oranları (%5 ve %10) ile değişimi

Table 1. Variation of L*, a*, b*, C*, h° and ΔE values of MAE samples with respect to microwave power (180, 270 and 360 W), extraction time (5, 10, 20 ve 30 min.) and solid ratios (5% and 10%)

Renk değerleri Color values	Katı oranı Solid ratio	Süre (dk.) Time (min.)	180 W	270 W	360 W
L*	%5	5	33.35±0.72 ^{a,A}	31.42±0.36 ^{a,AB}	31.40±0.48 ^{a,A}
		10	30.64±0.00 ^{a,A}	30.24±0.62 ^{a,B}	31.20±0.17 ^{a,A}
		20	31.03±0.40 ^{a,A}	30.77±0.20 ^{a,AB}	30.29±0.51 ^{a,A}
		30	31.01±1.42 ^{a,A}	32.03±0.10 ^{a,A}	31.95±1.98 ^{a,A}
	%10	5	31.51±1.19 ^{a,A}	27.84±0.36 ^{b,A}	28.85±0.60 ^{ab,A}
		10	28.21±0.58 ^{a,A}	27.54±1.03 ^{a,A}	29.48±1.82 ^{a,A}
		20	28.29±1.12 ^{a,A}	29.28±1.22 ^{a,A}	29.28±1.72 ^{a,A}
		30	28.98±0.31 ^{a,A}	27.42±0.47 ^{a,A}	27.60±0.88 ^{a,A}
a*	%5	5	-0.32±0.05 ^{a,B}	-0.12±0.06 ^{a,A}	-0.12±0.06 ^{a,A}
		10	-0.15±0.00 ^{b,AB}	0.01±0.03 ^{a,A}	-0.14±0.05 ^{b,A}
		20	-0.03±0.11 ^{a,A}	0.02±0.09 ^{a,A}	0.04±0.02 ^{a,A}
		30	-0.07±0.02 ^{a,AB}	-0.07±0.08 ^{a,A}	-0.12±0.23 ^{a,A}
	%10	5	-0.41±0.01 ^{c,B}	-0.12±0.00 ^{b,B}	-0.08±0.01 ^{a,A}
		10	-0.04±0.00 ^{a,A}	0.05±0.05 ^{a,B}	-0.13±0.24 ^{a,A}
		20	0.17±0.08 ^{a,A}	0.12±0.10 ^{a,A}	-0.09±0.24 ^{a,A}
		30	0.17±0.09 ^{a,A}	0.23±0.02 ^{a,A}	0.19±0.07 ^{a,A}
b*	%5	5	5.31±0.75 ^{a,A}	5.07±0.30 ^{a,A}	5.21±0.52 ^{a,A}
		10	6.15±0.00 ^{a,A}	5.59±0.28 ^{a,A}	5.64±0.78 ^{a,A}
		20	5.78±1.17 ^{a,A}	6.49±1.30 ^{a,A}	6.00±0.38 ^{a,A}
		30	6.16±0.20 ^{a,A}	6.26±0.50 ^{a,A}	6.19±0.30 ^{a,A}
	%10	5	7.03±0.87 ^{a,A}	6.29±0.64 ^{a,A}	6.31±0.66 ^{a,A}
		10	6.50±0.71 ^{a,A}	5.91±0.03 ^{a,A}	6.94±0.40 ^{a,A}
		20	6.91±0.45 ^{a,A}	5.76±0.10 ^{a,A}	6.51±0.78 ^{a,A}
		30	6.49±0.08 ^{a,A}	4.98±0.28 ^{a,A}	6.17±0.69 ^{a,A}
C*	%5	5	5.32±0.75 ^{a,A}	5.07±0.31 ^{a,A}	5.21±0.51 ^{a,A}
		10	6.13±0.04 ^{a,A}	5.59±0.28 ^{a,A}	5.64±0.78 ^{a,A}
		20	5.78±1.17 ^{a,A}	6.49±1.30 ^{a,A}	6.00±0.38 ^{a,A}
		30	6.16±0.20 ^{a,A}	6.26±0.50 ^{a,A}	6.19±0.30 ^{a,A}
	%10	5	7.04±0.87 ^{a,A}	6.29±0.64 ^{a,A}	6.31±0.66 ^{a,A}
		10	6.50±0.71 ^{a,A}	5.91±0.03 ^{a,A}	6.94±0.40 ^{a,A}
		20	6.91±0.45 ^{a,A}	5.76±0.10 ^{a,A}	6.51±0.79 ^{a,A}
		30	6.49±0.09 ^{a,A}	4.99±0.28 ^{a,A}	6.17±0.69 ^{a,A}

Çizelge 1. devam
Table 1. continue

Renk değerleri <i>Color values</i>	Katı oranı <i>Solid ratio</i>	Süre (dk.) <i>Time (min.)</i>	180 W	270 W	360 W
h°	%5	5	93.39±0.11 ^{a,A}	91.32±0.60 ^{a,A}	91.26±0.83 ^{a,A}
		10	91.36±0.01 ^{a,AB}	89.86±0.27 ^{b,A}	91.38±0.27 ^{a,A}
		20	90.19±1.02 ^{a,B}	89.72±0.77 ^{a,A}	89.72±0.18 ^{a,A}
		30	90.59±0.19 ^{a,B}	90.54±0.70 ^{a,A}	91.19±2.12 ^{a,A}
	%10	5	93.28±0.47 ^{a,A}	91.05±0.11 ^{b,A}	90.71±0.18 ^{b,A}
		10	90.29±0.07 ^{a,B}	89.54±0.51 ^{a,AB}	91.00±1.89 ^{a,A}
		20	88.66±0.61 ^{a,B}	88.83±0.93 ^{a,B}	90.63±1.98 ^{a,A}
		30	88.59±0.79 ^{a,B}	87.43±0.06 ^{a,B}	88.33±0.43 ^{a,A}
ΔE	%5	5	2.59±0.96 ^{a,A}	3.61±0.47 ^{a,A}	3.71±0.70 ^{a,A}
		10	4.88±0.02 ^{a,A}	4.88±0.67 ^{a,A}	4.15±0.63 ^{a,A}
		20	4.44±0.45 ^{a,A}	5.07±1.05 ^{a,A}	5.09±0.17 ^{a,A}
		30	4.67±1.15 ^{a,A}	4.06±0.35 ^{a,A}	4.17±1.37 ^{a,A}
	%10	5	4.34±1.40 ^{a,A}	6.83±0.58 ^{a,A}	5.92±0.84 ^{a,A}
		10	6.58±0.84 ^{a,A}	6.97±0.98 ^{a,A}	5.81±1.22 ^{a,A}
		20	6.71±1.19 ^{a,A}	5.31±1.16 ^{a,A}	5.75±1.04 ^{a,A}
		30	5.91±0.32 ^{a,A}	6.84±0.39 ^{a,A}	7.04±0.55 ^{a,A}

Aynı kolonda farklı harfler (a, b vd.) güce göre istatistiksel olarak farklıdır ($P \leq 0.05$). Aynı kolonda farklı harfler (A, B vd.) süreye göre istatistiksel olarak farklıdır ($P \leq 0.05$).

Columns with different letters (a, b i.e.) are significantly different ($P \leq 0.05$) with respect to power. Columns with different letters (A, B i.e.) are significantly different ($P \leq 0.05$) with respect to time.

Ultrases destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen ekstraktlara ait renk değerleri ise Çizelge 2'de verilmiştir. L* değerlerinin sabit katı oranında, artan ekstraksiyon süresine bağlı olarak istatistiksel açıdan önemli derecede değişmediği bulunmuştur ($P > 0.05$). Aynı katı oranlarında, artan ekstraksiyon süresine bağlı olarak elde edilen a* değerleri azalırken, b* değerlerinde ise artış olduğu görülmüştür ($P < 0.05$). a* değerlerindeki bu azalış kırmızılık değerinin azaldığını göstermektedir. Ruiz-Rodríguez vd. (2014) tarafından yapılan çalışmada, alç meyvesinin yüksek antosiyanin içeriğine (en yüksek pelargonidin-3-glukozit) sahip olduğu belirtilmiştir. Çalışmamızdaki a* değerlerindeki azalışın sebebi, ekstakte edilen kırmızı renkli antosiyaninlerin, artan ekstraksiyon süresiyle degradasyona uğraması olabilir. Bunun yanı sıra, artan süre ile TFM miktarında artış olması kırmızı renkli fenoliklerin dışında başka fenolik maddelerin ekstrakte edilmesiyle ilişkilendirilebilir. C* değerlerinin aynı sürelerdeki artan katı oranına bağlı olarak genellikle arttığı ve bu artışın istatistiksel açıdan önemli olduğu görülmüştür ($P < 0.05$). Bu durum yukarıda

belirtildiği gibi artan ekstraksiyon süresi ile birlikte fenolik maddelerin ekstraksiyonun artmasından kaynaklanabilir. Her iki katı oranı için ΔE değerleri incelendiğinde ise farklı ekstraksiyon süreleri arasındaki farklar istatistiksel açıdan anlamlı bulunmamıştır ($P > 0.05$). Bunun yanında h° değerlerine bakıldığında ise %5 katı oranı için artan sürenin etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunurken ($P < 0.05$), %10 katı oranı için artan sürenin istatistiksel olarak anlamsız olduğu görülmüştür ($P > 0.05$).

Kontrol grubuna ait %5 ve %10 katı oranı için sırasıyla L* değerleri 34.32±0.16 ve 34.08±0.02; a* değerleri -0.30±0.04 ve -0.34±0.01; b* değerleri 2.93±0.03 ve 3.55±0.02; C* değerleri 2.95±0.03 ve 3.56±0.02; h° değerleri ise 95.87±0.65 ve 95.47±0.19 olarak bulunmuştur. Maserasyon, MDE ve UDE yöntemleri ile elde edilen renk değerleri karşılaştırıldığında, her iki katı oranında da, maserasyon ve UDE yöntemi ile elde edilen örneklerin L* değerleri daha fazla bulunmuştur. Diğer bir ifadeyle, maserasyon ve UDE yöntemi ile elde edilen ekstraktların daha açık bir renge sahip olduğu görülmüştür. Bu

Alıç (*Cretegus monogyna*) meyvesinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu

bulgu, maserasyon ve UDE yöntemi ile elde edilen TFM miktarının, MDE yöntemi ile elde edilen miktara oranla daha az olması ile örtüşmektedir.

Çizelge 2. UDE ile elde edilen ekstraktların L*, a*, b*, C*, h° ve ΔE değerlerinin farklı sonikasyon süreleri (1, 10, 20, 30, 50 ve 70 dk.) ve katı oranları (%5 ve %10) ile değişimi

Table 2. Variation of L*, a*, b*, C*, h° and ΔE values of UAE samples with sonication time (1, 10, 20, 30, 50 and 70 min.) and solid ratios (5% and 10%)

Renk değerleri Color values	Süre (dk.) Time (min.)	Katı Oranı Solid ratio	
		%5	%10
		5%	10%
L*	1	35.15±0.20 ^{a,A}	34.17±0.42 ^{a,A}
	10	33.82±0.32 ^{a,A}	33.00±0.63 ^{a,A}
	20	34.53±0.10 ^{a,A}	33.15±1.87 ^{a,A}
	30	35.02±0.02 ^{a,A}	34.07±0.46 ^{a,A}
	50	34.51±0.06 ^{a,A}	34.16±0.51 ^{a,A}
	70	34.58±0.17 ^{a,A}	34.03±0.05 ^{a,A}
a*	1	-0.02±0.00 ^{a,A}	-0.18±0.04 ^{a,B}
	10	-0.13±0.04 ^{ab,A}	-0.28±0.04 ^{ab,A}
	20	-0.17±0.00 ^{ab,A}	-0.26±0.17 ^{ab,A}
	30	-0.26±0.02 ^{b,A}	-0.46±0.04 ^{ab,B}
	50	-0.27±0.02 ^{b,A}	-0.50±0.04 ^{b,B}
	70	-0.25±0.02 ^{b,A}	-0.52±0.03 ^{b,B}
b*	1	2.42±0.04 ^{b,B}	4.60±0.04 ^{b,A}
	10	4.43±0.01 ^{a,B}	6.62±0.54 ^{ab,A}
	20	4.14±0.00 ^{a,A}	6.10±0.88 ^{ab,A}
	30	4.33±0.00 ^{a,B}	6.67±0.58 ^{ab,A}
	50	4.56±0.22 ^{a,A}	6,51±0.53 ^{ab,A}
	70	4.81±0.05 ^{a,B}	6.83±0.12 ^{a,A}
C*	1	2.42±0.07 ^{b,B}	4.60±0.04 ^{b,A}
	10	4.43±0.02 ^{a,B}	6.63±0.54 ^{ab,A}
	20	4.14±0.01 ^{a,A}	6.11±0.87 ^{ab,A}
	30	4.34±0.01 ^{a,B}	6.69±0.58 ^{ab,A}
	50	4.57±0.45 ^{a,A}	6.52±0.53 ^{ab,A}
	70	4.82±0.11 ^{a,A}	6.85±0.12 ^{a,A}
h°	1	90.45±0.17 ^{b,B}	92.27±0.46 ^{a,A}
	10	91.67±0.99 ^{ab,A}	92.42±0.53 ^{a,A}
	20	92.34±0.09 ^{ab,A}	92.56±1.98 ^{a,A}
	30	93.43±0.65 ^{a,A}	93.99±0.65 ^{a,A}
	50	93.36±0.08 ^{a,B}	94.37±0.01 ^{a,A}
	70	92.96±0.52 ^{a,A}	94.32±0.16 ^{a,A}
ΔE	1	1.02±0.36 ^{a,A}	1.10±0.07 ^{a,A}
	10	1.65±0.22 ^{a,A}	3.27±0.72 ^{a,A}
	20	1.24±0.04 ^{a,A}	2.93±1.36 ^{a,A}
	30	1.57±0.01 ^{a,A}	3.14±0.58 ^{a,A}
	50	1.65±0.43 ^{a,A}	2.98±0.51 ^{a,A}
	70	1.91±0.15 ^{a,B}	3.29±0.12 ^{a,A}

Aynı kolonda farklı harfler (a, b vd.) süreye göre istatistiksel olarak *farklıdır* ($P \leq 0.05$). Aynı kolonda farklı harfler (A, B vd.) katı oranına göre istatistiksel olarak *farklıdır* ($P \leq 0.05$).

Columns with different letters (a, b i.e.) are significantly different ($P \leq 0.05$) with respect to time. Columns with different letters (A, B i.e.) are significantly different ($P \leq 0.05$) with respect to solid ratio.

Sonuç olarak bu çalışmada, MDE yönteminde, 180, 270 ve 360 W mikrodalga güçleri kullanılarak 5, 10, 20 ve 30 dakikalarda elde edilen TFM miktarları değerlendirildiğinde, birim katı madde miktarına düşen çözücü miktarı arttıkça TFM miktarında da artış görülmüştür. Başka bir deyişle, düşük katı oranına sahip örneklerde TFM miktarı daha yüksek bulunmuştur. MDE yöntemi ile alıç meyvesinin TFM miktarının 9.31 ± 0.15 mg GAE/g kuru madde değeri ile en yüksek olduğu koşullar, %5 katı oranı, 270 W mikrodalga gücü ve ekstraksiyon süresinin 20 dakika olduğu durumda elde edilmiştir. Bu durum 270 W gücünde 20. dakikadan sonra artan sıcaklıkla birlikte fenolik maddelerin zarar görmesi, daha kısa sürelerin ise fenolik maddelerin ekstraksiyonu için yetersiz kalması ile açıklanabilir. En düşük TFM miktarı ise %5 katı oranı, 360 W mikrodalga gücü ve ekstraksiyon süresinin 5 dakika olduğu koşullarda 4.39 ± 0.89 mg GAE/g kuru madde olarak bulunmuştur. UDE yönteminde alıç meyvesinin TFM miktarı en yüksek 5.34 ± 0.68 mg GAE/g kuru madde olarak %5 katı oranında ve sonikasyon süresinin 70 dakika olduğu koşullarda elde edilmişken, en düşük değer 1.98 ± 0.31 mg GAE/g kuru madde olarak, aynı katı oranında sonikasyon süresinin 1 dakika olduğu koşulda bulunmuştur. Kontrol grubunda ise alıç meyvesinde TFM değeri %5 katı oranı için 3.00 ± 0.10 ; %10 katı oranı için 2.49 ± 0.15 mg GAE/g kuru madde olarak tespit edilmiştir. Bu üç yöntemin TFM miktarları karşılaştırıldığında, MDE yöntemi ile maserasyona kıyasla 3 kat, UDE yöntemine göre yaklaşık %74 oranında daha yüksek TFM içeren ekstraktlar elde edilmiştir. Bunun yanı sıra, MDE yöntemi ile ekstraksiyon süresi, UDE yöntemine kıyasla 3.5 kat daha azalmıştır. Renk değerleri kıyaslandığında, TFM sonuçlarına paralel olarak, L^* değerinin MDE yönteminde daha düşük, yani daha koyu renk oluşturduğu belirlenmiştir. UDE yönteminde katı oranının artması a^* değerlerinin azalmasına, b^* değerlerinin ise artmasına neden olmuştur. Tüm bu veriler ışığında, MDE yönteminin alıç meyvesinden TFM ekstraksiyonu için daha uygun bir yöntem olduğu sonucuna varılmıştır.

ÇIKAR ÇATIŞMASI BEYANI

Yazarların başka kişiler ve/veya kurumlar ile çıkar çatışması bulunmamaktadır.

YAZAR KATKILARI

MSY, NK ve GME deneylerin planlanması ile yapılışında görev almışlar ve taslak metni oluşturmuşlardır. OS ve Aİ danışman olarak çalışma fikrinin oluşmasında, deney tasarımının oluşturulmasında, verilerin değerlendirilmesinde ve taslağın kontrolünde/düzenlenmesinde görev almışlardır. Yazarlar makalenin son halini okumuş ve onaylamıştır.

TEŞEKKÜR

Çalışma sırasındaki desteklerinden dolayı Büşra Erdem, Bilge Deveci, Ayşe Bıyıklı, Seda Taşkın, Birgül Erbay, Gülce Kabasakaloğlu, Kübra Kayıhan ve Sanam Mustafaeva'ya teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

Akbulut, M., Çoklar, H. (2008). Physicochemical and rheological properties of sesame pastes (Tahin) processed from hulled and unhulled roasted sesame seeds and their blends at various levels. *J Food Process Eng*, 31: 488-502, <https://doi.org/10.1111/j.1745-4530.2007.00162.x>.

Alifakı, Y.Ö., Şakıyan Demirkol, Ö., İsci Yakan, A. (2018). Gilaburu (*Viburnum Opulus* K.) Meyvesinden Fenolik Bileşiklerin Ultrason Destekli Ekstraksiyonu. *Gıda*, 43(5): 846-855, <https://doi.org/10.15237/gida.GD18069>.

Alifakı, Y.Ö. (2019). Gilaburu (*Viburnum opulus* L.) Meyvesinden Yeni Yöntemlerle Fenolik Bileşenlerin Ekstraksiyonu ve Gilaburu Tozunun Mikroenkapsülasyonu. Doktora tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 291 s.

Awad, T.S., Moharram, H.A., Shaltout, O.E., Asker, D., Youssef, M.M. (2012). Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. *Food Res Int*, 48: 410–427, <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.05.004>.

Baltacıoğlu, H., Şahin, E. M., Karadağ, E.D. (2019). Şeftali Posasından Ultrason ve Mikrodalga Destekli Ekstraksiyon Yöntemleriyle Fenolik

- Bileşiklerin Eldesi. *ÖHÜ Müh. Bilim. Derg.* 8(2): 875-881, <https://doi.org/10.28948/ngumuh.570250>.
- Baysal, T., İçier, F. (2012). *Gıda Mübendisliğinde Isıl Olmayan Teknolojiler*. Nobel Yayıncılık, Ankara.
- Both, S., Chemat, F., Strube, J. (2014). Extraction of polyphenols from black tea - Conventional and ultrasound assisted extraction. *Ultrason Sonochem*, 21(3): 1030-1034, <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2013.11.005>.
- Chang, Q, Zuo, Z., Harrison, F., Chow, M.S.S. (2002). Hawthorn. *J Clin Pharmacol*, 42(6): 605-612, <https://doi.org/10.1177/00970002042006003>.
- Chemat, F., Zill-E-Huma, Khan, M.K. (2011). Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrason Sonochem*, 18(4): 813-835, <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2010.11.023>.
- Çoklar, H. Akbulut, M. Kılınc. S, Yıldırım, A., Alhassan, I. (2018). Effect of Freeze, Oven and Microwave Pretreated Oven Drying on Color, Browning Index, Phenolic Compounds and Antioxidant Activity of Hawthorn (*Crataegus orientalis*) Fruit. *Not Bot Horti Agrobo*, 46(2): 449-456, <https://doi.org/10.15835/nbha46211027>.
- Çoklar, H., Akbulut, M. (2016). Olgunlaşma ile Alıç Meyvesinin (*Crataegus orientalis*) Antioksidan Aktivite, Toplam Fenolik Madde ve Fenolik Profilindeki Değişim. *Meyve Bilimi*, 3: 30-37.
- Dahmoune, F., Spigno, G., Moussi, K., Remini, H., Cherbal, A., Madani, K. (2014). *Pistacia lentiscus* leaves as a source of phenolic compounds: Microwave-assisted extraction optimized and compared with ultrasound-assisted and conventional solvent extraction. *Ind Crops Prod*, 61: 31-40, <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.06.035>.
- Fanari, F., Muntoni, G., Dachena, C., Carta, R., Desogus, F. (2020). Microwave Heating Improvement: Permittivity Characterization of Water-Ethanol and Water-NaCl Binary Mixtures. *Energies*, 13(18): 4861, <https://doi.org/10.3390/en13184861>.
- Ghasempour, N., Elhami Rad, A.H., Javanmard, M., Azarpazhouh, E., Amin, M. (2019). Optimization of conditions of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from orange pomace (*Citrus sinensis*). *Int J Biol Chem*, 12(2): 10-19, <https://doi.org/10.26577/ijbch-2019-v2-2>.
- Ghitescu, R.E., Volf, I., Carausu, C., Bühlmann, A.M., Gilca, I.A., Popa, V.I. (2015). Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols from spruce wood bark. *Ultrason Sonochem* 22: 535-541, <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2014.07.013>.
- Goula, A.M., Thymiatas, K., Kaderides, K. (2016). Valorization of grape pomace: Drying behavior and ultrasound extraction of phenolics. *Food Bioprod Process*, 100: 132-144, <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2016.06.016>.
- Ignat, I., Volf, I., Popa, V.I. (2011). A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables. *Food Chem* 126: 1821-1835, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.12.026>.
- Kaderides, K., Papaoikonomou, L., Serafim, M., Goula, A.M. (2019). Microwave-assisted extraction of phenolics from pomegranate peels: Optimization, kinetics, and comparison with ultrasounds extraction. *Chem Eng Process*, 137: 1-11, <https://doi.org/10.1016/j.cep.2019.01.006>.
- Khan, M.K., Abert- Vian, M., Fabiano-Tixier, A, Dangles, O., Chemat, F. (2010). Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis* L.) peel. *Food Chem*, 119(2): 851-858, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.08.046>.
- Knorr, D., Zenker, M., Heinz, V., Lee, D.U. (2004). Applications and potential of ultrasonics in food processing. *Trends Food Sci Technol*, 15: 261-266, <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2003.12.001>.
- Kumari, B., Tiwari, B.K., Hossain, M.B., Rai, D.K., Brunton, N.P. (2017). Ultrasound-assisted extraction of polyphenols from potato peels: profiling and kinetic modelling. *Int J Food Sci Technol*, 52(6): 1432-1439, <https://doi.org/10.1111/ijfs.13404>.

- Kusuma, H.S., Altway, A., Mahfud, M. (2018). Solvent-free microwave extraction of essential oil from dried patchouli (*Pogostemon cablin Benth*) leaves. *J Ind Eng Chem*, 58: 343–348, <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.09.047>.
- Kutlu, N., Bicak, C., Ekinci, D., Kilic, E., Erdem, N., Isci, A., Sakiyan, Ö. (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, <https://doi.org/10.15237/gida.GD17087>.
- Lapornik, B., Prosek, M., Wondra, A.G. (2005). Comparison of extracts prepared from plant by-products using different solvents and extraction time. *J Food Eng*, 71: 214-222, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.10.036>.
- Lopez-Avila, V. (1999). Sample preparation for environmental analysis. *Crit Rev Anal Chem*, 29(3): 195-230, <https://doi.org/10.1080/10408349891199392>.
- Lovrić, V., Putnik, P., Kovačević, D.B., Jukić, M., Dragović-uzelac, V. (2017). Effect of Microwave-Assisted Extraction on the Phenolic Compounds and Antioxidant Capacity of Blackthorn Flowers. *Food Technol Biotech*, 55(2): 243–250, <https://doi.org/10.17113/ftb.55.02.17.4687>.
- Meda, V., Orsat, V., Raghavan, V. (2017). *Microwave heating and the dielectric properties of foods*. In *The Microwave Processing of Foods* (Second Edition), Woodhead:Cambridge, ISBN; 978-0-08-100528-6.
- Nitthiyah, J., Nour, A.K.R., Akindoyo, J. (2017). Microwave Assisted Hydrodistillation - An Overview of Mechanism and Heating Properties. *Aust J Basic&Appl Sci*, 11(3): 22–29.
- Özbek H.N., Koçak Yanık, D., Fadiloğlu, S., Keskin Çavdar, H., Göğüş, F. (2018). Microwave-assisted extraction of non-polar compounds from pistachio hull and characterization of extracts. *Grasas Aceites*, <https://doi.org/10.3989/gya.0217181>.
- Özcan, M., Haciseferogulları, H., Marakoglu, T., Arslan, D. (2005). Hawthorn (*Crataegus spp.*) fruit: some physical and chemical properties. *J Food Eng*, 69: 409-415, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.08.032>.
- Pan, X., Niu, G., Liu, H. (2003). Microwave-assisted extraction of tea polyphenols and tea caffeine from green tea leaves. *Chem Eng Process*. 42: 129-133, [https://doi.org/10.1016/S0255-2701\(02\)00037-5](https://doi.org/10.1016/S0255-2701(02)00037-5).
- Pettinato, M., Casazza, A.A., Ferrari, P.F., Palombo, D., Perego, P. (2019). Eco-sustainable recovery of antioxidants from spent coffee grounds by microwave-assisted extraction: Process optimization, kinetic modeling and biological validation. *Food Bioprod Process*, 114: 31–42, <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2018.11.004>.
- Pico, Y. (2013). Ultrasound-assisted extraction for food and environmental samples. *Trends Anal Chem*, Vol. 43: 84-99, <https://doi.org/10.1016/j.trac.2012.12.005>.
- Pingret, D., Fabiano-Tixier, A.S., Chemat, F. (2013). Degradation during application of ultrasound in food processing: A review. *Food Control*, 31(2): 593–606, <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2012.11.039>.
- Piyasena, P., Mohareb, E., McKellar, R.C. (2003). Inactivation of microbes using ultrasound: A review, *Int J Food Microbiol*, 87(3): 207–216, [https://doi.org/10.1016/S0168-1605\(03\)00075-8](https://doi.org/10.1016/S0168-1605(03)00075-8).
- Popa, V.I., Dumitru, M., Volf, I., Anghel, N. (2008). Lignin and polyphenols as allelochemicals. *Indl Crops Prod*, 27: 144–149, <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2007.07.019>.
- Quiroz-Reyes, C.N., Aguilar-Mendez, M., Ramirez-Ortiz, M., Ronquillo-De Jesus, E. (2013). Comparative study of ultrasound and maceration techniques for the extraction of polyphenols from cocoa beans (*Theobroma cacao* L.). *Revista Mexicana de Ingenier'ia Qu'ımica*, 12(1): 11–18.
- Radojković, M., Moreira, M.M., Soares, C., Fátima Barroso, M., Cvetanović, A., Švarc-Gajić, J., Morals, S. Delerue-Matos, C. (2018). Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from *Morus nigra* leaves: optimization and characterization of the antioxidant activity and phenolic composition. *J Chem Technol Biotechnol*,

93: 1684–1693, <https://doi.org/10.1002/jctb.5541>.

Ruiz-Rodríguez, B.M., de Ancos, B., Sánchez-Moreno, C., Fernández-Ruiz, V., de Cortes Sánchez-Mata, M., Camara, M., Tardío, J. (2014). Wild blackthorn (*Prunus spinosa* L.) and hawthorn (*Crataegus monogyna* Jacq.) fruits as valuable sources of antioxidants. *Fruits*, 69(1), 61-73. <https://doi.org/10.1051/fruits/2013102>.

Seçmen, Ö., Gemici, Y., Leblebici, Y., Görk, G., Bekat, L. (1989). *Tobumlu Bitkiler Sistematigi*, E.Ü. Fen Fak. İzmir. No: 116, 2. Baskı, 396.

Swamy, G. J., Muthukumarappan, K. (2017). Optimization of continuous and intermittent microwave extraction of pectin from banana peels. *Food Chem*, 220: 108–114, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.09.197>.

Wei, Z.F., Zhao, R.N., Dong, L.J., Zhao, X.Y., Su, J.X., Zhao, M., Li, L., Bian, Y. J., Zhang, L.J. (2018). Dual-cooled solvent-free microwave extraction of *Salvia officinalis* L. essential oil and evaluation of its antimicrobial activity. *Ind Crops Prod*, 120: 71–76, <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.04.058>.

Xia, T., Zhang, C., Oyler, N.A., Chen, X. (2013). Hydrogenated TiO₂ nanocrystals: a novel microwave absorbing material. *Adv Mater*, 25(47): 6905-6910, <https://doi.org/10.1002/adma.201303088>.

Xu, D.P., Zheng, J., Zhou, Y., Li, Y., Li, S. and Li, H.B. (2017). Ultrasound-assisted extraction of natural antioxidants from the flower of *Limonium sinuatum*: Optimization and comparison with conventional methods. *Food Chem*, 217: 552-559, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.09.013>.

Yeşilören Akal, G. (2019). Siyah Havuç Posasından Antosiyanin Ekstraksiyonu. Doktora tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 217 s.

Zhu, Z., Guan, Q., Guo, Y., He, J., Liu, G., Li, S., Barba, F.J., Jaffrin M.Y. (2016). Green ultrasound-assisted extraction of anthocyanin and phenolic compounds from purple sweet potato using response surface methodology. *Int Agrophys*, 30: 113-122, <https://doi.org/10.1515/intag-2015-0066>.