

Süsen (*Iris germanica* L.) Rizomlarından Elde Edilen Distilasyon ve Ekstraksiyon Ürünlerinin Verimliliği ve Koku Bileşenleri Üzerine Bir Araştırma

Nimet KARA^{1*} , Hasan BAYDAR¹ 

¹Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Isparta

*Sorumlu Yazar: nimetkara@isparta.edu.tr

Geliş Tarihi: 07.01.2023 Düzeltme Geliş Tarihi: 20.11.2023 Kabul Tarihi: 21.11.2023

ÖZ

Iris germanica L. bitkisinin rizomları, 2016 yılının Nisan, Mayıs, Haziran, Temmuz, Ağustos ve Eylül aylarında sökülerek hasat edilmiştir. Sökülen rizomlar kurutulduktan sonra beş yıl süreyle oda koşullarında muhafaza edilmiş, Clevenger aparatında su distilasyonu ile uçucu yağ ve hidrosol, Soxhlet aparatında ise n-hekzan ekstraksiyonu ile rizom resinoidi ve posa resinoidi elde edilmiştir. *I. germanica* rizomlarının uçucu yağ ve resinoid içerikleri hasat dönemlerine göre istatistiksel olarak ($p \leq 0.01$) önemli farklılıklar göstermiş, uçucu yağ oranı %0.12-0.24, resinoid oranı %2.97-6.80 arasında değişmiştir. *I. germanica* uçucu yağının ana bileşenlerinin α -iron (%27.38-43.27) ve γ -iron (%42.54-59.78), rizom resinoidinin ana bileşenlerinin miristik asit (%16.34-39.45), γ -iron (%13.15-31.49), α -iron (%6.93-15.26) ve heptokosan (%1.21-20.72), hidrosolün ana bileşenlerinin 6-metil-3,5-heptadien-2-on (%16.94) ve furfural (%12.27), posa resinoidinin ana bileşenlerinin ise heptakosan (%20.61) ve pentakosan (%8.61) olduğu tespit edilmiştir. Iris rizomları hasat edildikten sonra beş yıl süreyle bekletildiğinde, en yüksek uçucu yağ oranının ağustos ayında ve en yüksek resinoid oranının temmuz ayında hasat edilen rizomlardan elde edilmiştir. Rizom hasat dönemleri geciktikçe, rizom uçucu yağlarında genel olarak α -iron miktarı azalırken, γ -iron miktarı artmıştır. Diğer taraftan, ağustos ayında hasat edilen rizomlardan elde edilen resinoidin diğer aylarda hasat edilen rizom resinoidlerine kıyasla daha yüksek oranlarda α -iron ve γ -iron içermiştir.

Anahtar kelimeler: *Iris germanica*, distilasyon, ekstraksiyon, uçucu yağ, resinoid, hidrosol

A Study on Productivity and Fragrance Components of Distillation and Extraction Products of Iris (*Iris germanica* L.) Rhizomes

ABSTRACT

The rhizomes of the *Iris germanica* L. plant were harvested in April, May, June, July, August and September 2016. After drying, the rhizomes were stored at room conditions for five years, essential oil and hydrosol were obtained by water distillation in the Clevenger apparatus, and resinoids from rhizome and post-distillation residue were obtained by n-hexane extraction in the Soxhlet apparatus. The essential oil and resinoid contents of *I. germanica* rhizomes showed statistically significant ($p \leq 0.01$) differences according to the harvest periods, the essential oil ratio ranged between 0.12-0.24% and the resinoid ratio between 2.97-6.80%. The main components of *I. germanica* were α -irone (27.38-43.27%) and γ -irone (42.54-59.78%) in the essential oil, myristic acid (16.34-39.45%), γ -irone (13.15-31.49%), α -irone (6.93-15.26%) and heptacosan (1.21-20.72%) in the rhizome resinoid, 6-methyl-3,5-heptadiene-2-one (16.94%) and furfural (12.27%) in the hydrosol, heptacosan (20.61%) and pentacosan (8.61%) in the post-distillation residue resinoid. When iris rhizomes were stored for five years after harvesting, the highest essential oil ratio was obtained in August and the highest resinoid ratio was obtained from rhizomes harvested in July. As the rhizome harvesting periods were delayed, the amount of α -irone generally decreased, while the amount of γ -irone increased in rhizome essential oils. On the other hand, resinoid obtained from rhizomes harvested in August contained higher proportions of α -irone and γ -irone compared to rhizome resinoids harvested in other months.

Key words: *Iris germanica*, distillation, extraction, essential oil, resinoid, hydrosol.

GİRİŞ

Süsengiller (*Iridiaceae*) familyasına ait çok yıllık rizumlu bir bitki olan süsenin Avrasya, Kuzey Afrika ve Kuzey Amerika'da doğal yayılış gösteren yaklaşık 360 türü bulunmakta (Iwashina ve Mizuno, 2020), Türkiye florasında ise 24'ü endemik olan 56 takson ile temsil edilmektedir (Güner, 2012). Isparta yöresinde kültürü yapılan "Süsen" bitkilerine alışlagelmiş olarak "Zambak" denilmektedir. Ancak gerçekte botanik özellikleri yönüyle *Iris* türlerini zambak olarak değil süsen olarak tanımlamak gerekir. Çünkü zambak *Liliaceae* familyası üyelerine verilen genel bir adlandırmadır (Baydar, 2022). *Iris* türlerinin bazıları çok gösterişli ve hoş kokulu çiçeklere sahip olup park ve bahçelerde süs bitkisi olarak değerlendirilmektedir. *Iris germanica*, *Iris florentina* ve *Iris pallida* gibi türlerinin toprak altındaki rizomları ise çok değerli parfüm ve kozmetik hammaddesidir. *Iris* uçucu yağlarında bulunan triterpenoid yapıdaki iridaller, ironların öncüleri olan bir grup bileşik olup, menekşe kokusunu andıran hoş kokuları nedeniyle parfüm ve kozmetik endüstrisinde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Bicchi ve ark., 1996).

Sekonder metabolitler bakımından zengin olan *Iris* türlerinde, flavonoidler, izoflavonoidler, bunların glikozitleri, benzokinonlar, triterpenoidler ve stilben glikozitlerini içeren 250'den fazla bileşik elde edilmiştir (Rahman ve ark., 2002; Choudhary ve Alam, 2017). Rizomlar, çok düşük bir konsantrasyonda bile çok güçlü pestisit aktivitesi ve ayrıca oldukça etkili anti-kanser aktivitesi gösteren iridaller içerir (Hawana ve ark., 1991, Asghar, 2011). Yürütülen çalışmalarda, iridal tip triterpenlerin güçlü antimikrobiyal, antifungal ve antiplazmodiyal ajanlar olduğu belirtilmiştir (Yousefsani ve ark., 2021).

Dünyada en fazla süsen yağı ve resinoid Fas ve Çin'de üretilmektedir. Türkiye'de endüstriyel olarak mor süsen (*Iris germanica* var. *florentina*) 250 da alanda üretilmektedir ve üretimin büyük bir kısmı Isparta ilinin Kuyucak köyünde yapılmaktadır. Isparta yöresinde ekim ayında dikilen süsen rizomları nisan ve mayıs aylarında çiçeklenmektedir. Ancak rizom hasadı için en az 3 yıl geçmesi gerekmektedir. Üç yaşını doldurmuş bir süsen tarlasından ortalama 1000-1200 kg/da yaş rizom ve 200-300 kg/da kuru rizom verimi elde edilmektedir. Yaz mevsimi sonuna doğru hasat edilen rizomlar sırasıyla temizleme ve kurutma işlemleri yapıldıktan sonra olgunlaştırmak üzere depolanmaktadır. Kurutulmuş ve öğütülmüş rizomlardan buhar distilasyonu ile %0.25-0.50 verimlilikte süsen yağı (Orris butter), ayrıca n-hekzan veya n-hekzan/etilasetat (70/30) ekstraksiyonu ile süsen resinoidi elde edilmektedir (Baydar, 2022).

Süsen uçucu yağının önemli bir kısmı ironlar (α -, β - ve γ -ironlar) ve kokusuz yağ asitlerinden oluşur. *Iris* uçucu yağında α -iron ve γ -iron bileşenleri en önemli ticari kalite kriterleri olarak kabul edilmekte olup, koku özelliğini etkilemektedir (Mykhailenko, 2020). *Iris* rizomlarının iron içeriğini; tür, hasat zamanı ve toprak altında kalma süresi etkilemektedir (Roger ve ark., 2010) Taze (yaş) rizomlarda ironlar henüz teşekkül etmediğinden (Firmin ve ark., 1998), süsen yağı üretiminde yıllandırılmış (2-5 yıl) kuru rizomlar kullanılmaktadır (Crişan ve Cantor, 2016; Roger ve ark., 2010). *Iris* ironları, rizomlarının yıllanması sürecinde iridal denilen yapıların yavaş yavaş oksidatifleşmesiyle oluşmaktadır. Bu nedenle, kuru rizomların depolama süresi (yıllandırma) arttıkça ironlar daha yüksek miktarlarda meydana gelmektedir. Bu araştırma, altı farklı zamanda hasat edildikten sonra beş yıl süreyle yıllandırılan süsen (*I. germanica* L.) rizomlarından elde edilen distilasyon ve ekstraksiyon ürünlerinin verimlilik ve koku bileşenlerini belirlemek amacıyla yürütülmüştür.

MATERYAL ve METOT

Araştırmanın yürütüldüğü Isparta ili (Türkiye'nin açık parfüm vadisi olarak atfedilmektedir), ortalama 1050 metre rakımlı olup Batı Akdeniz Bölgesi'nde yer almaktadır. Coğrafik konumu gereği hem Akdeniz hem de karasal iklim özellikleri göstermektedir. Araştırmanın tarla denemesinin yürütüldüğü 2016 yılına ilişkin temel iklim verileri Çizelge 1'de sunulmuştur. Bu yıl ait ortalama sıcaklık 13.1 °C ve toplam yağış miktarı 592.2 mm olarak gerçekleşmiştir.

Çizelge 1. Isparta ilinde tarla denemesinin yürütüldüğü 2016 yılına ve uzun yıllara ilişkin ortalama sıcaklık ve yağış verileri*

	Yıl	Aylar												Ort./Top.
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
Sıcaklık (°C)	2016	1.3	7.3	7.6	14.0	14.6	21.6	25.0	24.4	18.9	14.8	7.2	0.3	13.1
	Uzun yıllar	1.7	2.6	5.9	10.5	15.5	20.1	23.4	25.8	18.3	12.8	6.9	3.0	12.2
Yağış (mm)	2016	101.6	33.3	59.9	47.8	87.6	12.4	25.7	45.4	31.6	1.6	48.8	33.5	529.2
	Uzun yıllar	64.2	54.9	52.8	58.8	46.0	27.8	12.8	0.3	15.4	38.0	51.5	70.9	493.4

*Isparta Meteoroloji Müdürlüğü iklim verileri

Araştırmada materyal olarak mor süsen (*I. germanica* L.) rizomları kullanılmıştır. Rizomlar, Isparta ilinin Keçiborlu ilçesine bağlı Kuyucak köyünde yer alan ve Robertet Gülyağı ve Itriyat San. Ltd. Şirketine ait *I. germanica* tarlasından tesadüf blokları deneme desenine göre parsellenmiş alandan temin edilmiştir (Gürbüzer ve Kara, 2018). Deneme tarlası toprağı, kumlu-tınlı, tuz oranı düşük (EC: 0.27 dS/m), bazik (pH: 8.19), kireç oranı yüksek (CaCO₃: %28.14) ve organik madde oranı düşük (%1.68) yapıdadır. Her bir deneme parselinden 2016 yılının Nisan, Mayıs, Haziran, Temmuz, Ağustos ve Eylül aylarının ortalarında olmak üzere toplam altı farklı zamanda rizom sökümü yapılmıştır (Gürbüzer ve Kara, 2018). 2016 yılında sökülen rizomlar temizlendikten sonra çabuk kurumması ve tekrar çimlenmemesi için küçük parçalara bölünerek (kesilmiş) ve tel raflar üzerinde gölgede kurutulmuş, oda sıcaklığında 5 yıl süreyle depolanmış (yıllandırma), 2021 yılında toz haline gelinceye kadar öğütülerek her söküm ayını temsil eden numuneler hazırlanmıştır. Bu numunelerde distilasyon işlemiyle uçucu yağ ve hidrosol, solvent ekstraksiyonu ile resinoid elde edilmiş, ayrıca GC/MS ile bileşen analizleri yapılmıştır.

Uçucu yağ ve hidrosol üretimi: Her bir hasat dönemine ait öğütülmüş 500 g rizom Hydro-Clevenger aparatının balonuna konarak üzerine 1.5 L su ilave edilmiş, 24 saat süreyle bu şekilde bekletildikten sonra, 6 saat boyunca su distilasyonu yöntemiyle damıtılmıştır. Aparatın ölçülü pipetinde toplanan yağ miktarı üzerinden uçucu yağ oranı (w/v, %) hesaplanmıştır (Deng ve ark. 2009). Ayrıca eylül ayına ait rizom numunesinden uçucu yağ elde edildikten sonra, uçucu yağın altında toplanan aromatik su (hidrosol) elde edilmiştir (Baydar ve Kineci, 2009).

Resinoid üretimi: Her bir hasat dönemine ait öğütülmüş 20 g rizom, 200 mL *n*-hekzan ile 4 saat boyunca Soxhlet aparatında ekstraksiyona tabi tutulmuştur. Ekstraksiyon işlemi tamamlandıktan sonra vakumlu rotary evaporator yardımıyla ekstrakttan *n*-hekzan arındırılmış ve balonda kalan ekstre miktarı ölçülerek resinoid oranı (w/w, %) hesaplanmıştır (Roger ve ark., 2012). Ayrıca eylül ayına ait rizom numunesinden elde edilen distilat posasından, aynı ekstraksiyon yöntemi ile posa resinoidi elde edilmiştir.

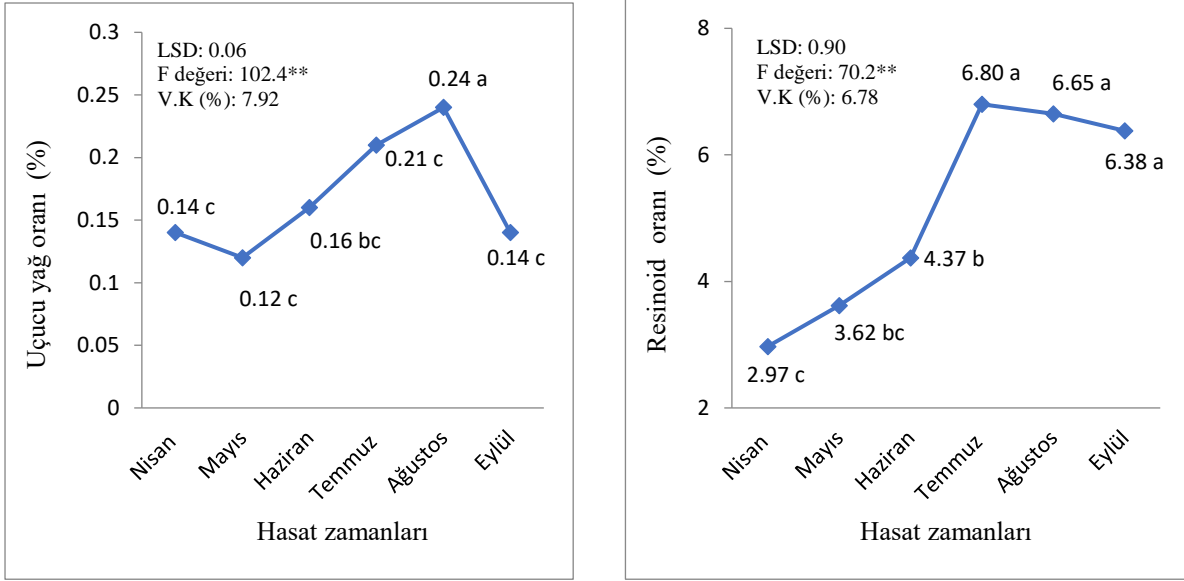
Uçucu yağ, hidrosol ve resinoid bileşenleri analizi: *Iris* rizomlarından, yukarıda açıklanan distilasyon ve ekstraksiyon yöntemleriyle elde edilen uçucu yağ, hidrosol ve resinoid ürünlerinin temel koku bileşenleri GC-MS (Gas chromatography/ Mass spectrometry) cihazında (QP5050 quadrapole detektörlü Shimadzu 2010 Plus) analiz edilerek belirlenmiştir. Kapiler kolon olarak CP-Wax 52 CB (50 m x 0.32 mm. 0.25 µm)'nin kullanıldığı analizlerde fırın sıcaklık programı dakikada 10 °C artarak 60 °C'den 220 °C'ye ulaşmış ve 220 °C'de 10 dakika kadar bekleme şeklinde yapılmıştır. Toplam koşuturma süresinin 120 dakika, enjektör sıcaklığının 240 °C ve detektör sıcaklığının 250 °C olarak ayarlandığı bu çalışmada taşıyıcı gaz olarak helyum (20 mL/dakika, split 1:20) gazı kullanılmıştır. Her bir bileşen, kütle spektrumlarının Wiley, Nist, Tutor ve FFNSC kütüphanelerinden karşılaştırma ile tanımlanmış ve bileşen miktarları, pik alanlarının göreceli bloklarının toplam pik alanına oranlanması yolu ile hesaplanmıştır (Baydar ve Kineci, 2009).

İstatistiksel analiz: Araştırmada elde edilen verilerin istatistiksel analizleri SAS paket programından faydalanılarak varyans analizleri yapılmış, ortalamalar arasında görülen farklılıkların gruplandırılmaları LSD (Least Significant Difference) testine göre karşılaştırılmıştır.

BULGULAR ve TARTIŞMA

Uçucu yağ ve resinoid verimliliği

Bu araştırmada, 2016 yılında 6 farklı dönemde hasat edildikten sonra 5 yıl boyunca oda koşullarında muhafaza edilen *I. germanica* rizomlarında, elde edildikleri hasat dönemlerine göre uçucu yağ oranları bakımından istatistiksel olarak önemli farklılıklar olduğu saptanmıştır ($p \leq 0.01$) (Şekil 1). *I. germanica* rizomlarının uçucu yağ oranı, mayıs ayı sökümünden ağustos ayı sökümüne kadar genel olarak artış (%0.12'den %0.24'e) eğilimi göstermiş, ancak eylül ayında sökülen rizomlarda azalış (%0.14) olmuştur. Deneme tarlasındaki süsen bitkilerinin çiçeklenmesi, nisan ayının ortasından mayıs ayı sonuna kadar devam etmektedir. Çiçeklenmenin olduğu dönemler ile bitkilerin toprak üstü organlarının kurumaya başladığı eylül ayında toprak altındaki rizomlar en düşük düzeylerde uçucu yağ içerdikleri tespit edilmiştir. Günlerin uzadığı ve sıcaklıkların arttığı Mayıs-Ağustos döneminde yapraklardan rizomlara daha fazla fotosentetik asimilat taşındığı için, bu dönemlerde hasat edilen rizomlarda daha fazla uçucu yağ depolandığı düşünülmektedir.



Şekil 1. *Iris germanica* rizomlarında uçucu yağ ve resinoid oranları

Belletti ve ark. (2012), *Iris pallida*'da uçucu yağ oranı %0.20, Mykhailenko vd (2020) *I. germanica*, *I. versicolor*, *I. graminea* ve *I. halophila* türlerinin rizomlarında uçucu yağ oranının sırasıyla %0.06, %0.10, %0.06 ve %0.02 olduğunu bildirmişlerdir. Gürbüz ve Kara (2018), *I. germanica* türünün rizomlarında hasat yılında %0.06-0.08, hasattan bir sonraki yılda ise %0.10-0.14 arasında uçucu yağ bulunduğunu, depolama süresi arttıkça uçucu yağ oranında artış olduğunu tespit etmişlerdir.

Iris rizomlarının resinoid içeriği uçucu yağ içeriğine benzer bir değişim sergilemiş, nisan ayından temmuz ayına kadar %2.97'den % 6.80'e artış, sonraki aylarda ise %6.38'e azalış göstermiştir (Şekil 1). Gürbüz ve Kara (2018), *I. germanica* rizomlarında resinoid oranının hasat sonrasında %8.0-10.57 ve bir yıl süreyle bekletildiğinde %6.95-10.45 arasında belirlemişlerdir. *Iris* rizomlarında resinoid içeriklerinin Krick ve ark. (1983) %1.0-3.0, Roger ve ark. (2012) %2.7-5.2, Marner ark. (2002) %8.3, Bhat ve ark. (2014) ise %10.0 oranlarında bulunduğunu bildirmişlerdir. Bu farklılıklar genotip, iklim özellikleri ve agronomik uygulamalardan kaynaklanabilir.

Uçucu yağ, hidrosol ve resinoid bileşenleri

Iris germanica rizomlarından su distilasyonu ile elde edilen uçucu yağların GC/MS analiz sonuçlarına göre toplam 42 adet bileşen tespit edilmiş, α -iron (%27.38-43.27), γ -iron (%42.54-59.78) ve 6-metil-ionon (%2.06-4.76) temel bileşenler olarak belirlenmiştir (Çizelge 2). Hasat dönemleri nisan ayından eylül ayına doğru gecikmesine bağlı olarak α -iron azalırken, γ -iron artış göstermiş, 6-metil-ionon ise nisan ayından itibaren önemli bir değişiklik göstermemiştir (Çizelge 2). Firmin ve ark. (1998) tarafından yapılan bir araştırmada da farklı *Iris* türlerinden elde edilen uçucu yağların ana bileşenlerinin α -iron (%18.9-81.0) ve γ -iron (%18.6-81.1) olduğunu, Roger ve ark. (2010) ise 6 aylık, 2, 3, 4 ve 9 yıllık *Iris* rizomlarından elde edilen uçucu yağlarda γ -iron içeriğinin sırasıyla %9.3, %11.5, %12, %13.5 ve %15.0 olacak şekilde artış gösterdiğini bildirmişlerdir. Bu farklılıklar genotip ve iklim özelliklerinden kaynaklanabilir (Mykhailenko, 2018; Mykhailenko ve ark., 2020).

Çizelge 2. *Iris germanica* rizomlarının farklı hasat dönemlerine göre uçucu yağ bileşenleri (%)

Rt (dk)	Bileşenler	Hasat dönemleri (aylar)					
		N*	M	H	T	A	E
3.44	Hexanal	0.18	0.19	0.00	0.13	0.30	0.30
8.46	6-Methyl-5-hepten-2-one	0.95	0.63	0.00	0.67	0.38	0.31
8.69	2-Pentylfuran	0.41	0.26	0.00	0.19	0.18	0.17
10.07	1,2,2,3-Tetramethyl-3-cyclopenten-1-ol	0.16	0.06	0.00	0.07	0.04	0.00
10.25	Para-Cymene	0.08	0.04	0.00	0.00	0.00	0.00
14.26	Linalool	0.40	0.66	0.00	0.72	0.08	0.05
14.49	Limonene oxide	0.13	0.10	0.00	0.13	0.09	0.12
15.64	Methyl 6-methyl heptanoate	0.11	0.03	0.00	0.00	0.00	0.00
17.52	5-Caranol	0.16	0.11	0.00	0.00	0.11	0.08
17.80	Non-2(E)-enal	0.48	0.13	0.00	0.00	0.00	0.00
18.41	cis-Dihydrocarvone	0.43	0.29	0.00	0.48	0.28	0.40
19.41	Octanoic acid	0.18	0.03	0.00	0.00	0.00	0.00
19.99	α-Terpineol	0.14	0.42	0.00	0.20	0.16	0.20
26.98	Carvacrol	0.36	0.51	0.32	0.37	0.15	0.03
28.46	Methyl caprate	0.31	0.06	0.00	0.17	0.00	0.00
30.62	3-Thujanol	0.99	0.97	0.83	1.83	1.03	0.68
32.47	Decanoic acid	0.18	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
33.12	Ethyl decanoate	0.18	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
33.97	Dodecanal	0.00	0.27	0.18	0.46	0.00	0.00
36.34	Neryl acetone	0.16	0.13	0.00	0.00	0.09	0.07
38.92	Longiverbenone	0.00	0.25	0.14	0.16	0.12	0.09
39.38	2-Undecanone	0.12	0.13	0.00	0.00	0.00	0.20
40.08	6-methyl ionone	2.06	4.13	4.46	4.76	4.68	4.66
41.01	Trans-2,6-gamma-irone	0.00	0.27	0.26	0.00	0.34	0.31
41.24	Methyl laurate	0.26	0.00	0.06	0.16	0.00	0.00
41.51	α-Irone	43.27	27.38	30.40	31.24	30.16	29.27
42.07	γ-Irone	42.54	49.07	58.06	56.96	57.86	59.78
43.62	Isomethyl- β- ionone	0.13	0.07	0.14	0.00	0.13	0.10
44.34	Caryophyllene oxide	1.23	1.23	1.09	0.57	1.27	1.72
44.60	cis-ψ-Ionone	0.14	0.08	0.00	0.00	0.00	0.00
45.28	Viridiflorol	0.20	0.28	0.27	0.00	0.34	0.51
48.65	α-Bisabolol oxide B	0.00	0.17	0.00	0.00	0.00	0.03
50.51	α-Cedrol	0.37	0.88	0.69	0.00	0.16	0.17
52.89	Methyl myristate	1.67	0.54	0.47	0.73	0.34	0.21
56.69	Ethyl myristate	0.00	0.00	0.15	0.00	0.09	0.00
61.47	γ-Dodecalactone	0.77	0.36	0.22	0.00	0.22	0.19
62.95	cis-9-Octadecenoic acid	0.18	0.15	0.00	0.00	0.03	0.00
63.26	Methyl 2-oxotetradecanoate	0.00	0.22	0.27	0.00	0.00	0.00
72.09	Heneicosane	0.24	0.15	0.18	0.00	0.00	0.00
81.05	Tricosane	0.10	0.46	0.38	0.00	0.18	0.05
89.31	Pentacosane	0.14	1.13	0.95	0.00	0.51	0.12
96.98	Heptacosane	0.00	0.74	0.49	0.00	0.35	0.05

Iris germanica rizomlarının (eylül ayında hasat edilen) su distilasyonu aşamasında uçucu yağın altında toplanan aromatik suyunda (hidrosol) GC/MS analiz sonuçlarına göre 49 adet bileşen belirlenmiş ve ana bileşenler olarak 6-metil-3,5-heptadien-2-on (%16.94), furfural (%12.27), 2,6,6-trimetil-1-siklohekzen (%7.91), trans-2,6- γ -iron (%6.55) ve 2-prapanon (%6.37) tespit edilmiştir (Çizelge 3). *Iris*'in önemli bileşenlerinden birisi olan α -iron ise düşük oranda da olsa (%2.04) aromatik suyunda belirlenmiştir. Amin ve ark. (2017), *Iris persica* çiçek uçucu yağının ana bileşenlerin feniletanol ve furfural iken, yaprak ve rizomlardan elde edilen uçucu yağların ana bileşeninin furfuralin olduğunu bildirmişlerdir.

Çizelge 3. *Iris germanica*'nın aromatik suyunun kimyasal bileşenleri

Rt	Bileşen	%	Rt	Bileşen adı	%
1.26	Ethanal	0.74	14.60	3-Methylthiophene-2-carboxaldehyde	0.26
1.44	2-Prapanone	6.37	15.08	3,5-Octadien-2-one	0.33
1.77	3-Methyl-2-butanone	2.21	15.22	Methon	0.51
2.22	2-Butenal	0.85	15.48	6-Methyl-3,5-heptadiene-2-one	16.94
2.71	Pentanal	1.23	16.65	5-Isopropenyl-2-methylpyridine	0.65
3.35	(E)-3-Penten-2-one	1.06	16.98	trans-p-Menth-1-en-3-ol	1.00
3.46	Pyridine (CAS) Azine	2.59	17.47	3,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, (Z)-	0.43
3.67	(E)-2-Pental	0.47	18.02	p-Menth-4-en-3-one	0.80
3.96	1-Pentanol	0.34	18.85	3-Ethyl-2-formylthiophene	1.45
4.29	3-Methyl-2-butenal	0.87	18.97	β -Fenchyl alcohol	0.84
4.65	Hexanal	4.97	20.75	d-Carvone	1.13
5.52	Furfural	12.27	22.90	Carvacrol	2.68
6.16	(E)-2-Hexenal	0.57	23.18	Phenol	0.47
6.74	Hexanol	0.71	25.08	N,N-Dimethyl-tetrahydro-1-naphthelen	0.48
7.34	Heptan-2-one	0.53	27.24	Viridiflorol	0.73
8.01	2-Acetyl furan	0.34	28.26	Methylmalonitrile	0.49
9.89	Benzaldehyde	3.56	29.18	Dihydro- β -ionone	0.26
10.37	6-Methyl-2-heptyn-4-ol	0.39	29.56	2,6,6-Trimethyl-1-cyclohexene	7.91
10.84	6-Methyl-5-hepten-2-one	3.92	29.85	Methyl- α -ionone	0.58
13.06	Benzeneacetaldehyde	3.06	29.97	6,6-Dimethyl-2-norpinene-2-ethanol	0.36
13.15	2,4-Dimethyl-2,4-heptadiene	1.10	30.57	α -Irone	2.04
13.69	Oct-2(E)-enal	0.21	30.86	Trans-2,6- γ -Irone	6.55
13.93	Acetophenone	0.29	31.97	Dihydroionone	0.21
14.06	3-Methylbenzaldehyde	2.44	32.60	Caryophyllene oxide	1.58
14.19	2-Methylbenzaldehyde	0.22			

Iris germanica rizomlarından n-hekzan ekstraksiyonu ile elde edilen resinoidlerin GC/MS bileşen analiz sonuçlarına göre toplam 46 adet bileşen tespit edilmiştir (Çizelge 4). Ana bileşenler olarak miristik asit (%16.34-39.45), α -iron (%6.93-15.26), γ -iron (%13.15-31.49), heptokosan (%1.21-20.72), palmitat (%1.77-6.44) ve pentakosan (%1.15-9.67) belirlenmiştir. Diğer bazı araştırmalarda da *Iris* rizom ekstraktlarında ironlardan başka miristik asit, kaprik asit ve laurik asit gibi yağ asitlerinin de yüksek oranlarda bulunabileceği rapor edilmektedir (Kukula-Koch ve ark., 2015; Mykhailenko, 2018). Çünkü ekstraksiyon için kullanılan n-hekzan apolar bir çözücü olup, sadece uçucu yağ bileşenlerini değil sabit yağdaki yağ asitlerini de çözmektedir. Kukula-Koch ve ark. (2014) *Iris dichotoma*'da hem hekzan hem de etanol ekstraktlarında en bol bulunan bileşenin miristik asit (myristate) olduğunu, hekzan ekstraktında metil palmitat ve metillinoleat, metoksiöjenol, metil oleat ve metil stearat, etanol ekstraktında ise metil palmitat, metil linoleat, metoksiöjenol, metil oleat ve metil stearat tespit edildiğini bildirmişlerdir. İbrahim ve ark. (2012) *I. germanica* rizomlarının metanolik ekstraktında bilinen 10 adet bileşen ile birlikte iki yeni bileşik (irigenin S ve iriside A) tespit etmişlerdir.

Çizelge 4. *Iris germanica* rizomlarının farklı hasat dönemlerine göre rizom resinoidlerinin bileşenleri (%)

Rt	Bileşen	Hasat dönemleri (aylar)					
		*N	M	H	T	A	E
5.67	2-Butoxyethanol	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
6.37	α -Thujene	0.00	0.03	0.03	0.00	0.00	0.00
8.684	β -Myrcene	0.12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.07
10.25	p-Cymene	3.51	1.18	0.85	0.91	2.23	0.56
10.50	Limonene	0.00	0.09	0.08	0.00	0.00	0.00
10.65	1.8-Cineole	0.56	0.15	0.10	0.00	0.00	0.00
11.93	γ Terpinene	0.93	0.37	0.24	0.33	0.58	0.21
14.26	Linalool	0.00	0.05	0.06	0.12	0.00	0.05
20.18	Ethyl octanoate	0.33	0.12	0.04	0.00	0.00	0.12
23.02	Carvone	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
23.57	Linalool acetate	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
23.72	p-Anisaldehyde	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
25.82	Anethole	0.00	0.00	0.08	0.00	0.00	0.00
26.98	Carvacrol	0.00	0.00	0.26	0.00	0.00	0.00
30.62	3-Thujanol	0.00	0.15	0.10	0.00	0.00	0.06
33.12	Ethyl decanoate	0.81	0.35	0.16	0.48	0.84	1.09
38.35	Acetovanillone	3.28	8.97	10.46	13.77	0.00	0.00
40.08	6-methyl ionone	1.30	1.44	1.34	0.87	1.90	1.00
41.24	Methyl laurate	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.06
41.51	α -Irone	14.76	11.27	10.04	6.93	15.26	7.57
42.07	γ -Irone	23.95	21.77	19.33	13.15	31.49	16.31
44.34	Caryophyllene oxide	1.83	0.00	0.39	0.00	0.00	0.44
45.28	Viridiflorol	0.00	0.17	0.12	0.00	0.00	0.16
45.43	Pentadecanoic acid ethyl ester	1.59	1.33	0.76	1.65	2.46	3.27
50.51	α -Cedrol	0.00	0.00	0.22	0.00	0.00	0.00
52.89	Methyl myristate	0.00	0.55	0.43	1.01	0.00	1.24
55.91	Ethyl undec-10-enoate	0.00	0.49	0.00	0.64	0.65	1.26
56.69	Myristic acid (ethyl myristate)	34.73	21.39	16.34	24.35	27.79	39.45
61.47	γ -Dodecalactone	0.00	0.26	0.37	0.00	0.00	0.28
62.95	cis-9-Octadecenoic acid	0.00	0.00	0.22	0.00	0.00	0.00
63.26	Methyl 2-oxotetradecanoate	0.00	0.00	0.26	0.24	0.00	0.00
63.56	Hexadecanoic acid	0.00	0.00	0.00	0.13	0.00	0.10
65.79	Ethyl (9E)-9-hexadecenoate	0.00	0.19	0.14	0.31	0.00	0.55
66.94	Ethyl palmitate	6.44	2.30	1.77	4.22	1.93	4.52
72.09	Heneicosane	0.00	0.11	0.30	0.18	0.00	0.00
74.66	Ethyl linoleate	2.46	0.86	0.71	3.29	1.10	2.47
75.01	Ethyl oleate	1.04	0.14	0.32	1.31	0.00	1.39
76.34	Ethyl (9E)-9-octadecenoate	0.00	0.16	0.16	0.62	0.00	0.23
81.05	Tricosane	0.00	1.01	1.39	0.92	0.36	0.63
89.31	Pentacosane	1.15	6.98	9.67	6.73	4.04	4.59
90.18	α -Terpinyl propionate	0.00	0.00	0.41	0.00	0.00	0.14
93.01	Ethyl heptadecanoate	0.00	0.00	0.00	0.25	0.00	0.04
93.22	Hexacosane	0.00	0.20	0.28	0.16	0.00	0.12
96.98	Heptacosane	1.21	16.47	20.72	16.17	9.38	11.17
104.10	Nonacosane	0.00	0.49	0.50	0.58	0.00	0.38
108.81	Octadecanal	0.00	0.92	1.19	0.70	0.00	0.49

*N: Nisan. M: Mayıs. H: Haziran. T: Temmuz. A: Ağustos. E: Eylül

Araştırmada *Iris* rizomlarında kaliteyi belirleyen α -iron ve γ -iron bileşenleri en yüksek ağustos ayında (%14.76 ve %23.95) hasat edilen rizomlardan elde edilen resinoidte tespit edilmiştir (Çizelge 4). Benzer şekilde

Gürbüz ve Kara (2018), *I. germanica*'nın hasat sonrası elde edilen resinoidlerinde α - ve γ -iron bileşenlerinin sırasıyla %7.43-13.5 ve %14.9-28.4 arasında değiştiğini bildirmiştir. Bizim araştırmamızda ise 5 yıl bekletilen *I. germanica* resinoidlerinde α ve γ - iron bileşenlerinin daha yüksek oranlarda olduğu belirlenmiştir.

Iris germanica rizomlarının uçucu yağ elde edildikten sonra kalan posasında n-hekzan ekstraksiyonu ile üretilen resinoidinde 18 adet kimyasal bileşen belirlenmiş ve ana bileşenler olarak heptakosan (%20.61) ve pentakosan (%8.61) tespit edilmiştir. Posa resinoidinde belirlenen diğer bileşenlerin oranları oldukça düşük olmuş, özellikle uçucu yağ ve resinoidinde yüksek miktarlarda belirlenen α -iron (%0.32) ve γ -iron (%0.79) bileşenleri çok düşük oranda elde edilmiştir (Çizelge 4). Dolayısıyla distilasyon esnasında rizomlardaki bileşenlerin çok büyük bir kısmının uçucu yağa geçtiği, posada çok fazla bileşenin kalmadığı anlaşılmıştır.

SONUÇ ve ÖNERİLER

Iris germanica rizom söküm (hasat) dönemlerine göre uçucu yağ ve resinoid oranları ile bileşen kompozisyonları değişiklik göstermektedir. *Iris* rizomlarında en önemli kalite belirteçleri olan α -iron ve γ -iron bileşenleri uçucu yağda, resinoidde, posa resinoidinde ve hidrosolde tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, süsen rizomlarından sadece uçucu yağ ve resinoid gibi temel aromatik ürünler değil ayrıca hidrosol ve posa resinoidi gibi yan ürünlerin de elde edilebileceğini göstermektedir. *Iris* rizomları hasat edildikten sonra beş yıl süreyle bekletildiğinde, en yüksek uçucu yağ oranının ağustos ayında ve en yüksek resinoid oranının temmuz ayında hasat edilen rizomlardan elde edilmiştir. Rizom hasat dönemleri geciktikçe, rizom uçucu yağlarında genel olarak α -iron miktarı azalırken, γ -iron miktarı artmıştır. Diğer taraftan, ağustos ayında hasat edilen rizomlardan elde edilen resinoidin diğer aylarda hasat edilen rizom resinoidlerine kıyasla daha yüksek oranlarda α -iron ve γ -iron içermiştir. Beş yıllık depolama sonucunda elde edilen bulgular, *I. germanica* rizomlarından yüksek verimlilikte uçucu yağ elde etmek için ağustos ayında, yüksek verimlilikte resinoid elde etmek için temmuz ayında ve yüksek kalitede resinoid elde etmek için ağustos ayında hasat edilmeleri gerektiğini göstermiştir.


Teşekkür: Isparta ili Kuyucak köyü üretim arazisinde deneme parselleri oluşturulmasına izin veren Robertet Gülyağı ve İtiryat San. Ltd. Şirketine teşekkür ederiz.

Çıkar Çatışması Beyanı: Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Araştırmacıların Katkı Oranı Beyan Özeti: Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

YAZAR ORCID NUMARALARI

Nimet KARA  <http://orcid.org/0000-0001-7069-0877>

Hasan BAYDAR  <http://orcid.org/0000-0003-1317-2066>

KAYNAKLAR

- Amin, H.I.M., Amin, A. A., Tosi, S., Mellerio, G.G., Hussain, F.H.S., Picco, A.M., Vidari, G. 2017. Chemical composition and anti-fungal activity of essential oils from flowers, leaves, rhizomes, and bulbs of the wild Iraqi Kurdish plant *Iris persica*. *Nat. Prod. Commun*, 12: 441-444.
- Asghar, S.F., Rehman, H., Choudahry, M.I., Rahman, A. 2011. Gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS) analysis of petroleum ether extract (oil) and bio-assays of crude extract of *Iris germanica*. *International Journal of Genetics and Molecular Biology*, 3(7): 95 -100.
- Baydar, H., Kineci, S. 2009. Scent composition of essential oil, concrete, absolute and hydrosol from lavender (*Lavandula x intermedia* Emeric ex Loisel.). *J. of Essential Oil Bearing Plants*, 12 (2): 131-136.
- Baydar, H. 2022. *Tıbbi ve Aromatik Bitkiler Bilimi ve Teknolojisi*. Nobel Yayınları 10. Basım. Yayın No: 2328. Ankara.
- Belletti, G., Fani, E., Marescotti, A., Scaramuz, S. 2012. The role of traditional products in the valorisation of marginal rural areas: The case of *Iris pallida*. *International Farming System Association Proceeding*. <http://ifsa.boku.ac.at>
- Bicchi, C., Rubiolo, P., Fresia, M., David, F., Sandra, P. 1996. Analysis of constituents of *Iris* rhizomes. Part III- Packed column supercritical fluid chromatography and high pressure liquid chromatography of iridals from rhizomes of *Iris pallida* L. *Phytochemical Analysis*, 7: 37-41.

- Choudharyand, D., Alam, A. 2017. Pharmacology and Phytochemistry of Isoflavonoids from *Iris Species*. *J of Pharmacol & Clin Res*, 3(2): 555-609. doi: 10.19080/JPCR.2017.03.555609.
- Crissan, I., Cantor, M. 2016. New Perspectives on medicinal properties and uses of *Iris* sp. *Hop and Medicinal Plants*, 1-2: 24-36.
- Deng, G.B., Zhang, H., Xue, H.F., Chen, S.N., Chen, X. L., 2009. Chemical Composition and Biological Activities of Essential Oil from the Rhizomes of *Iris bulleyana*. *Agricultural Sciences in China*, 8(6): 691-696.
- Firmin, L., Courtois, D., Petiard, V., Ehret, C., Lerch, K. 1998. Evaluation of the natural variability in iron content and selection of *Iris* sp. for perfume production. *Hortscience*, 33: 1046-1047.
- Güner, A. 2012. *İris: Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler)*. N. Gökyiğit Botanic Garden and Floristic Research Society, 535-540.
- Gürbüz, G., Kara, N. 2018. Effect of Harvest Times on Rhizoma Yield, Essential Oil Content and Composition in *Iris germanica* L. Species. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 7(5): 707-713.
- Iwashina, T., Mizuno, T. 2020. Flavonoids and xanthenes from the genus *Iris*: Phytochemistry, relationships with flower colors and taxonomy and activities and function. *Natural Product Communications*, 15(10): 1-35.
- İbrahim, S.R., Mohammed, G.A., Al-Musayeb, N.M. 2012. New constituents from the rhizomes of Egyptian *Iris germanica* L. *Molecules*, 17: 2587-2598.
- Kukula-Koch, W., Skalicka-Woźniak, K., Sieniawska, E., Widelski, J., Urjin, O., Głowniak, P. 2015. Comparative study on the volatiles composition of *Iris dichotoma* Pall. rhizome extracts. *Farmacologia*, 62: 874-881.
- Krick, W., Marner, F.J., Jaenicke, L. 1983. Isolation and structure determination of the precursors of U- and yirone and homologous compounds from *Iris pallida* and *Iris florentina*. *Z. Naturforsch*, 38: 179-184.
- Mykhailenko, O. 2018. Composition of volatile oil of *Iris pallida* Lam. from Ukraine. *Turk Journal of Pharmacology Science*, 15: 85-90.
- Mykhailenko, O., Kovalyov, V., Orlova, T. 2020. Chemical composition of the essential oil of several *Iris* species. *Thai Journal of Pharmaceutical Sciences*, 44 (3): 179-185.
- Rahman, A., Nasim, S., Baig, I., Jahan, I.A., Şener, B., Orhan. I., Choudhary, M.I. 2002. Isoflavonoid glycosides from the rhizomes of *Iris germanica*. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 50(8): 1100-1102.
- Roger, B., Fernandez, X., Jeannot, V., Chahboun, J. 2010. An alternative method for irones quantification in *Iris* rhizomes using headspace solid-phase microextraction. *Phytochem Anall*, 21: 483-488.
- Roger, B., Jeannot, V., Fernandez, X., Cerantolac, S., Chahbouna, J. 2012. Characterisation and quantification of flavonoids in *Iris germanica* L. and *Iris pallida* Lam. resinoids from morocco. *Phytochemical Analysis* 23: 450-455.
- Yousefsanil, B.S., Boozari, M., Shirani, K., Jamshidil, A., Dadmehr, M. 2021. A review on phytochemical and therapeutic potential of *Iris germanica*. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 73: 611-625.