

DOĞU KARADENİZ BÖLGESİ SALGI BALININ KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ

Hilal Ebru ÇAKIR¹, Yakup ŞİRİN¹, Zehra CAN², Sevgi KOLAYLI¹

¹ Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 61080, Trabzon, Türkiye

²Giresun Üniversitesi, Şebinkarahisar Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Şebinkarahisar, Giresun, Türkiye.

yakup.sirin.89@hotmail.com

ÖZET

Bu çalışmada, Doğu Karadeniz Bölgesi'nde 2017 yılında üretilen bazı salgı ballarının kimyasal özellikleri araştırıldı. Bir vaka çalışması niteliğinde olan bu çalışma son yıllarda Doğu Karadeniz Bölgesinde aşırı derecede artış gösteren *Ricania simulans* kelebeğinin sebebiyet verdiği ballar araştırıldı. İstilacı bir böcek türü olan *R.simulans* bölge bitki florasına aşırı derecede zarar vermektedirler. Çay, mısır, asma ağaçları, fındık, ıhlamur gibi ağaç ve yapraklara musallat olan böcekler bitkilerde salgı oluşumuna da yol açmaktadır. Gerek *R. simulans* sebebiyle ve gerek atmosferik değişimler ve doğal nedenlerle son yıllarda Doğu Karadeniz bölgesinde özellikle Ağustos-Eylül aylarında salgı balları üretiminde anlamlı artış olduğu bildirilmektedir. Oldukça viskoz, koyu renkli, bulanık görünümlü ve hafif tuzlu ir tada sahip bu ballar bölge arıcılarını da şaşırtmaktadır. Yapılan bu çalışma ile çiçek balı hasatından sonra üretilen ve kudret balı olarak da adlandırılan bu ballarının kimyasal özellikleri araştırıldı. Salgı balı niteliğinde olan balların, yüksek mineral, fenolik bileşen ve antioksidan kapasiteye sahip oldukları tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: *Ricania simulans*, *Apis mellifera*, Bal, Antioksidan, Fenolik bileşen

CHARACTERISTIC FEATURES OF HONEYDEW HONEY THAT PRODUCED AT BLACKSEA REGION

ABSTRACT

In this study, the chemical properties of some honeydew honey from eastern black sea region were studied and honey of *Ricania simulans*, whom popularion has an excessive increase in recent years, was analyzed. Also, *Ricania simulans*, which are invasive species, cause an massive damage on the vegetation of eastern black sea region and these insects affect tea leave, corn, grape leave, hazelnut and lime tree negatively. They lead to secretion on the surface of the mentioned plants. It was reported that there is a considerable increase in the amount of honeydew honey in eastern black sea region between August and September. This is due to *R. simulans* and also atmospheric pressure gradient. This honey is quite viscous, dark-colored, blurry and brackish. These features of the honey attract apiarists' interest. In this study, the chemical properties of the honey mentioned above were studied and it was found that honeydew honey has plenty of mineral, phenolic components and antioxidant capacity.

Keywords: *Ricania simulans*, *Apis mellifera*, Honey, Antioxidant, Phenolic component

1. Giriş

Bal, arılar (*Apis mellifera*) tarafından çiçek özlerinden ve salgılarından toplanarak arıların enerji kaynağı olarak depolanan bir gıda kaynağıdır (Aparna vd., 1999; Kaskoniene vd., 2010). Bal denince akla her ne kadar çiçek balları gelse de ağaç ve yapraklardan sızan salgılar da bal arıları için önemli bir şeker kaynağıdır. İki değişik şekilde üretilen salgı ballarının bazı fizikokimyasal ve duyuşsal özellikleri çiçek ballarından farklıdır. Salgı balları ya çam ağaçlarına musallat olan çam biti (koşnil) (*Marchalina hellenica*) tarafından oluşturulan bal çiğinden (basura) veya meşe balı gibi meşe yapraklarından stres koşullarına göre terlemeyle dışarı atılan basuranın bal arıları tarafından toplanarak petek gözlerinde depolanmasıyla oluşmaktadır (Ülğentürk vd. 2013). *Ricania simulans* (Hemiptera: ricanidae) ilk olarak Güney Hindistan'da tanımlanan bir böcek türüdür (Walker, 1851; Bu and Liang 2010). Bu ailede yer alan böcek türleri otobur olup tarımsal ve doğal sistemlerde bitkilerde ciddi hasarlara sebep olmaktadır. Bu tür, ekonomik açıdan önem taşıyan 60'tan fazla bitki türü üzerinde beslendiği için önemli bir tarımsal zararlı olma potansiyeline sahiptir (Wilson vd. 2016).

Son yıllarda nedeni tam olarak bilinmeyen sebeplerden dolayı Karadeniz Bölgesinin sahil kesimlerinde *R. simulans* popülasyonunda ciddi şekilde artışla birlikte bölge florası çay ve ağaç yaprakları ile meyve, sebze ve süs bitkilerine ciddi zararlar vermektedir (Güçlü vd. 2010). *R. simulans* keleşinin sebep olduğu stres koşullarına bağılı olarak ağaç ve yapraklardan sızan yapışkan, viskoz ve şekerli basura miktarında da artış gözlenmiştir.

İlk kez ekibimiz tarafından izi sürülerek toplanan bu balların karakteristik özellikleri araştırıldı ve literatüre kazandırılması planlandı. Bölgeden bal hasatından sonra 2. sürüm olarak toplanan ve farklı tekstür ve aromaya sahip bulunan bu balların kimyasal karakteristikleri araştırıldı.

2. Materyal ve Metod

2.1. Kimyasallar

2,4,6-Tripridil-s-triazin (TPTZ), Folin–Ciocalteu's fenol reaktifi, FeSO₄.7H₂O Sigma Chemical Co. (St Louis, MO, USA)'dan satın alındı. 2, 2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), (6-hydroxy-2, 5, 7, 8-tetramethylchroman-2-carboxylic acid) Trolox, gallik asit, sodium karbonat (Na₂CO₃), sodium karbonat trihidrat (NaCH₃COO.3H₂O) ve vanillin Sigma-Aldrich Co. (St Louis, MO, USA) satın alındı. Bütün kimyasallar HPLC saflığında olup tüm fenolik standartlar ve şekerler Sigma–Aldrich (Munich, Germany)'den satın alındı. HPLC'de kullanılan organik çözücüler; asetonitril Sigma–Aldrich Co. (St. Louis, MO, USA), metanol Merck KGaA, (Darmstadt, Germany)'ten sağılandı.

2.2. Örneklerin Temini ve Ekstraksiyon

Bu çalışmada kullanılan bal örnekleri Trabzon, Rize ve Pazar ilçelerinden toplanan 4 adet bal 2016 ve 2017 yılında temin edildi. Falkon tüpe (50 mL) yaklaşık 10 g tartılan bal örneği analize hazırlanmak üzere 24 saat süreyle oda sıcaklığında %99'luk metanol ilave edilerek (30mL) çalkalandı (Heidolph Promax 2020, Schwabach, Germany). Bu süre sonunda önce adi süzgeç kağıdından sonra mavi bant süzgeç kağıdından berrak oluncaya kadar süzöldü. +4°C'de buzdolabında muhafaza edildi. Ekstrakt iki kısma ayrıldı. 10 mL'lik ilk kısmı antioksidan analizler için ayrıldı. İkinci kısım ise HPLC'de fenolik bileşen analizi için sıvı-sıvı ekstraksiyon prosedürüne göre hazırlandı (Can vd.2015).

2.3. Fiziko-Kimyasal Özellikleri

Balların rengi Hunter (L, a, b) renk ölçüm sistemine göre (CR-400, Minolta, Osaka, Japan) tayin edildi. Nem refraktometrik olarak (Atago, Tokyo, Japan) kırılma indisinden tespit edildi. Elektriksel

iletkenlik konduktivimetre ile (Hanna Instrument, HI 2030-02, Romania), optik çevirme açısı polarimetre ile (Beta PPP7, England), prolin içeriği ninhidrin reaksiyonuna göre spektrofotometrik olarak (Ough, 1960) (Thermo Scientific Evolution™ 201, UV-VIS Spectrophotometer, USA) belirlendi.

2.4. Toplam Fenolik İçeriği Belirleme

Toplam fenolik madde miktarı Folin yöntemine göre tayin edildi (Singleton and Rossi, 1965). Yöntem çözeltide bulunan tüm fenolik yapıları fenolik asitleri, flavonoidleri ve antosiyaninlerin toplam miktarını göstermektedir. Reaksiyon sonucu oluşan mavi rengin şiddetinden yararlanılarak 760 nm'de okuma yapılır.

2.5. Kondanse Tanen Miktarını Belirleme

Metodun esasları tanenleri kuvvetli asitlerle flobafen denen kırmızı renkli maddelere dönüştürerek kondanse tanen miktarını bulmaya dayanmaktadır (Julkunen-Tiitto, 1985). Standart olarak kateşinin farklı konsantrasyonlarından alınarak vanilin %37'lik HCl ilave edilerek 20 dakika oda sıcaklığında inkübasyona bırakılarak 500 nm'de absorbans değerleri okundu.

2.6. Demir (III) İndirgeme Antioksidan Güç (FRAP) Tayini

Bu yöntem (Fe(III)-TPTZ-2,4,6-tris(2-pyridil)-S-triazin) kompleksinde yer alan Fe(III) iyonunun antioksidan bir madde varlığında indirgenmesi esasına dayanmaktadır (Benzie ve Strain, 1996). Standart olarak FeSO₄.7H₂O'nun değişen konsantrasyonları (31,25-

62,5-125-250-500-1000 µM) kullanıldı. 593nm'de okuma yapılarak mavi rengin şiddeti ölçüldü.

2.7. DPPH• Radikalini Temizleme Aktivitesi Tayini

Yöntemin esasları DPPH içeren çözelti ile hidrojen atomu verme eğilimi olan bir molekülün (antioksidan) çözeltisinin karıştırılması sonucu DPPH radikalini indirgenmesine ve çözeltinin başlangıçta mor olan renginin kaybolmasına dayanır. Mor renkli çözeltinin 517 nm civarındaki absorbansının azalması ölçülerek reaksiyon takip edilir. Antioksidan aktivite başlangıçtaki DPPH derişiminin %50'sinin azalması için harcanan antioksidan miktarını ifade eden IC₅₀ (etkin konsantrasyon) değeri ile verilir (Brand-Williams vd., 1995).

2.8. RP-HPLC-UV ile Fenolik Bileşenlerin Analizi

On dört fenolik standart'ın (gallik asit, protokatekuik asit, p-OH benzoik asit, kateşin, kaffeik asit, vanilik asit, şiringik asit, epikateşin, p-kumarik asit, ferulik asit, rutin, daidzein, t-sinammik asit, luteolin) kullanıldığı bu çalışmada analizler HPLC (Elite LaChrom Hitachi, Japan)'de UV dedektör ile yapıldı. Analizler ters faz C18 kolonu (150 mm x 4.6 mm, 5 µm; Fortis) kullanılarak ve asetonitril, su ve asetik asitle gradient program uygulanarak gerçekleştirildi (De Villers vd., 2004). A rezervuarında %2 asetik asit (saf suda) ve B rezervuarında %70-30 asetonitril-saf su bulunan gradient program uygulandı. Ayrıca numune ve standartların enjeksiyon hacmi 25 µL'ye, mobil faz akış hızı 0,75 mL.dk⁻¹'ya ve kolon sıcaklığı kolon fırınında 30°C'ye ayarlanarak çalışma optimizasyon sağlandı (Can

vd., 2015). Tüm fenolik bileşenler için kalibrasyon değerleri 0.998 ile 0,999 arasındadır.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Fiziko-kimyasal Özellikleri

Balların çalışılan fiziko-kimyasal özellikleri Çizelge 1' de gösterilmektedir. Balların nem miktarları 16 ile 18 arasında değişim gösterdiği ve bu değerlerin bölge ballarına göre oldukça konsantr oldukları tespit edildi. Balın nemi özellikle raf ömrünün belirlenmesinde oldukça önemli bir faktör olup, yüksek nem balın olgunlaşmadığını (erken hasat edildiğini) göstermekle beraber balın fermantasyonuna sebebiyet vermektedir.

Bal standartlara göre nem miktarlarında istisnalar olabildiği gibi bu miktarın %20'yi geçmemesi gerekmektedir (TSE, 2012). Nem miktarı balın toplandığı bölgenin coğrafik özelliklerine, hasat zamanına ve biçimine göre de değişim gösterir (Oddo, 2004; Bogdanov vd., 2004).

Balın görselliğini etkileyen en önemli faktörlerden biri rengidir. Hunter L a,b yöntemine göre ölçülen renk değerlerinden L, balın koyuluk ve açıklıklığı (0' a yakın koyu ballar yani siyah; 100' e yakın açık renk yani beyaz) gösterirken, a değeri sıfıra yakın değerler yeşillik ve 100 e yakın değerler kırmızılığı, ve b ise mavilikten sarılığa doğru gıda renklerini ifade etmektedir. Koyu renkli balların L değerleri düşük olup, bulunan L değerleri 15 ile 34 arasında değişim gösterdiği belirlendi. Açık renkli çiçek ballarında bu değer 60 'ın üzerinde olduğu literatürdeki verilerle karşılaştırıldığında görülmektedir (Can vd. 2015).

Balın temel rengini antosiyaninler, fenolik asitler, protonosiyanidinler ve flavonoidler ve mineraller oluşturur (Gonzalez-Paramas vd., 2007).

Salgı balların çiçek ballarından ayıran en önemli özelliklerden biri de bu balların bulanık görünüşleri. Taşıdıkları basura dan dolayı salgı ballarının bulanık görünüşüne sahip oldukları düşünülmektedir.

Bir balın çiçek veya salgı balı olup olmadığını en iyi gösteren parametrelerden bir optik rotasyon değerleridir. Pozitif optik rotasyon salgı ballarını, negatif optik rotasyon çiçek ballarını göstermektedir (Junk ve Pancoast, 1973). Balların optik çevirme açısı 1.52 ile 3,65 arasında olduğu tespit edildi. Daha önce yapılan bir çalışmada birer salgı balı olan meşe (0.74±0.25) ve çam (1.38±1.40) ballarının optik çevirme açısı pozitif değer göstermektedir (Can vd., 2015).

Elektriksel iletkenlik balın mineral madde içeriği, asiditesi, ve içindeki organik asitlere göre dayanmaktadır (Andrade vd., 1997). Elektriksel iletkenlik değerleri 0,35 ile 0.64±0.01 mS/cm, bulundu. Bu değerler koyu orman balları değerlerinden düşük ancak çiçek ballarından daha yüksektir (Can vd. 2015; Kolaylı vd. 2016).

Bal tüm amino asitleri serbest ya da proteinler halinde bulunur, ancak ilginç bir şekilde prolin balda en yüksek miktarlarda bulunan amino asit olup balın kalitesinin belirlenmesinde önemli bir parametredir. Prolin balda değeri balın florasına ve özellikle üretim şekline göre değişim göstermekle birlikte bal kodekslerinde; Avrupa kodekslerinde 150 mg/kg dan büyük olmalıdır. Ancak Türk gıda kodeksine göre bu değer minimum 250 mg/kg'ın üzerinde olmalıdır (Codex, 2001).

Genel olarak şeker şurupları ile beslenen arıların ürettiği ballarda prolin miktarı azalır (Güler vd., 2007; Cotte vd., 2004).). Çalışılan bu salgı ballarının prolin içeriğinin kodekslere uygun olduğu görülmektedir. Balın prolin içeriği spektrofotometrik yöntem kullanılarak 386. 38 ile 860 mg/kg arasında bulundu.

	B1	B2	B3	B4
Nem%	18	16	17,20	10
pH	5.16	4,60	4,80	4,23
Optik Çevirme [α]₂₀	+1.52	+4,50	+3,17	+3,83
Kül%	0.62	0.44	0.30	0.42
İletkenlik (mS/cm)	0,64	0,73	0,52	0,46
	15.96	2250	34,58	24.01
Renk (L,a,b)	26.1	30,42	26.60	38.43
	27.46	28.60	86.40	41.26
Prolin (mg/kg)	386,4	456,87	411,23	339,17

Çizelge 1. Balların fiziko-kimyasal özellikleri

3.2. Fenolik İçerik

Balların antioksidan, antimikrobiyal ve antiinflamatuvar özelliklerinden sorumlu bileşenlerin başında fenolik bileşikler yer almaktadır (Kolaylı vd., 2016). Bu çalışmada balın toplam fenolik içeriği, kondanse tanen miktarı, fenolik profili belirlendi. Toplam fenolik içerik testi aynı zamanda bir balın

antioksidan kapasitesinin belirlenmesinde genel olarak kullanılan antioksidan bir testtir. Toplam fenolik içerik, kondanse tanen miktarı ve antioksidan kapasite belirleme (FRAP) testleri sonuçları Çizelge 2'de gösterilmektedir. Balın toplam fenolik içeriği $0.49 \pm 0.02 \mu\text{M}$ $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}/\text{g}$ bal olarak ve DPPH radikalini temizleme kapasitesi $29.52 \pm 0.08 \text{ mg/mL}$ olarak tespit edildi.

	B1	B2	B3	B4
Toplam Polifenol (mg GAE/100 g)	49.47±0.02	67.28±0.03	56,12±0.02	61.13±0,01
FRAP ($\mu\text{molFeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}/\text{g}$)	1.82±0.01	3.59±0,06	2.89±0.03	3.26±0,08
DPPH SC₅₀ (mg/mL)	29.52±0.08	21.86±0.01	27.81±0.02	33.43±0,07
Kondanse Tanen (mg tannic acid/100 g)	1.12±0.03	1,33±0.03	1,19±0.01	1.27±0.02

Çizelge 2. Salgı Balının Antioksidan Değerleri

Kondanse tanenler fenolik bileşiklerin alt gruplarından biridir. Fenolik polimerler, yüksek molekül ağırlıklı bileşikler olup, yoğunlaşmış tanenler bu gruba girerler. Bugün besin tanenleri denilince genellikle kateşin ve epikateşinin polimerleri anlaşılmaktadır. Salgı balının kondanse tanen miktarını literatürdeki diğer salgı ballarıyla karşılaştırma oldukça zor çünkü bu konuda çalışma bulunmamaktadır.

Balın antioksidan aktivitesi, bal florasına ve coğrafik özelliklere göre değişmektedir (Nayik ve Nanda, 2016). Balın toplam antioksidan kapasitesi, toplam fenolik madde içeriğinin ile birlikte demir (III) iyonunun indirgeme kapasite testi olan FRAP ile en iyi şekilde belirlenebilir. belirlenir.

Bu testte daha yüksek FRAP değeri daha yüksek antioksidan kapasitesini Literatürdeki salgı ballarından çam balının ortalama FRAP değerinin 1.48 ± 0.83 olduğu ve çalışılan balların daha yüksek antioksidan kapasiteye sahip olduğu ancak meşe balı ile benzerlikler gösterdiği görülmektedir (Can vd., 2015; Kolaylı vd. 2018).

Bu çalışmada 14 adet fenolik bileşen standardı kullanıldı ve balda dört adet fenolik bileşenden kateşin, şiringik asit, ferulik asit ve daidzein 'in tayin limitlerinin altında kaldığı tespit edildi. Ancak fenolik bileşenlerden rutin (13.78 ± 0.18 μg fenolik bileşen/g bal) en fazla miktarda bulunurken onu p-kumarik asit (4.89 ± 0.09 μg fenolik bileşen/g bal) takip etti (Çizelge 3).

	($\mu\text{g/g}$)			
	B1	B2	B3	B4 (Abit)
Gallik Asit	0.44 ± 0.01	0.56 ± 0.01	$0,51 \pm 0.01$	3.53 ± 0.01
Protokatequik asit	3.57 ± 0.01	4.13 ± 0.00	5.12 ± 0.02	6.11 ± 0.02
p-OH benzoik asit	1.30 ± 0.01	0.30 ± 0.02	4.18 ± 0.03	2.60 ± 0.01
Kateşin	-	-	$0,33 \pm 0.01$	0.23 ± 0.03
Vanilik asit	1.17 ± 0.02	2.25 ± 0.02	-	-
Kafeik asit	0.86 ± 0.01	$1,85 \pm 0.01$	1.68 ± 0.01	2.70 ± 0.01
Şiringik asit	-	0.26 ± 0.01	-	0.07 ± 0.00
Epikateşin	0.95 ± 0.01	-	$0,95 \pm 0.02$	0.95 ± 0.02
p-coumarik asit	4.89 ± 0.03	6.13 ± 0.01	4.61 ± 0.03	0.66 ± 0.00
Ferulik asit	-	-	$0,32 \pm 0.01$	0.32 ± 0.01
Rutin	13.78 ± 0.10	8.61 ± 0.03	-	-
Daidzein	-	-	-	-
t- sinamik asit	1.62 ± 0.01	4.60 ± 0.01	3.14 ± 0.01	0.59 ± 0.01
Luteolin	0.52 ± 0.01	1.52 ± 0.01	2.13 ± 0.02	1.01 ± 0.01

Çizelge 3. Salgı ballarının fenolik profili

4. Sonuç

Sonuç olarak, gerek iklimsel şartlara göre ve gerekse R.simulans kelebeğinin neden olduğu strese karşı Doğu Karadeniz bölgesinde ağaç ve yapraklarda salgılardan oluşan salgı ballarının, çiçek ballarından daha koyu renge sahip, olduğu, bulanık görünümde ve daha yüksek fenolik içerik ve antioksidan değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Ancak bu çalışma ön çalışma niteliğinde bir çalışma olup ilerleyen yıllarda takip edilerek çalışma değerlerinin doğrulanması zaruridir.

5. Literatür

Akyuz. E., Şahin. H., Islamoglu. F., Kolayli. S., & Sandra. P. 2014. Evaluation of phenolic compounds in *Tilia rubra* subsp. *caucasica* by HPLC-UV and HPLC-UV-MS/MS. *International Journal of Food Properties*. 17(2). 331-343.

Andrade. P., Ferreres. F., Gil. M. I., & Tomás-Barberán. F. A. 1997. Determination of phenolic compounds in honeys with different floral origin by capillary zone electrophoresis. *Food Chemistry*. 60(1). 79-84.

Aparna. A. R., & Rajalakshmi. D. 1999. Honey—its characteristics, sensory aspects, and applications. *Food Reviews International*. 15(4). 455-471.

Benzie. I. F., & Strain. J. J. 1996. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: the FRAP assay. *Analytical biochemistry*. 239(1). 70-76.

Bogdanov. S., Ruoff. K., & Persano Oddo. L. 2004. Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys: a review. *Apidologie*. 35(Suppl 1). S4-S17.

Brand-Williams. W., Marie-Elisabeth C., and Berset C. L. W. T., 1995: "Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity." *LWT-Food science and Technology*. 28.1 25-30.

Bu. C. P., & Liang. A. P. (2011). First Record of the Genus *Aprivesa* Melichar (Hemiptera: Fulgoromorpha) from South India. with Description of One New Species. *ZooKeys*. (81). 1.

Can. Z., Yildiz. O., Sahin. H., Turumtay. E. A., Silici. S., & Kolayli. S. 2015. An investigation of Turkish honeys: their physico-chemical properties, antioxidant capacities and phenolic profiles. *Food chemistry*. 180. 133-141.

Cotte, J. F.; Casabianca, H.; Giroud, B.; Albert, M.; Lheritier, J. 2004. Grenier-Loustalot, M. F. Characterization of honey amino acid profiles using high-pressure liquid chromatography to control authenticity. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 378, 1342–1350.

De Villiers. A., Lynen. F., Crouch. A., & Sandra. P. 2004. Development of a solid-phase extraction procedure for the simultaneous determination of polyphenols, organic acids and sugars in wine. *Chromatographia*. 59(7-8). 403-409.

González-Paramás. A. M., García-Villanova. R. J., Báez. J. A. G., Sánchez. J. S., & Albajar. R. A. 2007. Botanical origin of monovarietal dark honeys (from heather, holm oak, pyrenean

- oak and sweet chestnut) based on their chromatic characters and amino acid profiles. *European food research and technology*. 226(1-2). 87-92.
- Guler, A., Bakan, A., Nisbet, C., Yavuz, O. 2007. Determination of important biochemical properties of honey to discriminate pure and adulterated honey with sucrose (*Saccharum officinarum* L.) syrup. *Food Chemistry*. 105, 3, 1119-1125.
- Güçlü, Ş., Ak, K., Eken, C., Akyol, H., Sekban, R., Beytut, B., & Yıldırım, R. 2010. Pathogenicity of *Lecanicillium muscarium* against *Ricania simulans*. *Bulletin of Insectology*. 63(2). 243-246.
- Julkunen-Tiitto R. 1985. Phenolic constituents in the leaves of northern willows: methods for the analysis of certain phenolics. *J Agr Food Chem*, 33, 213-217.
- Junk, W., & Pancoast, H. M. 1973. *Handbook of sugars for processors, chemists, and technologists*. Avi Pub. Co..
- Kaşkonienė, V., & Venskutonis, P. R. 2010. Floral markers in honey of various botanical and geographic origins: a review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 9(6). 620-634.
- Kolaylı, S., Can, Z., Yildiz, O., Sahin, H., Alpay Karaoglu, S. 2016. A comparative study of the antihyaluronidase, antiurease, antioxidant, antimicrobial and physicochemical properties of different unifloral degrees of chestnut (*Castanea sativa* Mill.) honeys. *Journal of Enzyme Inhibition Medicinal Chemistry*. 31, 3, 96-104.
- Kolaylı, S., Can, Z., Çakıcı, H.E., Okan, O.T. Yıldız O. 2018. An investigation on Trakya region Oak (*Quercus* spp.) honeys of Turkey: Their physico-chemical, antioxidant and phenolic compounds properties. *Turkish Journal of Chemistry*. Accepted paper.
- Nayik, G. A.; Nanda, V. 2016. Effect of thermal treatment and pH on antioxidant activity of saffron honey by using response surface methodology. *Journal of Food Measurement and Characterization*. 10, 1, 64-70.
- Oddo, L., Piro, R., Ivanov, T., Piškulová, J., Flamini, C., Lheritier, J., & Gotsiou, P. 2004. Main European unifloral honeys: descriptive sheets. *Apidologie*. 35, 38-81.
- Öztürk, N., M. Tuncel, and N. B. Tuncel. 2007. "Determination of phenolic acids by a modified HPLC: its application to various plant materials." *Journal of liquid chromatography & related technologies* 30.4, 587-596.
- Santos-Buelga, C., Gonzalez-Manzano, S., Dueñas, M., & Gonzalez-Paramas, A. M. 2012. Extraction and isolation of phenolic compounds. *Natural products isolation*. 427-464.
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.
- TS 28366. Türk Gıda Kodeksi Bal Tebliği. Tebliğ No: 2012/58. T.S.E.. Ankara. 2012.
- Ülgentürk, S., Szentkirályi, F., Uygun, N., Fent, M., Gaimari, S. D., Civelek, H., & Ayhan, B. 2013. Predators of *Marchalina hellenica* (Hemiptera: Marchalinidae) on pine forests in Turkey. *Phytoparasitica*. 41(5). 529-537.
- Weatherburn, M. W. 1967. "Phenol-hypochlorite reaction for determination of ammonia." *Analytical chemistry* 39.8, 971-974.
- Wilson, S. W., Rossi, E., & Lucchi, A. 2016. Descriptions of the Adult Genitalia and Immatures of the Asian Planthopper *Ricania speculum* (Hemiptera: Fulgoroidea: Ricaniidae) Recently Introduced to Italy. *Annals of the Entomological Society of America*. 109(6). 899-905.
- Zalibera, M., Staško, A., Šlebodová, A., Jančovičová, V., Čermáková, T., & Brezová, V. 2008. Antioxidant and radical-scavenging activities of Slovak honeys—An electron paramagnetic resonance study. *Food chemistry*. 110(2). 512-521.