


## Soğuk Baskı Yöntemiyle Üretilmiş Greyfurt Çekirdek Yağındaki Acılığın Yıkama/Ekstraksiyon Teknikleriyle Giderilmesi

Ayten Deviren , Selçuk Ok , Emin Yılmaz  ✉

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 17020 Çanakkale

Geliş Tarihi (Received): 11.08.2021, Kabul Tarihi (Accepted): 06.12.2021

✉ Yazışmalardan Sorumlu Yazar (Corresponding author): [eyilmaz@comu.edu.tr](mailto:eyilmaz@comu.edu.tr) (E. Yılmaz)

☎ 0286-218 0018 / 20054 📠 0286-218 0541

### ÖZ

Bu çalışmada, soğuk baskı tekniğiyle üretilmiş greyfurt çekirdek yağının acılığının giderilmesi için kullanılan farklı ekstraksiyon ve yıkama teknikleri karşılaştırılmıştır. Muamele edilen örneklerde bazı fiziko-kimyasal özellikler, yağ bileşenleri ve duyu özellikleri belirlenmiştir. Muameleler ile yağlarda serbest asitlik azalırken, peroksit sayısında bir miktar yükselme oluşmuştur. Muameleler sonucunda toplam doymamış yağ asitleri oranı, tokoferol miktarı ve fitosterol konsantrasyonları önemli oranda düşüşler göstermiştir ( $p<0.05$ ). Besin değeri yüksek olan bu minör bileşenlerin çözgen fazına geçtiği değerlendirilmiştir. Oldukça acı tada sahip olan naringin, kontrol örneğinde 102.6 mg/kg iken, kostik yıkama ile 74.8 mg/kg ve etanolle ekstraksiyon ile 32.3 mg/kg seviyelerine düşürülmüştür. Benzer şekilde acı olan neohesperidin ise iki muamele ile tamamen yağdan uzaklaştırılmıştır. Duyusal analizler kontrol örneğinde ölçülen 9.8 acılık skorunun kostik yıkama ile 5.4 ve etanolle ekstraksiyon ile 2.6'ya kadar düşürüldüğünü ortaya koymuştur. Benzer şekilde muameleler ile çiğ sebze, burukluk, mentol ve gırtlak yakıcılık skorları da düşürülmüştür. Sonuç olarak yağın acılığını gidermede etanolle ekstraksiyon tekniğinin başarılı sonuç verdiği belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Greyfurt çekirdeği, Soğuk baskı, Yağ, Acılık giderme, Flavonoid

### Debitting of Cold Pressed Grapefruit Seed Oil by Washing/Extraction Techniques

#### ABSTRACT

In this study, different extraction and washing techniques used to remove the bitterness of grapefruit seed oil produced by cold pressing technique were compared. Some physico-chemical properties, oil components and sensory properties of the treated samples were determined. While the free fatty acidities of oils decreased with the treatments, there was a slight increase in the peroxide values of oils. As a result of the treatments, the ratio of total unsaturated fatty acids, tocopherol, and phytosterol concentrations decreased significantly ( $p<0.05$ ). It is thought that these minor components, which have high nutritional value, leaked into the solvent phase. Naringin, which has a very bitter taste, was measured as 102.6 mg/kg in the control sample and reduced to 74.8 mg/kg by caustic washing and 32.3 mg/kg by extraction with ethanol. Similarly, neohesperidin, which has also a bitter taste, was completely removed from oils by these two treatments. Sensory score of bitterness was determined as 9.8 in the control sample, and it was reduced to 5.4 with caustic washing, and 2.6 with ethanol extraction. Similarly, raw vegetables, astringency, menthol and throat burning scores were also reduced with treatments. As a result, it was observed that the ethanol extraction technique was successful in removing the bitterness of oils.

**Keywords:** Grapefruit seed, Cold press, Oil, Bitterness removal, Flavonoid

## GİRİŞ

Gıda işleme atıklarının değerlendirilmesi sürdürülebilirlik, çevre sağlığı ve ekonomik fizibilite açısından bir zorunluluk haline gelmiştir. Gıdaların işlenmesi sırasında açığa çıkan artık, atık ve yan ürünlerin değerlendirilmesiyle yeni gıda ürünleri, katkı maddeleri, endüstriyel ürünler, biyo-enerji, yem ve gübre elde edilebilmektedir. Özellikle, meyve suyu üretimi sırasında açığa çıkan bazı meyve çekirdeklerinden soğuk pres yöntemiyle yağ üretimi üzerine çalışmalar yapılmaktadır [1]. Türk Gıda Kodeksindeki tanıma göre soğuk pres yağlar, uygun evsafdaki çekirdek ve tohumlardan sadece mekanik işlemlerle elde edilen ve rafine edilmeksizin doğrudan tüketilebilen ürünlerdir [2]. Soğuk pres yağ üretiminde kullanılacak olan çekirdek/tohumların, temiz, saf ve güvenli olması zorunludur. Üretim sürecinde de işleme parametrelerinin (vida dönüş hızı, basınç, sıcaklık vb.) ölçülebilir olması ve yağda sıcaklık artışı ve diğer zararlıların oluşmaması temel hedeftir. Dolayısıyla, verimi düşük olan soğuk pres tekniğiyle yüksek kalitede ürün elde edilmesi hedeflenmektedir. Soğuk pres yağlar rafine edilmeden kullanılabilirdiği için herhangi bir kimyasal safsızlık ve bulaşan içermezler ve ayrıca, rafinasyon işlemi sırasında gerçekleşen besinsel kayıplar da önlenmiş olur. Dolayısıyla besin değerleri oldukça yüksektir. Ayrıca, rafine edilmedikleri için, kendilerine has lezzet ve aromaya sahiptirler. Bu özelliklerinden dolayı yemeklik olarak kullanılacakları gibi, fonksiyonel ürün hazırlamada veya ilaç ve kozmetik gibi sektörlerde de değerlendirilebilirler [3, 4].

Laboratuvarımızda daha önce soğuk pres greyluft çekirdek yağı (SGY) üretilmiş ve yağın fizikokimyasal özellikleri, yağ asidi, sterol, tokoferol, fenolik ve uçucu bileşen kompozisyonları ve duyu özellikleri belirlenmiştir [5]. Üretilen yağın oldukça dengeli bir yağ asidi profiline sahip olduğu, fitosteroller ve tokoferoller bakımından da iyi bir kaynak olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, bu yağın turunçgil flavonoidleri (eriositrin, rutin, narinjin, hesperidin, neohesperidin, kaempferol vb.), bazı fenolik asitleri (gallik, şirinjik, *tr*-ferulik, *tr*-2-hidrosinnamik asit vb.) içerdiği ve karotenoidler açısından da oldukça zengin olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla, bu yağın biyo-aktiviteye sahip fonksiyonel bir ürün olduğu görülmektedir. Öte yandan, yapılan duyu analizler sonucunda, yağın oldukça acı olduğu ve bu acılığın tüketici beğenisini sınırlandırdığı tespit edilmiştir [5, 6].

Temel tatlardan birisi olan acılığın, dildeki ve damaktaki gustatöri tat soğancıkları ile algılandığı ve yutma sonrasında boğazda da kalıntı algısı bıraktığı bildirilmiştir. Bu tadın, belirli moleküller ile G-protein reseptörlerinin etkileşimi sonucu oluştuğu ve bu durumun insanları potansiyel toksik bileşiklere karşı uyarmak için geliştirildiği bildirilmiştir [7, 8]. Gıdalarda farklı kimyasal yapılarda acı bileşenler (flavonoidler, limonoidler, bazı fenolik asitler, siyanojenik glikozitler, izotiyosiyanatlar, poliasetilenler, glikoalkaloitler, saponinler, triterpenler, sesquiterpenler, kateşinler, kafein, kapsaisin, bazı Maillard ürünleri, vb.) bulunmaktadır. Öte yandan, bitkisel gıdalarda bulunan

bazı acı bileşenlerin son derece önemli biyo-aktiviteye ve olumlu sağlık etkilerine sahip olduğu da bildirilmiştir [9, 10]. Turunçgil flavonoidlerinden neohesperidosit (ramnopiranoz- $\alpha$ -1,2-glukopiranoz) glikozidik zincir tipine sahip olanların acı olduğu, rutinosit (ramnopiranoz- $\alpha$ -1,6-glukopiranoz) tiplerinin ise acı olmadığı belirtilmektedir. Buna göre soğuk pres greyluft yağındaki (SGY) acı bileşenler olarak narinjin, ponsirin, neohesperidin ve neositrin bildirilmiştir. Diğer flavonoidler ise acı tada sahip değildir. Ayrıca limonoidlerden de limonin ve nomilinin acı olduğu belirtilmiştir [11-15].

Bir çalışmada, soğuk pres greyluft yağındaki acılığı gidermek için, narinjinaz ve hesperinidaz enzimleri ile öğütülmüş çekirdek inkübe edilmiş ve daha sonra çekirdek kurutularak preslenmiştir [5]. Yapılan çalışmada, enzimlerin acılığı gidermede çok sınırlı etki gösterdikleri görülmüştür. Başka bir çalışmada, SGY acılığını gidermek için adsorpsiyon esaslı bir teknik uygulanmış ve asit-aktif doğal zeolit, sepiyolit ve montmorillonit ile Amberlit IR 120, IRA 400 ve XAD7 resinleri adsorban madde olarak kullanılmıştır [11]. Belli koşullarda bu adsorbanlar ile yağ karıştırılmış, süzülüş ve yağ acılığı ölçülmüştür. Sonuç olarak, sepiyolit ve zeolitin sınırlı miktarlarda acılığı giderdiği görülmüştür. Benzer bir çalışmada ise, laboratuvarında sentezlenmiş 7 farklı metal-organik çerçeve (MOF) adsorban madde olarak kullanılmıştır [15]. Sonuç olarak, krom-nitrat temelli MOF'un acılığı %63 ve gırtlak yakıcılığı da %59 oranında giderdiği görülmüştür.

Turunçgil flavonoidlerinin tamamının çok önemli biyo-aktivite değerlerine sahip olduğu, ancak ürün tüketilebilirliği için acılığın yok edilmesi gerektiği açıkça ortadadır ve halen bir araştırma ihtiyacı da bulunmaktadır. Dolayısıyla, bu çalışmada daha önce denenmemiş bazı ekstraksiyon teknikleri kullanılarak SGY acılığının giderilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca, işlem sonrası, yağlarda bileşen analizleri ve duyu analizler de yapılarak, kontrol örneğine karşı tüm değişimler ortaya konmuştur. Bu araştırmanın ve benzer araştırmaların sonuçlarının greyluft çekirdek yağının doğrudan tüketilebilir bir ürüne dönüştürülmesine katkı sağlayabileceği düşünülmektedir.

## MATERYAL ve METOT

### Materyaller

Beyaz Marsh çeşidi greyluftların (*Citrus paradisi* L.) işlenmesiyle açığa çıkan çekirdekler Şubat 2019 işleme sezonunda Frigo-Pak Gıda Şti. (Bursa) isimli firmadan temin edilmiştir. Önce çekirdekler yıkanarak temizlenmiş, daha sonra 120°C sıcaklıkta yarım saat kurutularak nem seviyeleri %10-12 düzeyine getirilmiştir. Çekirdekler bekletilmeden soğuk pres tekniğiyle işlenmiştir. Analizlerde kullanılan yağ asitleri, tokoferol ve sterol standartları, sırasıyla, Supelco (Bellefonte, PA, ABD), Nu-Check (Elysian, MN, ABD) ve Sigma Chem. Co. (St. Louis, ABD) firmalarından satın alınmıştır. Flavonoid standartları olan eriositrin (C98%), rutin hidrat (C94%), narinjin (C95%), hesperidin (C80%), neohesperidin (C90%), narinjenin (C98%) ve

kaempferol (C97%) ise Sigma-Aldrich ve Fluka Chemicals (St. Louis, ABD) isimli firmalardan satın alınmıştır. Kullanılan diğer tüm kimyasallar ve çözücüler analitik kalitede olup Merck Co. (Darmstadt, Almanya) isimli firmadan satın alınmıştır.

### Soğuk Pres Yağ Üretimi

Greyfurt çekirdeklerinin laboratuvarımızda bulunan soğuk pres makinasında (ESM 3710, Koçmaksan Makina Şti., İzmir) işlenmesiyle yağ elde edilmiştir (Şekil 1). Maksimum pres çıkış sıcaklığı 40°C olarak ayarlanmış, çıkış ucu olarak 10 mm kalıp kullanılmış ve sıkma hızı 25 rpm olarak ayarlanmıştır. Çıkarılan yağ hemen 6797 xg'de 10 dak santrifüj (Sigma 2-16 K, Postfach, Almanya) edilmiş, kahverengi şişelere doldurulmuş, azot gazı ile flaşlandıktan sonra ağizları sıkıca kapatılmıştır. Analizlere kadar ve analizler süresince yağ örnekleri buzdolabında tutulmuştur. Üretimden sonra denemelere ve analizlere derhal başlanmıştır.



Şekil 1. Greyfurt çekirdeklerinden soğuk baskı tekniği ile yağ üretimi  
*Figure 1. Oil production from grapefruit seeds by cold press technique*

Salamurada hidrasyon işleminde, 15 g greyfurt çekirdek yağına %15 tuz içeren salamuradan %5.0 oranında katılmış ve hidrasyonda olduğu gibi karışım 80°C'de 1 saat karıştırılmıştır. Fazların birbirinden ayrılması için 30 dakika beklenmiştir. Son olarak, kalan sıvının ayrılması için 10 dakika santrifüj (6461xg, Sigma 2-16K, Sartorius, Almanya) işlemi uygulanmıştır.

Kostik ile yıkama işlemi için, 15 g çekirdek yağına ağırlıkça %10'luk NaOH çözeltisinden %5.0 oranında katılmıştır. Karışım 30 dakika oda sıcaklığında karıştırıldıktan sonra, 30 dakika beklenilmiş ve süzümüştür. Son olarak, 3 kez distile su ile yıkama işlemi yapılmış ve uygulanan 15 dakikalık santrifüj (6461

### Yağın Ekstraksiyon/Yıkama İşlemiyle Muamelesi

Soğuk preslenmiş greyfurt çekirdek yağının içeriğinde bulunan acılık maddelerinin uzaklaştırılması için 5 farklı ekstraksiyon/yıkama işlemi uygulanmıştır. Asitle yıkama işleminde, 15 g greyfurt çekirdek yağına %0.3 oranında fosforik asit (pirofosfat) çözeltisi (%40'luk) katılmış ve karışım 40°C'de 30 dakika kadar karıştırılmıştır. Daha sonra, 30 dakika beklenilmiş ve çöken kısım ayrıştırılmıştır. Son olarak, distile su ile 3 kez yıkama işlemi yapılmıştır. 6461 xg hızda 10 dak santrifüj ile (Sigma 2-16K, Sartorius, Almanya) fazlar ayrılmıştır.

Hidrasyon işlemi için, 15 g greyfurt çekirdek yağına %3.0 oranında saf su katılmış ve karışım 80°C'de 1 saat karıştırılmıştır. Fazların birbirinden ayrılması için 30 dakika beklenilmiş ve kalan sıvının ayrılması için 6461 xg hızda 10 dakika santrifüj (Sigma 2-16K, Sartorius, Almanya) işlemi uygulanmıştır.

xg, Sigma 2-16K, Sartorius, Almanya) ile fazlar birbirinden ayrılmıştır.

Etanolle ekstraksiyon işlemi için, 15 g çekirdek yağına %99 saflıkta 50 mL etanol ilave edilmiş ve karışım 30 dakika oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Daha sonra, 15 dakikalık santrifüj (6461xg, Sigma 2-16K, Sartorius, Almanya) ile fazlar birbirinden ayrılmıştır. Etanolün tamamen uzaklaştırılması için yağ fazı 80°C'de yarım saat ısıtılmıştır.

En iyi sonucu veren muamele türünü bulmak amacıyla aşağıda açıklanan aletsel renk, serbest yağ asitliği ve peroksit sayısı analizleri yapılmış, yağ kaybı oranı

hesaplanmış ve en önemlisi duyu analizi ile acılık skoru ölçülmüştür. Acılığın en fazla uzaklaştırıldığı iki muamele türü seçilerek, ileri denemelere geçilmiştir.

### Seçilen Muamele Yöntemleriyle Farklı İşlem Parametrelerinin Araştırılması

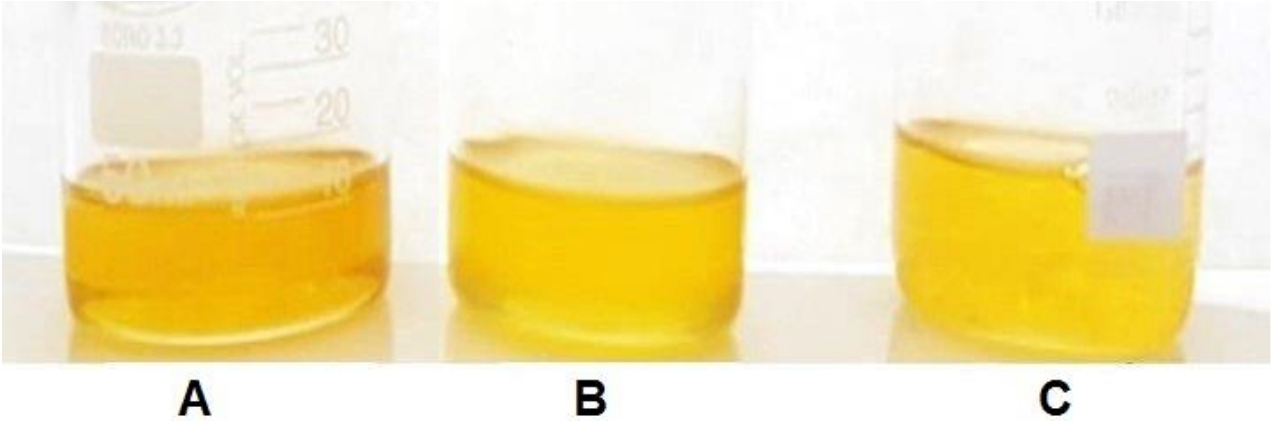
Yapmış olduğumuz analizler sonucunda, acılığı en çok düşüren muamelelerin kostik yıkama ve etanol ile ekstraksiyon olduğu görülmüş ve çalışmanın bu bölümünde farklı işlem parametrelerinin bu muamelelerin verimleri üzerine etkileri incelenmiştir. Kostikle yıkama testi için %10'luk NaOH çözeltisi kullanılarak işlem parametreleri değiştirilmiş ve 4 deneme grubu oluşturulmuştur;

- 1) Deneme1: 15 g çekirdek yağına %10'luk NaOH çözeltisinden 0.75 g katılmıştır. Karışım 1 saat oda sıcaklığında karıştırılmıştır.
- 2) Deneme2: 15 g çekirdek yağına %10'luk NaOH çözeltisinden 7.5 g katılmıştır. Karışım 1 saat oda sıcaklığında karıştırılmıştır.
- 3) Deneme3: 15 g çekirdek yağına %10'luk NaOH çözeltisinden 7.5 g katılmıştır. Karışım 1 saat 50°C'de karıştırılmıştır.
- 4) Deneme4: 15 g çekirdek yağına %10'luk NaOH çözeltisinden 7.5 g katılmıştır. Karışım 1 saat 80°C'de karıştırılmıştır.

Etanol ile ekstraksiyon muamelesi için %99 saflıkta etanol kullanılarak işlem parametreleri değiştirilmiş ve 4 deneme grubu oluşturulmuştur;

- 1) Deneme1: 15 g çekirdek yağına %99 saflıkta etanolden 50 mL katılmıştır. Karışım oda sıcaklığında 30 dakika karıştırılmıştır.
- 2) Deneme2: 15 g çekirdek yağına %99 saflıkta etanolden 60 mL katılmıştır. Karışım oda sıcaklığında 30 dakika karıştırılmıştır.
- 3) Deneme3: 15 g çekirdek yağına %99 saflıkta etanolden 60 mL katılmıştır. Karışım 50°C'de 30 dakika karıştırılmıştır.
- 4) Deneme4: 15 g çekirdek yağına %99 saflıkta etanolden 50 mL katılmıştır. Karışım 50°C'de 1 saat karıştırılmıştır.

Bu işlem parametreleri uygulandıktan sonra, en iyi sonucu veren birer deneme yapılan analizlerin (renk, serbest asitlik, peroksit sayısı, yağ kaybı, duyu analizi) sonucuna göre belirlenmiştir. Buna göre, kostik ile yıkama deneme grubundan; 2. deneme (15 g yağ / 2.5 g x 3 NaOH Çözeltisi / Oda sıcaklığı / 1 saat) ve etanol ile ekstraksiyon grubundan 2. deneme (15 g yağ / 20 mL x 3 etanol / Oda sıcaklığı / 30 dakika) en iyi sonucu veren işlem parametreleri olarak seçilmiştir. Bundan sonra, yağda yapılan tüm ileri analizler bu örnekler üzerinden gerçekleştirilmiştir. Bu yağ örnekleri Şekil 2'de görülmektedir.



Şekil 2. Kontrol ve muamele edilmiş yağ örnekleri (A: Kontrol örneği; B: Kostikle yıkama ile muamele edilen yağ örneği (15 g yağ / 2.5 g x 3 NaOH Çözeltisi / Oda sıcaklığı / 1 saat); C: Etanolle ekstraksiyon ile muamele edilen yağ örneği (15 g yağ / 20 mL x 3 etanol / Oda sıcaklığı / 30 dakika))

*Figure 2. Control and treated oil samples (A: Control sample; B: Caustic washing treated oil sample (15 g oil / 2.5 g x 3 NaOH solution / Room temperature / 1 hour); C: Ethanol extraction treated oil sample (15 g oil / 20 mL x 3 ethanol / Room temperature / 30 minute))*

### Yağın Fiziko-Kimyasal Analizleri

Aletsel renk Minolta Colormeter (CR-400, Minolta Camera Co., Osaka, Japonya) cihazı ile ölçülmüş ve L, a\* ve b\* değerleri kaydedilmiştir [5]. Benzer şekilde yağ bulanıklığı Hach 2100 AN turbidimeter (ABD) cihazıyla ölçülmüştür. Yağ kaybı, muamelelerden önce ve sonra yağın tartılmasıyla hesaplanmıştır. Yağ serbest asitlik değeri Ca 5a-40, yağ peroksit sayısı Cd 8-53 ve sabunlaşma sayısı Tl 1a-64 resmi metotlarıyla ölçülmüştür [16]. Serbest asitlik değeri yağda baskın yağ asidi olarak tespit edilen linoleik asit cinsinden

verilmiştir. Yağda bulunan toplam sabunlaşmayan madde miktarı ISO 3596 metoduyla ölçülmüştür [17].

### Duyusal Acılık Skoru Ölçümü

Duyusal yoğunlaşma grup testi (focus group) çalışmasıyla kontrol ve muamele edilmiş yağ örneklerinin acılık skorları belirlenmiştir. Bunun için 5 deneyimli panelist (4 kadın, 1 erkek, 21-48 yaş aralığında) kullanılmıştır. Ölçümlerde 10-cm'lik çizgi skalası kullanılmıştır. Skalanın sol başı (0 skor) sıfır acılığı, sağ başı (10 skor) maksimum acılığı ifade etmektedir. Ölçümlerde standart olarak 10 skor için

%0.1'lik sulu kafein çözeltisi, 5 skoru için %0.001'lik kafein çözeltisi kullanılmıştır. Her bir oturumda panelistlere 3 adet kodlanmış yağ örneği, kafein standartları, tükürme kabı, bol su ve tuzsuz kraker verilmiştir. Tekerrür ölçümler farklı günlerde yapılan farklı oturumlar ile tamamlanmıştır.

### Örneklerin Yağ Asidi, Sterol ve Tokoferol Bileşim Analizleri

Kontrol ve iki muamele grubu yağ örneklerinin yağ asitleri bileşimi bizim daha önceki çalışmalarımızda detaylarını verdiğimiz metotlarla analiz edilmiştir [5, 11, 15]. Analizlerde gaz kromatografisi cihazı (Agilent 7890B, Agilent Technologies, Palo Alto, CA, ABD), HP 88 kapilar kolon (100 m × 0.25 mm, 0.2 µm), Agilent G4513A oto-örnekleyicisi ve FID detektör kullanılmıştır. Benzer şekilde, önceki çalışmalarımızda detayları verilen teknik kullanılarak, sterol bileşimi de yine aynı gaz kromatografisi cihazında DB5 kapilar kolon (30 m × 0.25 mm ID × 0.1 µm, J & W Scientific Co, CA, ABD) kullanılarak belirlenmiştir [5, 11, 15].

Yağların tokoferol bileşimi Yılmaz ve Ege [15] metodu izlenerek HPLC cihazıyla (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya), DGU-20A5R degazer, CTQ-10ASVP kolon fırını, LC-20AT HPLC pompası, RF-20A florasan detektör, SIL-20AHT oto-örnekleyici ve ODS-3 kolonu (250 mm × 4.6 mm × 5 µm, GL Sciences Inc., Japonya) kullanılarak belirlenmiştir.

### Örneklerin Flavonoid Bileşim Analizleri

Yağ örneklerinin flavonoid bileşimi de yine önceki çalışmalarımızda kullanılan teknikle belirlenmiştir [5, 15]. Öncelikle, yağın fenolik fraksiyonu detayları önceki yayında açıklanan teknikle SPE kartuşu (HC-C18, 6 mL, Anpel, Çin) ve vakum manifold kullanılarak ekstrakte edilmiş ve 0.45 µm membran filtreden süzümüştür. Daha sonra, HPLC cihazı, SPD-M20A diode array detektörü (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya), ve Zorbax Eclipse Plus C18 kolonu (250 × 4.6-mm, 5 µm, Agilent Technologies, ABD) kullanılarak flavonoid bileşimi analiz edilmiştir. Tüm kantitasyon işlemlerinde analiz standartları kullanılmıştır.

### Duyusal Tanımlama Analizi

Yağ örneklerinin duyusal tanımlama analizleri standart metot kullanılarak gerçekleştirilmiştir [7, 15]. Toplam 10 kişiden oluşan panel (6 kadın, 4 erkek, 23-48 yaş) çalışmaya gönüllü olarak katılmış ve panelistlere bir hafta boyunca farklı günlerde eğitim verilmiştir. Daha sonra, panel moderatörünün başkanlığında, panelistler yağları tanımlamak için 6 duyusal terim geliştirmişlerdir. Geliştirilen terimler şunlardır; çiğ sebze, saman, acı, burucu, mentol ve gırtlak yakıcılık. 'Çiğ sebze' terimi için taze fasulye standart olarak kullanılmıştır. 'Saman' terimi için kuru saman, 'acı' terimi için %0.1'lik kafein çözeltisi, 'burucu' için %1.0'lik şap çözeltisi, 'mentol' için mentollü çiklet standart olarak kullanılmıştır. 'Gırtlak yakıcılık' yağ örneği yutulduktan 30 saniye sonra gırtlakta hissedilen toplam acılık ve burukluğun miktarı olarak tanımlanmıştır. Ölçümlerde 10-cm'lik skala kullanılmıştır.

Her oturumda, panelistlere 3 basamaklı sayı ile kodlanmış ve şeffaf cam bardağa konulmuş ağız kapalı örnekler sunulmuştur. Örnekler oda sıcaklığında hazırlanmış ve ölçümler oda sıcaklığında gün ışığı altında gerçekleştirilmiştir. Panelistlere örnekler ile birlikte tükürme kabı, su, elma dilimi, tuzsuz kraker verilmiştir. Örnekler rastgele düzen içinde, farklı günlerde yapılan farklı oturumlarda, tekerrürlü olarak analiz edilmiştir.

### İstatistiksel Analizler

Bu araştırmadaki soğuk pres yağ üretimi ve yağların muamele işlemleri 2 tekerrürlü olarak yapılmıştır. Her bir tekerrür için ölçümler 3 paralel olarak gerçekleştirilmiştir. Dolayısıyla ortalama değer olarak sunulan her bir veri 6 ölçümün ortalamasını ve standart hatasını göstermektedir. Örnekleri karşılaştırmak için tek-yönlü ANOVA ve Tukey testi kullanılmıştır. Analizlerdeki güvenlik seviyesi en az %95 olarak belirlenmiştir. Analizler Minitab Ver. 16.1.1 bilgisayar paket programıyla gerçekleştirilmiştir [18].

### BULGULAR ve TARTIŞMA

#### En İyi Muamele Türünün Seçilmesi

Kontrol örneğine karşı uygulanan 5 yıkama/ekstraksiyon muamelesinden elde edilen bulgular Tablo 1'de gösterilmiştir. Hidratasyon hariç tüm muameleler, yağın parlaklık değerini (L değeri) artırmıştır. Muameleler sonucunda, yağda bulunan ve bulanıklığa sebep olan bazı maddelerin uzaklaştırıldığı ve parlaklığın yükseldiği anlaşılmaktadır. Yağ örneklerinin kırmızılık/yeşillik miktarını gösteren a\* değerinde de küçük farklılıklar ortaya çıkmıştır. Kontrol örneğine göre negatif yönde azalma olmuş, yani yeşillik değerleri azalmıştır. Bunun yağda bulunan klorofil pigmentinin yıkama çözeltilerine geçmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer şekilde, örneklerin sarılık/mavilik miktarını gösteren b\* değerinde de önemli oranda düşüşler görülmüştür. Kontrole (11.9) göre en düşük değer 2.2 ile kostikle yıkama denemesinde gözlenmiştir (Tablo 1). Yıkama ve ekstraksiyon çözeltilerinin yağda bulunan pigmentleri ekstrakte ettiği görülmektedir. Bu beklenen bir durumdur. Yağ örnekleri Şekil 2'de görülmekte ve renk farklılıkları gözle bile algılanmaktadır. Genel olarak acılık bileşenlerini yağdan uzaklaştırmayı amaçlayan bu işlemler ile bazı pigmentlerin de kaybolduğu düşünülmektedir.

Serbest yağ asitliği (SYA) değerleri incelendiğinde sadece bazı muamelelerin düşüğe neden olduğu görülmüştür. Kontrole göre (%0.56 linoleik asit), en fazla düşüş %0.27 linoleik asit değeri ile salamura hidrasyon ve etanolla ekstraksiyon işlemlerinde elde edilmiştir (Tablo 1). Genel olarak SYA'nin düşmesi olumlu karşılanabilecek bir değişimdir. Öte yandan, örneklerin peroksit sayısı (PS) değerlerinde kontrole göre bazı artışlar oluşmuştur. En fazla artış (15.7 meqO<sub>2</sub>/kg) kostik yıkama işleminde gerçekleşmiştir. Muameleler havaya açık koşullarda yapıldığı için, yağların okside olması beklenen bir durumdur. Olası endüstriyel uygulamaların vakum altında veya nötral gaz atmosferinde yapılması

önerilmektedir. Muameleler sonucu gerçekleşen yağ kayıplarının %27.3-66.7 değerleri arasında değiştiği görülmektedir. Yağ kaybının en az olması arzu edilen bir durumdur, ancak buradaki ana hedef yağdan acılığı uzaklaştırmak olduğu için duyuusal acılık skorları en belirleyici analiz olmuştur. Örneklerde ölçülen ortalama

acılık skorları Tablo 1'de verilmiştir. Görüldüğü gibi en düşük acılık etanolla ekstraksiyon (2.0) ve kostik yıkama (5.0) işlemleriyle elde edilmiştir. Yağ kaybı değerleri yüksek olmasına rağmen bu iki muamele seçilerek çalışmaya devam edilmiştir.

Tablo 1. Soğuk baskı greyfurt çekirdek yağının acılığını gidermede kullanılan farklı ekstraksiyon tekniklerinden elde edilen veriler\*

*Table 1. Data obtained from different extraction techniques used for debittering of cold pressed grapefruit seed oil\**

	L*	a*	b*	Serbest yağ asitliği (% linoleik)	Peroksit sayısı (meqO <sub>2</sub> /kg)	Yağ kaybı (%)	Duyusal acılık skoru
Kontrol	23.7±0.9 <sup>b</sup>	-2.0±0.0 <sup>a</sup>	11.9±0.0 <sup>a</sup>	0.56±0.1 <sup>a</sup>	6.0±0.9 <sup>d</sup>	-	10.0±0.0 <sup>a</sup>
Asitle yıkama	25.7±0.3 <sup>a</sup>	-1.3±0.0 <sup>b</sup>	6.4±0.0 <sup>c</sup>	0.56±0.0 <sup>a</sup>	11.0±0.5 <sup>b</sup>	47.3±0.01 <sup>c</sup>	6.4±0.5 <sup>c</sup>
Hidratasyon	23.9±0.4 <sup>b</sup>	-0.5±0.0 <sup>c</sup>	2.8±0.2 <sup>d</sup>	0.56±0.0 <sup>a</sup>	8.3±0.5 <sup>c</sup>	35.3±0.01 <sup>d</sup>	9.8±0.5 <sup>b</sup>
Salamura hidratasyonu	25.1±0.3 <sup>a</sup>	-1.9±0.1 <sup>a</sup>	9.9±0.1 <sup>b</sup>	0.27±0.0 <sup>c</sup>	11.7±0.5 <sup>b</sup>	27.3±0.01 <sup>e</sup>	9.8±0.5 <sup>b</sup>
Kostik yıkama	24.7±1.2 <sup>a</sup>	-0.2±0.0 <sup>d</sup>	2.2±0.1 <sup>d</sup>	0.42±0.2 <sup>b</sup>	15.7±0.5 <sup>a</sup>	66.7±0.01 <sup>a</sup>	5.0±0.7 <sup>c</sup>
Etanolla ekstraksiyon	24.9±1.0 <sup>a</sup>	-1.1±0.0 <sup>b</sup>	7.2±0.2 <sup>c</sup>	0.27±0.0 <sup>c</sup>	8.3±0.5 <sup>c</sup>	63.3±0.01 <sup>b</sup>	2.0±0.7 <sup>d</sup>

\*: Aynı sütunda farklı küçük harflerle gösterilen örnekler istatistik olarak birbirlerinde farklıdır (p<0.05). Kontrol örneği herhangi bir muamele uygulanmayan soğuk pres yağ örneğidir.

\*: *Small letters in the columns indicate the statistically significant differences (p<0.05). Control sample is the untreated cold pressed oil sample.*

Literatürde, yağlarda acılığın azaltılmasıyla ilgili sınırlı sayıda çalışma vardır. Bizim önceki çalışmalarımızın birinde, soğuk pres greyfurt çekirdek yağından acılığı gidermek için çeşitli adsorbanlar kullanılmış, sepiyolit, zeolit ve XAD7 amberlit en başarılı sonuçları veren adsorbanlar olmuştur [11]. Bu adsorbanlar ile acılık skorlarında %60'a varan düşüşler gözlenmiştir. Bir diğer çalışmamızda, soğuk pres greyfurt çekirdek yağından acılığı gidermek için çeşitli metal organik kafes yapılar kullanılmış ve duyuusal acılık skorunda %62'lere varan oranlarda düşüşler görülmüştür [15]. Başka bir çalışmada, zeytinyağından acılığı gidermek için sıvı-sıvı ekstraksiyon tekniğinden yararlanılmış, bu amaçla su çözücü olarak kullanılmış ve acılık önemli ölçüde düşürülerek duyuusal özellikler geliştirilmiştir [19]. Literatürle kıyaslandığında, özellikle etanolla ekstraksiyon tekniğinin oldukça başarılı bir sonuç verdiği görülmektedir.

### Optimum İşlem Parametrelerinin Seçilmesi

Bir önceki bölümde belirlenen iki muamele yöntemi (kostik yıkama ve etanolla ekstraksiyon) kullanılarak, farklı işlem parametrelerinin uygulamaya etkisi incelenmek istenmiştir. Bu amaçla, metot bölümünde açıklanan dörder farklı deneme düzeninde deneyler yapılmış ve analiz sonuçları Tablo 2'de sunulmuştur.

Bu denemelerde seçilen parametreler ve seviyeleri bizim bu konudaki tecrübelerimize dayanılarak belirlenmiştir. Burada hem işlem ekonomisi hem de olası etki durumu gözetilmiş, ancak deneme sayısı sınırlı tutulmaya çalışılmıştır. Bu deneme gruplarının arasından en iyi sonucu verenlerin seçiminde birinci bölüme benzer bir yol takip edilmiştir. Ölçümlere ait

veriler analiz edilmiş ve acılık skorunda en fazla düşüşü sağlayan iki deneme ileri analizler için seçilmiştir. Seçilen iki denemenin ve diğerlerinin analiz sonuçları Tablo 2'de sunulmuştur. Seçilen bu iki deneme ile yağ tekrar muamele edilmiş ve bundan sonraki tüm analizler bu örneklerde gerçekleştirilmiştir. Kontrol örneği, yıkama/ekstraksiyon işlemi hariç, diğer aşamalarda işlemlere (belirli bir sıcaklıkta belirli bir süre bekletme ve süzme işlemi) tabi tutulmuştur.

### Kontrol Örneği ve Muamele Edilen Örneklerin Özellikleri

Örneklerde yapılan analizlerin sonuçları Tablo 3'te gösterilmiştir. Etanolla ekstraksiyon işleminden sonra yağın bulanıklık değerinde bir miktar artış olmuştur. Sabunlaşma sayısı değerleri arasında ise önemli farklılıklar oluşmuştur. Kontrol ve etanolla ekstraksiyon muamelesi benzer sonuç gösterirken (152.7 ve 154.8 mg KOH/g), kostik yıkama sonunda sabunlaşma sayısı ciddi oranda artmıştır (224.3 mg KOH/g). Sabunlaşma sayısı, trigliseritlerin ortalama molekül ağırlığıyla alakalı bir analiz olup, sabunlaşma sayısı yüksek yağların daha düşük molekül ağırlıklı trigliseritlerden oluştuğu anlaşılmaktadır. Kostik ile yıkama sonunda sabunlaşma sayısı arttığına göre bu muamele sırasında bazı yüksek molekül ağırlıklı trigliseritlerin kaybolduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca, yüksek molekül ağırlıklı serbest yağ asitlerinin de bu işlem sırasında tuzlarına dönüşüp daha sonra yağdan ayrılması olasıdır. Sonuç olarak, kostik ile yıkama işleminin yağda bazı yapısal değişikliklere neden olduğu anlaşılmaktadır.

Tablo 2. Belirlenen iki ekstraksiyon tekniğinde parametrelerin seçilmesi  
*Table 2. Selection of parameters in the two extraction techniques*

		L	a*	b*	Serbest yağ asitliği (%linoleik)	Peroksit sayısı (meqO <sub>2</sub> / kg)	Yağ kaybı (%)	Duyusal acılık skoru
Kostik yıkama (%10 NaOH)	Deneme1	24.70±1.20	-0.20±0.05	2.20±0.14	0.42±0.20	15.70±0.50	66.70±0.01	5.00±0.70
	Deneme2	25.90±0.20	-2.20±0.03	11.80±0.02	0.42±0.20	19.60±1.40	47.40±0.01	4.60±1.30
	Deneme3	25.90±0.20	-1.98±0.08	10.80±0.05	0.28±0.00	14.60±0.90	49.90±0.01	4.80±1.40
	Deneme4	25.90±0.20	-1.80±0.04	8.80±0.50	0.42±0.20	18.30±0.50	64.70±0.01	4.80±1.30
Etanolle ekstraksiyon	Deneme1	24.90±1.00	-1.10±0.05	7.20±0.20	0.27±0.01	8.30±0.50	63.30±0.01	2.40±0.70
	Deneme2	26.10±0.00	-1.40±0.07	10.30±0.03	0.28±0.01	12.60±0.90	39.10±0.01	2.00±0.54
	Deneme3	26.10±0.40	-1.20±0.03	8.40±0.06	0.28±0.01	15.60±1.40	41.80±0.01	2.60±0.54
	Deneme4	26.30±0.00	-1.40±0.08	9.38±0.07	0.28±0.01	16.60±0.90	33.60±0.01	2.60±0.54

Örneklerin sabunlaşmayan madde miktarları muamelelerden sonra bir miktar düşmüştür (Tablo 3). Yağlarda sabunlaşmayan maddeler, yağ asidi dışında kalan sterol, alkol, hidrokarbon, uçucu bileşenler ve

minerallerin toplam oranını gösteren bir değerdir. Bu muameleler esnasında bu maddelerin bazılarının çözelti fazına geçerek yağdan ayrılması beklenen bir sonuçtur.

Tablo 3. Seçilen parametrelerle muamele edilen yağlarının fiziko-kimyasal özellikleri\*  
*Table 3. Physico-chemical properties of oils treated with selected parameters\**

	Bulanıklık (NTU, 20°C)	Sabunlaşma sayısı (mg KOH/g)	Sabunlaşmayan madde (%)
Kontrol	7.0±0.1 <sup>b</sup>	152.7±2.8 <sup>b</sup>	1.9±0.01 <sup>a</sup>
Kostik yıkama Deneme2	7.0±0.1 <sup>b</sup>	224.3±2.1 <sup>a</sup>	1.8±0.01 <sup>b</sup>
Etanolle ekstraksiyon Deneme2	8.0±0.01 <sup>a</sup>	154.8±0.6 <sup>b</sup>	1.7±0.01 <sup>c</sup>

\*: Aynı sütunda farklı küçük harflerle gösterilen örnekler istatistik olarak birbirlerinde farklıdır (p<0.05).

\*: *Small letters in the columns indicate the statistically significant differences (p<0.05).*

### Kontrol Örneği ve Muamele Edilen Örneklerin Yağ Asidi, Tokoferol ve Sterol Bileşimi

Kontrol örneği ve muamele edilen örneklerin temel bileşenleri analiz edilmiş ve sonuçlar Tablo 4'te gösterilmiştir. Tüm örneklerde 4 yağ asidi (palmitik, stearik, oleik ve linoleik) belirlenmiştir. Bu bulgular önceki çalışmalarımızın sonuçlarıyla benzerdir [5, 15]. Bir çalışmada, greyfurt çekirdek yağında palmitik, stearik, oleik ve linoleik asitler baskın yağ asitleri olarak belirlenmiş buna ek olarak daha düşük oranlarda laurik, miristik, linolenik asit gibi yağ asitleri de görülmüştür [20]. Meyvenin türüne ve yetiştirme koşullarına bağlı olarak bu tarz farklılıkların olması beklenen bir durumdur. Her iki muameleden sonra da toplam doymamış yağ asitlerinde bir miktar düşüş olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç yukarıdaki sabunlaşma sayısı sonuçlarını da açıklamaktadır. Her iki muameleden sonra örneklerde nisbi olarak linoleik asit oranında düşüş, stearik asit oranında ise artış gerçekleşmiştir. Temelde, burada yapılan yıkama ve ekstraksiyon işlemlerinin yağda izomer oluşumu gibi bir etki yapması beklenmezken, bu farklılığın farklı yağ asitlerinin çözeltiye geçişinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Muamelelerden sonra, yağlardaki tokoferol içeriğinin istatistiksel olarak önemli oranda azaldığı görülmüştür (Tablo 4). Kontrol örneğindeki toplam 282 mg/kg tokoferol, kostik yıkamayla 215.5 mg/kg'a ve etanolle ekstraksiyon işleminden sonra ise 100.2 mg/kg değerine kadar düşmüştür. Tokoferollerin çözeltiye geçerek

yağdan ayrıldığı düşünülmektedir. Özellikle ana bileşen olan  $\alpha$ -tokoferolde bu geçişin oldukça belirgin olduğu anlaşılmaktadır. Yıkama ve ekstraksiyon işlemlerinde bu beklenen bir durumdur, ancak yağ stabilitesi ve besin kalitesi açısından istenmeyen bir sonuçtur. Acılık giderme işleminden sonra yağın tokol bileşenleriyle zenginleştirilmesi önerilmektedir. Aynı yağdan acılığı gidermek için laboratuvarımızda daha önce yapılmış olan farklı adsorpsiyon deneylerinde de benzer sonuçlar gözlenmiştir [11, 15].

Fitosterollerde ölçülen düşüş oranları ise oldukça ciddi boyutlardadır (Tablo 4). Kontrol örneğinde 192.1 mg/100 g sterol belirlenmiş olup, kostik yıkama ile bu miktar 35.3 mg/100g ve etanolle ekstraksiyonla da 8.1 mg/100g değerine kadar azalmıştır. Fitosterollerin çözeltiye geçtiği anlaşılmaktadır. Benzer muamelelerde ve yağ rafinasyonunda da benzer sonuçların olduğu bilinen bir gerçektir. Yağın besin değeri açısından bu durum da istenmeyen bir sonuçtur. Acılık giderme işleminden sonra yağ fitosterollerce zenginleştirilebilir.

Zeytinyağından acılığın giderilmesiyle ilgili bir çalışmada, sıvı-sıvı ekstraksiyonuyla fenolikler uzaklaştırılırken tokoferol gibi önemli bileşenlerin miktarının değişmediği, fizikokimyasal özelliklerin korunduğu görülmüştür [19]. Çalışmamızda kullandığımız teknikler modifiye edilerek belirtilen kayıplar azaltılabilir.

Tablo 4. Kontrol ve muamele edilmiş yağların yağ asidi, tokoferol ve sterol bileşimleri\*

Table 4. Fatty acid, tocopherol and sterol compositions of control and treated oils\*

	Kontrol	Kostik yıkama Deneme2	Etanolle ekstraksiyon Deneme2
<b>Yağ asidi (%)</b>			
Palmitik	33.9±0.7 <sup>a</sup>	34.4±3.2 <sup>a</sup>	35.4±1.2 <sup>a</sup>
Stearik	1.8±0.1 <sup>b</sup>	3.3±0.3 <sup>a</sup>	3.3±0.0 <sup>a</sup>
Oleik	27.0±0.6 <sup>a</sup>	27.1±0.6 <sup>a</sup>	27.1±0.8 <sup>a</sup>
Linoleik	37.1±1.7 <sup>a</sup>	35.1±2.3 <sup>b</sup>	34.2±0.1 <sup>b</sup>
Σ Doymuş	35.7 <sup>c</sup>	37.7 <sup>b</sup>	38.7 <sup>a</sup>
Σ Doymamış	64.1 <sup>a</sup>	62.2 <sup>b</sup>	61.3 <sup>c</sup>
<b>Tokoferol (mg/kg yağ)</b>			
α-Tokoferol	225.7±8.4 <sup>a</sup>	166.2±1.1 <sup>b</sup>	74.5±5.7 <sup>c</sup>
β-Tokoferol	20.8±2.8 <sup>a</sup>	19.0±2.2 <sup>a</sup>	11.4±1.4 <sup>b</sup>
γ-Tokoferol	8.2±0.4 <sup>a</sup>	8.0±0.6 <sup>a</sup>	7.6±0.9 <sup>ab</sup>
δ-Tokoferol	27.3±3.8 <sup>a</sup>	22.3±4.7 <sup>b</sup>	6.7±0.0 <sup>c</sup>
Σ Tokoferol	282.0 <sup>a</sup>	215.5 <sup>b</sup>	100.2 <sup>c</sup>
<b>Fitosterol (mg/100 g yağ)</b>			
Kolesterol	2.7±0.6 <sup>b</sup>	5.3±0.4 <sup>a</sup>	2.3±0.08 <sup>b</sup>
Kampesterol	5.4±0.3 <sup>a</sup>	1.4±0.09 <sup>b</sup>	0.7±0.05 <sup>c</sup>
Stigmasterol	1.9±0.6 <sup>a</sup>	0.4±0.06 <sup>b</sup>	0.3±0.1 <sup>b</sup>
Brassikasterol	23.7±0.5 <sup>a</sup>	3.8±0.3 <sup>b</sup>	0.5±0.02 <sup>c</sup>
β-Sitosterol	158.4±4.5 <sup>a</sup>	24.4±1.6 <sup>b</sup>	4.3±0.1 <sup>c</sup>
Σ Sterol	192.1 <sup>a</sup>	35.3 <sup>b</sup>	8.1 <sup>c</sup>

\*: Aynı satırda farklı küçük harflerle gösterilen örnekler istatistik olarak birbirlerinde farklıdır (p<0.05).

\*: Small letters in the columns indicate the statistically significant differences (p<0.05).

### Kontrol ve Muamele Edilen Örneklerin Flavonoid Bileşimi

Yağ örneklerinde 6 turunçgil flavonoidi tespit edilmiş ve sonuçlar Tablo 5'te sunulmuştur. Daha önce greyluft çekirdek yağıyla yaptığımız çalışmalarda da bu 6 flavonoid ve ayrıca rutin ölçülmüştür, ancak miktarlar arasında bazı farklılıklar da görülmüştür [5, 11, 15]. Farklı çalışmalarda farklı tür greyluft çekirdekleri kullanıldığı ve farklı yılların hasat ürünü oldukları için bazı farklılıkların oluşması beklenen bir durumdur. Belirlenen flavonoidlerden sadece narinjin ve neohesperidin'in acı olduğu diğerlerinin ise acı olmadığı bildirilmiştir. Ayrıca bu çalışmada analiz edilmemiş olmasına rağmen turunçgil limonoidlerinden limonin ve nomilin'in de acı olduğu bildirilmiştir [12, 14]. Tüm turunçgil flavonoidlerinin önemli biyo-aktivite özelliklerinin ve olumlu sağlık etkilerinin olduğu da literatürde bildirilmiştir [9, 10]. Dolayısıyla hangi

muamele yapılırsa yapılsın, seçici olarak acılığa sahip flavonoidlerin ve limonoidlerin uzaklaştırılması, acılığı olmayan diğer çok sayıda bileşenin ise yağda kalması arzu edilmektedir. Bu durum halen açık bir araştırma konusu olarak bulunmaktadır. Her iki muamele sonucunda da narinjin konsantrasyonunda önemli düşüşler görülmüş, ancak tamamı uzaklaştırılmamıştır. Bu bileşen acı olduğu için oluşan kayıp olumlu olarak değerlendirilmiştir. Acılığı olmayan narinjeninde ise çok ciddi azalmalar oluşmuş ve etanolle ekstraksiyon ile tamamı alkol fazına geçirilebilmiştir. Hesperidin de acı değildir ve her iki muameleyle de tamamı yağdan uzaklaştırılmıştır. Benzer durum acı olan neohesperidin için de gözlenmiştir (Tablo 5). Kaempferol ve eriositrin bileşenlerinde de muameleler ile bir miktar düşüşler oluşmuş ancak tamamı uzaklaştırılmamıştır. Bu iki muamelenin neohesperidin'in tamamını ve narinjinin büyük bölümünü yağdan uzaklaştırarak acılığı düşürdüğü anlaşılmaktadır.

Tablo 5. Kontrol ve muamele edilmiş yağların fenolik kompozisyonu (mg/kg)\*

Table 5. Phenolic composition of control and treated oils (mg/kg)\*

	Narinjin	Narinjenin	Hesperidin	Neohesperidin	Kaempferol	Eriositrin
Kontrol	102.6±7.8 <sup>a</sup>	79.1±3.8 <sup>a</sup>	31.04±0.2 <sup>a</sup>	148.3±9.4 <sup>a</sup>	89.3±6.4 <sup>a</sup>	53.2±5.2 <sup>a</sup>
Kostik Yıkama Deneme2	74.8±4.7 <sup>b</sup>	33.2±1.9 <sup>b</sup>	T.e.	T.e.	23.6±8.0 <sup>b</sup>	32.3±2.1 <sup>c</sup>
Etanolle Ekstraksiyon Deneme2	32.3±1.0 <sup>c</sup>	T.e.	T.e.	T.e.	13.9±5.8 <sup>c</sup>	40.6±3.4 <sup>b</sup>

\*: Aynı sütunda farklı küçük harflerle gösterilen örnekler istatistik olarak birbirlerinde farklıdır (p<0.05). T.e.: Tespit edilemedi.

\*: Small letters in the columns indicate the statistically significant differences (p<0.05). T.e.: not determined

### Kontrol ve Muamele Edilen Örneklerin Duyusal Tanımlama Testi Sonuçları

Eğitilmiş panel tarafından yağ örneklerine yapılan duyusal tanımlama testi sonuçları Tablo 6'da sunulmuştur. 'Çiğ sebze' değeri muameleler ile önemli düzeyde azalmış, özellikle etanolle ekstraksiyon işlemiyle değer 1.8 skoruna inmiştir. Kontrol örneğinde

5.2 olan skor, kostik yıkama ile 2.4 değerine düşmüştür. Bu lezzet terimi panel tarafından olumsuz bir özellik olarak açıklanmış ve muameleler ile azaltılması olumlu bir sonuç olarak ortaya konmuştur. 'Saman' skorunda sadece kostik yıkama ile önemli bir düşüş görülmüştür. En belirgin ve önemli duyusal özellik olan ve bu çalışmanın temel hedefi olarak azaltılması planlanan 'acılık' kontrol örneğinde 9.8 gibi yüksek bir değerde



iken, kostik yıkama ile 5.4 ve etanolle ekstraksiyon ile de 1.4 gibi çok düşük değerlere azaltılmıştır. Özellikle etanolle ekstraksiyonun başarılı sonuç verdiği görülmektedir. Ancak acılığın halen tamamen giderilmediği de ortadadır. Yemeklik yağlarda yine olumsuz bir özellik olarak bulunabilen 'burukluk' değerleri de muamelelerle önemli oranda azaltılmış ve yine etanolle ekstraksiyon işleminin daha başarılı sonuç verdiği görülmüştür. Ağızda hissedilen serinlik hissiyle belli olan mentol teriminde ise kostik yıkamanın etkili

olmadığı, ancak etanolle ekstraksiyon muamelesinin kısmen başarılı olduğu anlaşılmıştır. Acılık ve burukluk sonuçlarına paralel bir şekilde 'gırtlak yakıcılık' değerlerinde de özellikle etanolle ekstraksiyon muamelesinden sonra önemli azalmalar ölçülmüştür. Sonuç olarak, olumsuz nitelikler olan acılık, burukluk, gırtlak yakıcılık ve mentol duyuşal özelliklerinin özellikle etanolle ekstraksiyon muamelesiyle oldukça başarılı bir şekilde azaltıldığı, kostik yıkamanın ise daha az oranda başarı sağladığı görülmüştür.

Tablo 6. Kontrol ve muamele edilmiş yağların tanımlayıcı duyuşal analiz sonuçları\*

Table 6. Descriptive sensory analysis results of control and treated oils\*

	Çiğ sebze	Saman	Acılık	Buruk	Mentol	Gırtlak yakıcılık
Kontrol	5.2±2.3 <sup>a</sup>	2.8±2.1 <sup>a</sup>	9.8±0.4 <sup>a</sup>	6.2±2.1 <sup>a</sup>	3.2±2.3 <sup>a</sup>	8.8±0.7 <sup>a</sup>
Kostik yıkama Deneme2	2.4±1.4 <sup>b</sup>	1.2±1.1 <sup>b</sup>	5.4±1.5 <sup>b</sup>	3.2±1.6 <sup>b</sup>	3.4±1.5 <sup>a</sup>	4.8±1.3 <sup>b</sup>
Etanolle ekstraksiyon Deneme2	1.8±0.7 <sup>c</sup>	2.6±0.9 <sup>a</sup>	1.4±0.5 <sup>c</sup>	1.8±1.6 <sup>c</sup>	1.4±0.9 <sup>b</sup>	2.4±1.2 <sup>c</sup>

: Aynı sütunda farklı küçük harflerle gösterilen örnekler istatistik olarak birbirlerinde farklıdır (p<0.05).

\*: Small letters in the columns indicate the statistically significant differences (p<0.05).

## SONUÇ

Soğuk pres yöntemiyle üretilmiş greyluft çekirdek yağından acılığın uzaklaştırılması amacıyla yapılan bu araştırmada, iki muamele (kostik yıkama ve etanolle ekstraksiyon) ve belli işlem parametreleri seçilmiş ve örneklerle uygulandıktan sonra, yağın bazı fiziko-kimyasal, bileşim ve duyuşal analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular özellikle etanolle ekstraksiyon muamelesiyle yağdan acılık bileşenlerinin uzaklaştırılabildiğini ve duyuşal acılık skorunun önemli derecede düşürüldüğünü göstermiştir. Ancak bu muameleler aynı zamanda yağdan bazı faydalı bileşenlerin de (tokoferol, sterol gibi) kaybolmasına neden olmuştur. Etil alkolle ekstraksiyon işleminin kazanımı ve kayıplarıyla beraber toplam bir değerlendirilmesi bu işlemin pratik uygulaması için önerilebilir. Ayrıca işlem maliyeti de hesaba katılmalıdır. Bu bilimsel çalışmanın sonuçları bu alanda benzer diğer çalışmalar için de bir kapı aralamaktadır.

## KAYNAKLAR

- [1] Galanakis, C.M. (2012). Recovery of high added-value components from food wastes: conventional, emerging technologies and commercialized applications. *Trends in Food Science & Technology*, 26, 68-87.
- [2] Anonim (2012). Türk Gıda Kodeksi Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği (Tebliğ No: 2012/29). Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı, Resmî Gazete, Ankara.
- [3] Bachman, J. (2001). Small-scale oilseed processing-value added and processing guide. *ATTRA*, 1-24.
- [4] Williams, M.A. (2005). Obtaining Oils and Fats from Source Material. In *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, Edited by Y.H. Hui, Wiley, New York, 1156p.
- [5] Yılmaz, E., Aydeniz Güneser, B., Ok, S. (2019). Valorization of grapefruit seeds: cold press oil production. *Waste and Biomass Valorization*, 10, 2713-2724.
- [6] Malacrida, C.R., Kimura, M., Jorge, N. (2012). Phytochemicals and antioxidant activity of citrus seed oils. *Food Science and Technology Research*, 18, 399-404.
- [7] Meilgaard, M., Civille, G.V., Carr, B.T. (1991). *Sensory Evaluation Techniques*. CRC Press, Boca Raton, FL, 416p.
- [8] Upadhyaya, J., Singh, N., Bhullar, R., Chelikani, P. (2017). Biochemistry of Human Bitter Taste Receptors. In *Bitterness: Perception, Chemistry and Food Processing*, Edited by M. Aliani, M.N.A. Eskin, John Wiley & Sons Inc., NJ.
- [9] Gao, Z., Gao, W., Zeng, S-L., Li, P., Liu, E-H. (2018). Chemical structures, bioactivities and molecular mechanisms of citrus polymethoxyflavones. *Journal of Functional Foods*, 40, 498-509.
- [10] Mahato, N., Sharma, K., Sinha, M., Cho, M.H. (2018). Citrus waste derived nutraceuticals for health benefits: Current trends and future perspectives. *Journal of Functional Foods*, 40, 307-316.
- [11] Aydeniz Güneser, B., Yılmaz, E. (2018). Bitterness reduction of cold pressed grapefruit seed oil by adsorbent treatment. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 120, 1700308-1700316.
- [12] Belitz, H.D., Grosch, W., Schieberle, P. (2009). *Food Chemistry*. Springer, New York, ABD.
- [13] Benavente-Garcia, O., Castillo, J., Marin, F.R., Ortuno, A., Del Rio, J.A. (1997). Uses and properties of citrus flavonoids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(12), 4505-4515.
- [14] Hoehn, X., Baumgartner, X. (2017). Fruits and Vegetables. In *Bitterness: Perception, Chemistry and Food Processing*, Edited by M. Aliani, M.N.A. Eskin, John Wiley & Sons Inc., NJ.
- [15] Yılmaz, E., Ege, Z.Ş. (2020). Debitting of cold pressed grapefruit seed oil by metal-organic framework adsorbents. *Journal of Food Processing and Preservation*, 44, e14390-e14401.

- [16] AOCS (1998). Official Methods and Recommended Practices Vol I and II. American Oil Chemists' Society, Urbana-Champaign, IL.
- [17] ISO (2000). International Standards Official Methods. Animal and Vegetable Fats and Oils—Determination of Unsaponifiable Matter-Method Using Diethyl Ether Extraction. International Organisation for Standardisation, Geneva.
- [18] Minitab (2010). Minitab Statistical Software (Version 16.1.1). Minitab Inc., State College, PA.
- [19] Abenzoza, M., Raso, J., Oria, R., Sanchez-Gimeno, A.C. (2015). Debittering olive oil by liquid–liquid extraction: Kinetics and the effect on the quality of Arbequina olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 118, 1243-1249.
- [20] Waheed, A., Mahmud, S., Saleem, M., Ahmad, T. (2009). Fatty acid composition of neutral lipid: Classes of Citrus seed oil. *Journal of Saudi Chemical Society*, 13, 269-272.
-