



# Kapalı devre sirkülasyonlu ohmik ısıtma ve kesikli ultrason destekli ekstraksiyon kullanılarak kahve atıklarının değerlendirilmesi: Fenolik bileşiklerin geri kazanımı ve antioksidan aktivite potansiyelinin incelenmesi

## Valorization of spent coffee grounds using circulating ohmic heating and batch ultrasound-assisted extraction: Recovery of phenolic compounds and assessment of antioxidant activity potential

Erkan Karacabey<sup>1</sup> , Yelizcan Turgut<sup>2,\*</sup> , Ayşe Özçelik<sup>3</sup> , Sebahattin Serhat Turgut<sup>4</sup> 

<sup>1,2,3,4</sup> Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye

<sup>2</sup> Isparta İl Tarım ve Orman Müdürlüğü, Gıda ve Yem Şubesi, Isparta, Türkiye

### Öz

Kahve, dünya genelinde en yaygın tüketilen içeceklerden biri olmasının yanı sıra önemli bir ticari emtiadır. Artan kahve tüketimi, üretim sürecinde biyoaktif bileşikler açısından zengin büyük miktarda atığın oluşmasına neden olmaktadır. Bu çalışmada, kahve atıklarının fenolik bileşiklerin geri kazanımı amacıyla ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon (ODE) ve ultrason destekli ekstraksiyon (UDE) yöntemleri kullanılarak değerlendirilmesi incelenmiş; karşılaştırma amacıyla geleneksel katı-sıvı ekstraksiyonu (KSE) referans olarak alınmıştır. Kontrollü koşullar altında elde edilen ekstraktlarda toplam fenolik madde (TF) içeriği ile DPPH ve ABTS antioksidan aktiviteleri belirlenmiştir. Tüm ekstraksiyonlar, %50 (v/v) metanol çözeltisi kullanılarak 60°C'de 30 dakika süreyle ve 1:20 katı:sıvı oranında gerçekleştirilmiştir. ODE uygulamalarında 200 V potansiyel fark uygulanmış, konvektif kütle aktarımının etkisini değerlendirmek amacıyla çözücü 5 L/dk debide sirküle edilmiştir. Kapalı devre çalışma için geliştirilen kartuş sisteminin ekstraksiyon verimliliğine etkisi de incelenmiştir. En yüksek TF geri kazanımı metanol kullanılan ODE ile elde edilirken, en yüksek ABTS aktivitesi metanol bazlı UDE'de gözlenmiştir. Çözücü sirkülasyonu ekstraksiyon verimini artırmış, kartuş kullanımı ise kütle aktarımını sınırlandırmıştır. Sonuçlar, ODE ve UDE yöntemlerinin kahve atıklarının katma değeri yüksek doğal antioksidan kaynaklarına dönüştürülmesinde etkili yaklaşımlar olduğunu göstermektedir.

**Anahtar kelimeler:** Fenolik madde, Antioksidan kapasite, Joule ısıtma, Geri dönüşüm, Gıda atıkları

### 1 Giriş

Günümüzde en çok tüketilen içecekler arasında yer alan kahve, Dünya'nın dört bir tarafında tüketilmektedir. Artan nüfus, sosyal ihtiyaçlar ve sosyal medya etkisiyle popülaritesi gittikçe artmaktadır. Kahve ayrıca petrolün ardından Dünya'da en çok ticareti yapılan ikinci emtia durumundadır [1]. Uluslararası Kahve Organizasyonu (ICO)

### Abstract

Coffee is one of the most widely consumed beverages worldwide and a major traded commodity. The increasing consumption of coffee has resulted in the generation of large amounts of waste rich in bioactive compounds. This study investigates the valorization of coffee waste for phenolic compound recovery using ohmic heating-assisted extraction (ODE) and ultrasound-assisted extraction (UDE), with conventional solid-liquid extraction (KSE) as a reference. Total phenolic content (TF) and antioxidant activities (DPPH and ABTS) were evaluated for extracts obtained under controlled conditions. All extractions were conducted at 60°C for 30 min using a 50% (v/v) methanol solution and a solid-to-liquid ratio of 1:20. ODE was performed by applying a potential difference of 200 V, and solvent circulation (5 L/min) was used to assess convective mass transfer effects. A cartridge system was developed for closed-loop operation and its impact on extraction efficiency was examined. The highest TF recovery was achieved using methanol-based ODE, while methanol-based UDE exhibited the highest ABTS activity. Solvent circulation enhanced extraction efficiency, whereas cartridge use limited mass transfer. Overall, ODE and UDE proved to be effective approaches for converting coffee waste into value-added natural antioxidant sources.

**Keywords:** Phenolic compounds, Antioxidant capacity, Joule heating, Recycling, Food waste

verilerine göre 2022 yılında küresel olarak yılda 10.7 milyon ton kahve tüketimi gerçekleşmiştir [2]. 2024 yılı verilerine göre yaklaşık 269 milyar Amerikan doları olan pazarın ekonomik büyüklüğünün, 2030 yılına kadar yıllık %5.3 büyüme göstererek yaklaşık 370 milyar Amerikan doları seviyesine ulaşması öngörülmektedir [3]. Kahve pazarındaki bu artış, üretim ve tüketim süreçlerinde ortaya çıkan ve

\* Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: yelizcan.turgut@tarimorman.gov.tr (Y.Turgut)

Geliş / Received: 28.01.2026 Kabul / Accepted: 02.03.2026 Yayınlanma / Published: 04.06.2026

doi: 10.28948/ngumuh.1873899

çevresel sorunlara yol açabileceği bilinen başta kahve atığının miktarlarında da önemli artışa neden olmaktadır. Yaklaşık 1 ton yeşil kahve çekirdeğinin işlenmesi ve tüketicilere ulaşması sürecinde yaklaşık 650 kg kahve atığı oluşmaktadır. Yıllık süreçte değerlendirildiğinde bu miktar yaklaşık 6 milyon ton atığa denk gelmektedir [4].

Ortaya çıkan çok miktardaki kahve atığının değerlendirilmeden çöpe gönderilmesi, çöp depolama alanlarının dolmasına ve çevresel kirliliğine sebep olmaktadır [5]. Halbuki kahve atıkları, besin içeriği ve biyoaktif bileşenlerce zengin ve değerlendirildikleri takdirde yüksek katma değerli yan ürünler elde edilebilecek maddelerdir [6]. İlgili bilimsel kaynaklarda kahve atıklarının biyoyakıt üretimi, kompost malzemesi, hayvan yemi, tekstil ve gıda sanayi gibi farklı alanlarda güvenli bir şekilde değerlendirilmesine yönelik çalışmalar mevcuttur [7-9]. Örneğin, Arabica ve Robusta kahve çekirdekleri karışımından elde edilen kahve atığının besinsel değerleri analiz edilmiş ve kül miktarının %1.3 oranında tespit edilerek ve yüksek miktarda potasyum varlığı rapor edilmiştir [10]. Ayrıca kahve atığının doğal diyet lifi olarak kullanılabilmesi belirtilmiştir [11]. Kahve atığı %43 oranında lif içermektedir. Bunun %8'i çözünmeyen diyet lifidir [12]. Kahve atığının gıda ürünlerinde katkı maddesi olarak kullanımı da mümkündür. Yüksek polifenol (klorojenik asit, flavonoidler vb.), lizin, kafein, melanoid, karbonhidrat ve organik asit içeriği sayesinde gıda ürünlerinde antimikrobiyel, antioksidan olarak kullanılabilir [7, 8, 13]. Kahve atıkları fırıncılık ürünlerinde ürünün duyu ve tekstürel özelliklerine zarar vermeden toplam fenolik bileşen ve diyet lif miktarını artırmak amacıyla kullanılabilmesi tespit edilmiştir [14]. Başka bir çalışmada kahve atığı proteinlerinin fonksiyonel özellikleri sayesinde gıda ürünlerinde bitkisel protein kaynağı olabileceği gösterilmiştir [15].

Kahve atıkları, özellikle bünyesinde barındırdığı klorojenik asit türevleri nedeniyle, gıda endüstrisinin yanı sıra farmasötik endüstrilerde büyük potansiyel taşımaktadır [16, 17]. Fenolik bileşikler; antioksidan, antimikrobiyal, antiinflamatuar ve antimutajenik etkileri nedeniyle fonksiyonel gıdalarda ve nutrasötik ürün geliştirme çalışmalarında oldukça önemlidir [18]. Arabica ve Robusta türü kahve atıkları üzerine yapılan bir çalışmada, Robusta türünün daha yüksek fenolik madde içerdiğini, genel anlamda kahve atığının içerdiği ve yüksek antioksidan kapasitesinin yüksek antiproliferatif aktivite sağladığı tespit edilmiştir. Böylece hücrelerin kontrolsüz çoğalmasını engelleyerek kanser ve tümör oluşumunu azaltıcı etkisi olabileceği vurgulanmıştır [16]. Dolayısıyla, yüksek fenolik içeriğe sahip kahve atıklarının değerlendirilmesi hem gıda ve farmasötik endüstrileri gibi farklı sektörlerde önemli ekonomik fırsatlar sunmakta hem de atık yönetimi ve çevrenin korunması amacıyla önem arz etmektedir.

Kahve atıklarından yüksek katma değerli bileşenlerin geri kazanımı amacıyla farklı katı-sıvı ekstraksiyon yöntemleri tercih edilmektedir. Bunlar arasından geleneksel katı-sıvı ekstraksiyonu (KSE) uzun işlem süreleri, düşük seçicilik ve genellikle uygulanan yüksek sıcaklık gereksinimi nedeniyle ısıya duyarlı bileşiklerde görülen bozunma gibi önemli

sınırlılıklara sahiptir [19, 20]. Bu nedenle son yıllarda ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon (ODE), ultrason destekli ekstraksiyon (UDE) ve mikrodalga destekli ekstraksiyon gibi yenilikçi ve çevreci yöntemlerin kullanımı artmıştır [21]. Söz konusu yenilikçi yöntemler farklı etki mekanizmaları ile hücre duvarını mekanik veya termal etkilerle tahrip ederek, kütle transferini artırmakta ve KSE'ye kıyasla daha kısa sürelerde yüksek biyoaktif bileşen kazanımı sağlamaktadır [22, 23].

Bu yenilikçi tekniklerden biri olan ODE, gıdaların elektriksel direnci üzerinden doğrudan ısıtılması prensibine dayanan hacimsel bir ısıtma yöntemidir. Uygulandığı ortamda homojen ve hızlı ısı transferi sağlamaktadır [24]. Bu yöntemin ekstraksiyon amacıyla kullanılırken sağladığı en önemli avantajlarından biri elektrik alan etkisi ile hücre zarında elektroporasyon meydana getirerek ekstraksiyonu hedeflenen bileşenlerin ekstraksiyon solventine daha hızlı geçişini sağlaması ve ekstraksiyon prosesinin etkinliğini artırmasıdır [25]. Ayrıca ohmik ısıtma, enerji verimliliği yüksek, işlem süresi kısa ve çevre dostu bir yöntem olarak sürdürülebilir ekstraksiyon teknolojileri arasında önemli bir yere sahiptir [26-28].

Diğer bir yenilikçi yöntem olan UDE ise ultrasonik dalgaların tetiklediği ile kavitasyon etkisiyle ekstraksiyonu gerçekleştirilecek maddenin hücre duvarının parçalanması ve çözgen penetrasyonunun artması yoluyla ve kütle aktarımının iyileştirilmesini sağlamaktadır. Böylece hem ekstraksiyon verimi artmakta hem de termal bozulmaya hassas bileşikler korunabilmektedir [20, 29].

Özetle, ODE ve UDE yöntemleri daha kısa işlem süreleri, daha düşük çözücü kullanımı, daha az enerji tüketimi ve genellikle daha yüksek ekstraksiyon verimleri ile biyoaktif bileşiklerin geri kazanımında öne çıkan yenilikçi yaklaşımlar olarak değerlendirilmektedir. Bu yönelim, hem çevresel sürdürülebilirlik hem de ekonomik verimlilik açısından önemli avantajlar sunmaktadır [30-32]. Ancak gerçekleştirilen literatür taraması esnasında, ODE ve UDE yöntemlerinin kahve atıklarından fenolik bileşiklerin geri kazanımı ve elde edilen ekstraktların antioksidan kapasiteleri üzerindeki etkinliklerini doğrudan ve sistematik biçimde karşılaştıran bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bununla birlikte, erişilebilir kaynaklarda söz konusu yöntemlerin çoğunlukla klasik proses konfigürasyonları ile uygulandığı gözlenmiş olup; özellikle ODE prosesinde ekstraksiyon verimini artırmaya yönelik solvent sirkülasyonu ve kartuş bazlı uygulamalar gibi proses iyileştirme yaklaşımlarına rastlanmamıştır.

Bu nedenle çalışma kapsamında, kahve atıklarının fonksiyonel bileşen geri kazanımı amacıyla yenilikçi ekstraksiyon teknolojileri arasında yer alan ODE ve UDE yöntemlerinin etkinlikleri sistematik olarak karşılaştırılmıştır. Bu doğrultuda, farklı çözücü türleri ve proses koşulları altında elde edilen ekstraktların toplam fenolik madde (TF) ve antioksidan kapasiteleri (DPPH ve ABTS) değerlendirilmiştir. Sonuçlar geleneksel KSE ile kıyaslanmıştır. Ayrıca, ODE prosesinde ekstraksiyon verimliliğini artırmaya yönelik olarak kapalı devre solvent sirkülasyonu ve kartuş bazlı bir sistem tasarlanmış ve bu

konfigürasyonların kütle transferi ve fenolik bileşik geri kazanımı üzerindeki etkileri incelenmiştir.

## 2 Materyal ve metod

### 2.1 Materyal ve örnek hazırlama

Çalışmada materyal olarak, filtre ve espresso yöntemiyle kahve hazırlanması sonrasında oluşan kullanılmış kahve atıkları değerlendirilmiştir. Kahve atıkları, Isparta ilinde faaliyet gösteren üç farklı anlaşmalı geleneksel (ikinci nesil) kafe işletmesinden temin edilmiş ve kahve üretiminden sonraki 2 saat içerisinde laboratuvara ulaştırılmıştır. Elde edilen kahve atıkları, mikrobiyel bozulmayı önlemek amacıyla laboratuvara getirildikten sonra 45°C sıcaklıktaki hava sirkülasyonlu fırında (MKD-250, Mikrotest, Türkiye) kurutulmuştur. Kurutma işlemi sonrasında elde edilen tüm kuru kahve atıkları; çekirdeklerin yetiştirildiği bölge, kavrulma derecesi ve çekirdek çeşidi gibi faktörlerden kaynaklanabilecek farklılıkların analiz sonuçları üzerindeki etkisini en aza indirmek amacıyla homojen bir karışım elde edilecek şekilde harmanlanmıştır. Nihai kuru kahve atığı karışımının nem miktarı %14 olarak tespit edilmiştir. Kurutulmuş ve harmanlanmış kahve atıkları, aşağıda ayrıntıları verilen ekstraksiyon işlemleri gerçekleştirilinceye kadar kilitli polietilen torbalarda, -20°C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir.

### 2.2 Ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon yöntemi

Kahve atığı örneklerinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu amacıyla ohmik ısıtma destekli katı-sıvı ekstraksiyon yöntemi (ODE) kullanılmıştır. ODE uygulamalarında elektrik alanın sağlanması için laboratuvar ölçeğinde bir AC güç kaynağı (50–60 Hz, maksimum 10 A, 0–400 V) (Eraktek İnovasyon, Konya, Türkiye) kullanılmıştır. Ekstraksiyon işlemleri, politetrafloroetilen (PTFE) malzemeden imal edilmiş bir ekstraksiyon hücresinde gerçekleştirilmiş ve elektrik akımı, gıda uygulamalarına uygun titanyum elektrotlar aracılığıyla sisteme iletilmiştir (Şekil 1a). Sistem çalışma koşulları, literatür verileri ve ön denemeler doğrultusunda 200 V gerilim, 60°C sıcaklık (aç-kapa kontrollü termostat ile), 1:20 katı:sıvı oranı ve 30 dk ekstraksiyon süresi olarak belirlenmiştir [33]. Çözücü seçimi amacıyla etanol ve metanolün sulu çözeltileri (1:1, v/v) ile destile su karşılaştırılmış; daha yüksek polaritesi nedeniyle fenolik bileşiklerin geri kazanımında daha yüksek verim sağlayan metanolün sulu çözeltisi ve kıyaslama amacıyla destile su, devam eden ekstraksiyon işlemlerinde tercih edilmiştir [7, 34, 35]. Elektriksel iletkenliği artırmak ve ohmik ısıtma etkinliğini iyileştirmek amacıyla, ekstraksiyon solventleri %0.5 NaCl (w/v) içerek şekilde hazırlanmıştır. ODE sisteminde farklı proses konfigürasyonlarının etkisini değerlendirmek amacıyla ekstraksiyon işlemleri, solvent sirkülasyonu uygulanan (5 L/dk debide konvektif akışlı) ve sirkülasyon uygulanmayan koşullarda gerçekleştirilmiştir (Şekil 1b). Konvektif akışın sağlanması amacıyla fırçasız dalgiç pompa (QR30E, Qiaoran, Çin) kullanılmış ve sistem debisi deneysel olarak 5 L/dk'ya ayarlanmıştır. Ayrıca, kütle transferi üzerindeki etkileri incelemek amacıyla, filtre kağıdı kullanılarak hazırlanan kartuş sisteminin kullanıldığı ve

kullanılmadığı ekstraksiyon uygulamaları karşılaştırılmıştır (Şekil 1c). Konvektif akış koşullarında kartuşların konum stabilitesini sağlamak amacıyla, polilaktik asit (PLA) malzemeden üç boyutlu (3D) baskı yöntemiyle üretilmiş, iç ölçüleri 12×90×100 mm olan kartuş hazneleri kullanılmıştır (Şekil 1b). Kartuş kullanılmayan ekstraktlar, ekstraksiyon işlemi sonrasında kaba filtre kağıdı ile süzülmüştür. Elde edilen ekstraktlar, analizler gerçekleştirilinceye kadar -20°C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir.

### 2.3 Ultrason destekli ekstraksiyon

Ultrason destekli katı-sıvı ekstraksiyon (UDE) işlemleri, uygulanan voltaj ve çözücü sirkülasyonu dışında ODE ile aynı deneysel koşullar altında gerçekleştirilmiştir. UDE işlemlerinde sirkülasyon uygulanmamıştır. Buna göre ekstraksiyonlar; 60°C sıcaklıkta, 1:20 katı:sıvı oranında, ekstraksiyon solventi olarak metanol-su çözeltisi (1:1, v/v) ve destile su kullanılarak ve 30 dk süreyle yürütülmüştür. UDE uygulamaları, laboratuvar ölçekli bir ultrasonik su banyosu (621.05.006, Isolab, Wertheim, Almanya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kartuş uygulamasının ekstraksiyon verimliliği üzerindeki etkisini incelemek amacıyla, kahve atığı örnekleri filtre kağıdı kullanılarak hazırlanan kartuşlar içerisinde ve kartuş kullanılmadan olmak üzere iki farklı konfigürasyonda ekstrakte edilmiştir. Kartuş kullanılmayan ekstraktlar, ekstraksiyon işlemi sonrasında kaba filtre kağıdı ile süzülmüştür. Elde edilen ekstraktlar, analizler gerçekleştirilinceye kadar -20°C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir.

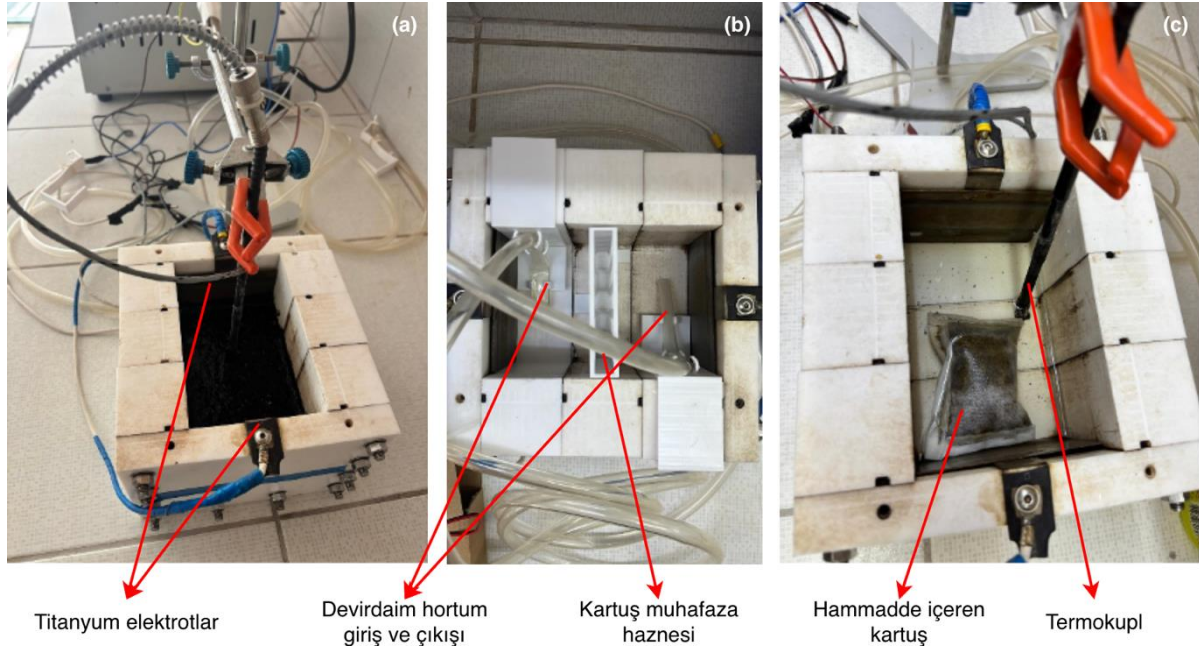
### 2.4 Geleneksel katı-sıvı ekstraksiyonu

ODE ve UDE yöntemlerinin etkinliklerini karşılaştırmak amacıyla, geleneksel katı-sıvı ekstraksiyon yöntemi (KSE) referans yöntem olarak uygulanmıştır. KSE uygulamalarında, kahve atığı örneklerinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu su banyosu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon işlemleri; diğer metotlarda uygulandığı gibi 60°C sıcaklıkta, 1:20 katı:sıvı oranında, çözücü olarak metanol-su çözeltisi (1:1, v/v) ve destile su kullanılarak ve 30 dk süreyle yürütülmüştür. Kartuş uygulamasının ekstraksiyon verimliliği üzerindeki etkisini değerlendirmek amacıyla, örnekler filtre kağıdı kullanılarak hazırlanan kartuşlar kullanılarak ve kullanılmayan koşullarda ayrı ayrı ekstrakte edilmiştir. Kartuş kullanılmayan ekstraktlar, ekstraksiyon işlemi sonrasında kaba filtre kağıdı ile süzülmüştür. Elde edilen ekstraktlar, analizler gerçekleştirilinceye kadar -20°C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir.

### 2.5 Toplam fenolik madde tayini

Örneklerdeki toplam fenolik madde (TF) miktarının belirlenmesinde Singleton ve Rossi [36] tarafından önerilen yöntem kullanılmıştır. Bu kapsamda, ekstraktlardan 40 µL alınarak üzerine 2.4 mL saf su eklenmiş ve vorteks ile homojenleştirilmiştir. Ardından karışıma 0.2 mL Folin-Ciocalteu reaktifi ilave edilerek tekrar karıştırılmıştır.

Takiben, sırasıyla 0.6 mL doymuş sodyum karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) çözeltisi ve 0.76 mL saf su eklenmiş; elde edilen karışım oda sıcaklığında ve karanlık ortamda 2 saat süreyle inkübasyona bırakılmıştır



**Şekil 1.** Kahve atıklarından fenolik bileşiklerin geri kazanımında kullanılan kapalı devre sirkülasyonlu ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon sistemi: (a) titanyum elektrotlar ve ekstraksiyon hücresi, (b) çözücü sirkülasyonu için devridaim hortumları ve kartuş muhafaza haznesi, (c) hammadde içeren kartuş ve sıcaklık kontrolü için yerleştirilen termokupl.

İnkübasyon süresinin ardından örneklerin absorpsan değerleri, 765 nm dalga boyunda bir UV/VIS spektrofotometrede (T70+ UV/VIS spectrophotometer, PG Instruments, İngiltere) ölçülmüştür. Örneklerin TF içeriği, gallik asit standart eğrisi kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar mg gallik asit eşdeğeri/g kuru madde (mg GAE/g KM) olarak ifade edilmiştir.

#### 2.6 DPPH antioksidan aktivite tayini

Ekstraktların kararlı DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) serbest radikalini indirgeme kapasitelerini belirlemeye dayanan DPPH analizi, kahve atığı fenolik ekstraktlarının antioksidan kapasitesinin belirlenmesi amacıyla Brand-Williams ve ark. [37] önerilen yöntem esas alınarak gerçekleştirilmiştir. Analizin ilk aşamasında, 0.0089 g DPPH reaktifi 50 mL metanol içerisinde çözümlenerek stok çözelti hazırlanmıştır. Analiz sırasında, antioksidan aktivitesi belirlenecek ekstraktlardan 40 µL alınarak 450 µL Tris-HCl tampon çözeltisi ile vortekslenmiştir. Ardından karışıma 800 µL metanol ve 200 µL DPPH stok çözeltisi ilave edilerek homojenleştirilmiştir. Hazırlanan karışım, reaksiyonun tamamlanması amacıyla oda sıcaklığında ve karanlık ortamda 30 dk süreyle inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon süresinin ardından örneklerin absorpsan değerleri, 515 nm dalga boyunda bir UV/VIS spektrofotometrede (T70+ UV/VIS spectrophotometer, PG Instruments, İngiltere) ölçülmüştür. DPPH radikal süpürme aktivitesi (inhibisyon, %), kontrol (kör) örneğin absorpsansı ( $A_0$ ) ile ekstraktın absorpsansı ( $A$ ) arasındaki farktan yararlanılarak hesaplanmıştır (Denklem (1)). Sonuçlar, Trolox standardı kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisi yardımıyla hesaplanan Trolox eşdeğeri olarak ifade edilmiştir.

olup, µmol Trolox eşdeğeri/g kuru madde (µmol TE/g KM) cinsinden sunulmuştur.

$$\text{Inhibisyon (\%)} = \left( \frac{A_0 - A}{A_0} \right) \times 100 \quad (1)$$

#### 2.7 ABTS antioksidan aktivite tayini

Ekstraktların ABTS<sup>+</sup> katyon radikalini (2,2'-Azino-bis(3-etilbenzotiyazolin-6-sülfonik asit)) nötrale etme kapasitesini belirlemeye yönelik olarak, Re ve ark. [38] tarafından tanımlanan spektrofotometrik yöntem kullanılmıştır. Bu amaçla, öncelikle 0.0384 g ABTS, 10 mL saf suda çözümlenerek ABTS<sup>+</sup> radikal stok çözeltisi hazırlanmıştır. Ayrıca 0.331 g potasyum persülfat 500 mL saf suda çözülerek, elde edilen ABTS stok çözeltisiyle eşit hacimlerde karıştırılmıştır. Karışım radikal oluşumunun sağlanması amacıyla oda sıcaklığında ve karanlık ortamda 16 saat süreyle inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon süresi sonunda elde edilen ABTS<sup>+</sup> stok çözeltisi, susuz etanol ile seyreltilerek 734 nm dalga boyunda ölçülen absorpsan değeri 0.70–0.90 aralığına ayarlanmış ve çalışma çözeltisi hazırlanmıştır. Analiz aşamasında, ekstraktlardan 10 µL alınarak üzerine 990 µL seyreltilmiş ABTS çalışma çözeltisi ilave edilmiştir. Karışımın absorpsan değeri 734 nm dalga boyunda, reaksiyonun başlangıcında (0. dakika,  $A_0$ ) ve 6. dakikada ( $A$ ) olmak üzere iki farklı zamanda ölçülmüştür. ABTS radikal süpürme aktivitesi (inhibisyon, %), Eşitlik 1 kullanılarak hesaplanmıştır. Sonuçlar, Trolox standardı kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisi yardımıyla hesaplanan Trolox eşdeğeri olarak ifade edilmiş ve µmol Trolox eşdeğeri/g kuru madde (µmol TE/g KM) cinsinden sunulmuştur.

## 2.8 İstatistiksel Analiz

Tüm deneyler iki tekrar halinde yürütülmüş ve her bir analiz üç paralel ölçümle gerçekleştirilmiştir. Elde edilen deneysel verilerin istatistiksel değerlendirilmesinde varyans analizi (ANOVA) kullanılmıştır. Bu kapsamda, her bir ekstraksiyon uygulamasına ait sonuçlar yöntemler arası karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Ortalamalar arasındaki istatistiksel olarak anlamlı farklılıkların belirlenmesi amacıyla Tukey çoklu karşılaştırma testi uygulanmış ve anlamlılık düzeyi  $p < 0.05$  olarak kabul edilmiştir. Tüm istatistiksel analizler, Minitab istatistik paket programı (versiyon 22.04) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

## 3 Bulgular ve tartışma

Bu çalışmada, kahve atıklarından fenolik bileşikler ve antioksidan kapasiteye sahip bileşenlerin ekstraksiyonu amacıyla üç farklı ekstraksiyon yöntemi (ODE, UDE ve KSE) test edilmiştir. Ekstraksiyon işlemlerinde etanol, metanol ve distile su olmak üzere farklı çözücülerin etkileri, kullanılan ekstraksiyon yöntemleri ile karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca, kartuş kullanımının ve ODE uygulamalarında çözücü sirkülasyonunun ekstraksiyon verimliliği üzerindeki etkileri de incelenmiştir. Uygulanan yöntemlerin, elde edilen ekstraktların TF içerikleri ile antioksidan kapasite göstergeleri olan DPPH ve ABTS değerleri üzerindeki etkileri çok yönlü olarak değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 1 ve Şekil 2'de sunulmuştur.

Çalışmada kullanılan üç farklı ekstraksiyon yöntemi, TF geri kazanımı açısından karşılaştırıldığında, yöntemler

arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar bulunduğu belirlenmiştir ( $p < 0.05$ ). ODE uygulamaları içerisinde, kartuş kullanılmadan ve çözücü olarak metanol tercih edilerek gerçekleştirilen ekstraksiyonun (ODE-M),  $17.37 \pm 0.87$  mg GAE/g KM değeri ile tüm yöntemler arasında en yüksek fenolik madde geri kazanımını sağladığı görülmektedir. Ohmik ısıtma uygulamalarının ekstraksiyon sürecine önemli katkılar sağladığı literatürde yaygın olarak bildirilmektedir. Elektrik alanına maruz kalan bitkisel materyalde, elektroporasyon etkisi sonucu hücre duvarı geçirgenliği artmakta; buna ek olarak ohmik ısıtma, hacimsel ve homojen bir ısınma sağlayarak kütle transferini desteklemektedir. Bu etkiler, fenolik bileşiklerin hücre matrisinden ekstraksiyon ortamına salınımını ve ardından çözücü içerisindeki difüzyonunu hızlandırarak ekstraksiyon veriminin artmasına katkı sağlamaktadır [22, 26, 39–42].

ODE yöntemi sonrasında en yüksek toplam fenolik madde (TF) içeriği, sırasıyla KSE-M ( $13.00 \pm 0.08$  mg GAE/g KM) ve UDE-M ( $12.02 \pm 0.35$  mg GAE/g KM) uygulamalarında elde edilmiştir. Bu iki yöntem arasında TF değerleri bakımından istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamaktadır ( $p \geq 0.05$ ). Ayrıca, UDE ve KSE yöntemleriyle elde edilen ekstraktlarda, kullanılan çözücülerden bağımsız olarak (UDE-M-K hariç), TF içeriği açısından belirgin bir farklılık gözlenmemiştir. Ultrason uygulamasında ortaya çıkan kavitasyon etkisinin, hücre duvarlarının parçalanmasını ve kütle transferinin hızlanmasını sağlayarak fenolik bileşiklerin çözücü ortama geçişini artırdığı bilinmektedir [29].

**Tablo 1.** Farklı ekstraksiyon yöntemleri, çözücü türleri, kartuş kullanımı ve solvent sirkülasyonu koşullarının kahve atıklarından elde edilen toplam fenolik madde (TF), DPPH ve ABTS antioksidan kapasiteleri üzerine etkisi

	TF (mg GAE/g KM) *	DPPH (mg TE/g KM) *	ABTS ( $\mu$ mol TE/g KM) *
<b>Ohmik Isıtma Destekli Katı Sıvı Ekstraksiyonu</b>			
ODE-E-K-⊙	$5.15 \pm 0.31$ <sup>f</sup>	$3.39 \pm 0.03$ <sup>abc</sup>	$13.71 \pm 8.09$ <sup>cd</sup>
ODE-M-K-⊙	$6.84 \pm 0.88$ <sup>c</sup>	$3.37 \pm 0.01$ <sup>abc</sup>	$10.40 \pm 6.89$ <sup>cd</sup>
ODE-S-K-⊙	$1.08 \pm 0.10$ <sup>hi</sup>	$2.02 \pm 0.04$ <sup>f</sup>	$10.39 \pm 7.55$ <sup>cd</sup>
ODE-M-K	$1.10 \pm 0.33$ <sup>hi</sup>	$2.80 \pm 0.56$ <sup>de</sup>	$3.66 \pm 0.82$ <sup>d</sup>
ODE-S-K	$0.21 \pm 0.10$ <sup>i</sup>	$0.77 \pm 0.27$ <sup>g</sup>	$2.66 \pm 0.25$ <sup>d</sup>
ODE-M	$17.37 \pm 0.87$ <sup>a</sup>	$2.45 \pm 0.22$ <sup>cf</sup>	$28.36 \pm 6.14$ <sup>c</sup>
ODE-S	$10.44 \pm 0.65$ <sup>c</sup>	$3.29 \pm 0.07$ <sup>abc</sup>	$29.43 \pm 4.93$ <sup>bc</sup>
<b>Ultrason Destekli Katı Sıvı Ekstraksiyonu</b>			
UDE-M-K	$2.87 \pm 0.42$ <sup>g</sup>	$3.56 \pm 0.02$ <sup>a</sup>	$8.04 \pm 3.14$ <sup>d</sup>
UDE-S-K	$0.65 \pm 0.20$ <sup>i</sup>	$2.31 \pm 0.18$ <sup>f</sup>	$6.01 \pm 1.10$ <sup>d</sup>
UDE-M	$12.02 \pm 0.35$ <sup>b</sup>	$2.89 \pm 0.25$ <sup>cdc</sup>	$48.12 \pm 6.40$ <sup>a</sup>
UDE-S	$8.87 \pm 0.34$ <sup>d</sup>	$2.58 \pm 0.24$ <sup>cf</sup>	$30.27 \pm 13.25$ <sup>bc</sup>
<b>Geleneksel Katı-Sıvı Ekstraksiyonu</b>			
KSE-M-K	$1.81 \pm 0.98$ <sup>h</sup>	$3.64 \pm 0.00$ <sup>a</sup>	$7.09 \pm 4.14$ <sup>d</sup>
KSE-S-K	$0.78 \pm 0.31$ <sup>i</sup>	$3.52 \pm 0.16$ <sup>ab</sup>	$7.06 \pm 2.96$ <sup>d</sup>
KSE-M	$13.00 \pm 0.08$ <sup>b</sup>	$3.11 \pm 0.14$ <sup>bcd</sup>	$42.15 \pm 12.70$ <sup>ab</sup>
KSE-S	$9.30 \pm 0.19$ <sup>d</sup>	$3.66 \pm 0.09$ <sup>a</sup>	$26.66 \pm 15.85$ <sup>c</sup>

- Tabloda sunulan değerler ortalama  $\pm$  standart sapma olarak ifade edilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar istatistiksel olarak anlamlı farklılık göstermektedir ( $p < 0.05$ ).

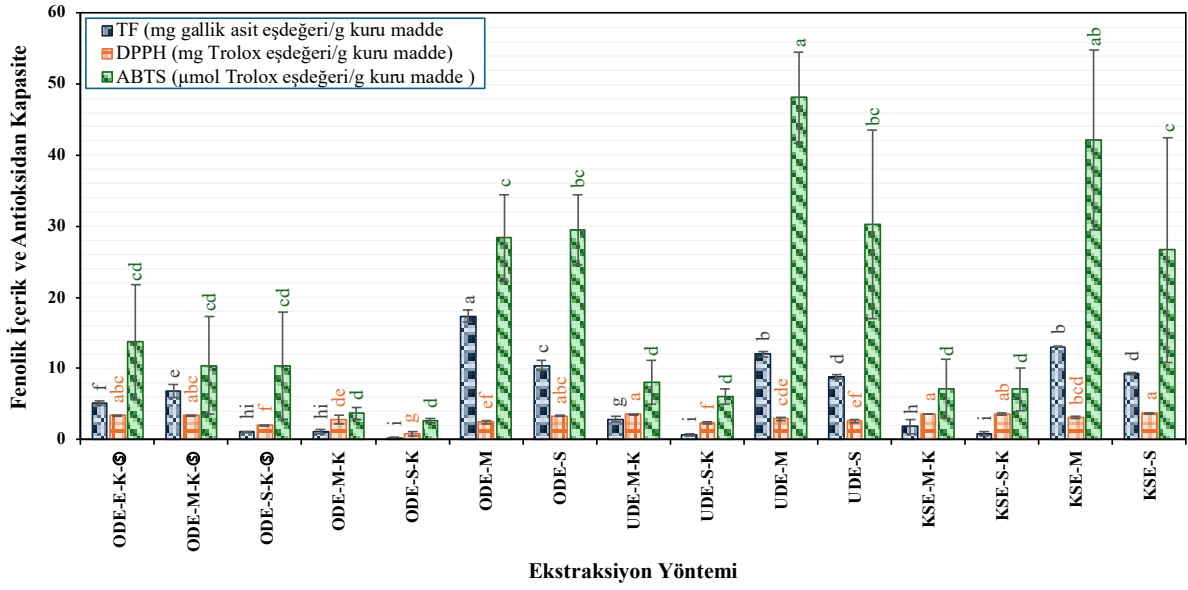
- Numune kodlaması dört bölümden oluşmaktadır. İlk kısım ekstraksiyon yöntemini ifade etmektedir: ODE, ohmik ısıtma destekli katı-sıvı ekstraksiyonu; UDE, ultrason destekli katı-sıvı ekstraksiyonu; KSE, geleneksel katı-sıvı ekstraksiyonunu göstermektedir.

- İkinci kısım kullanılan çözücü türünü belirtmektedir: M, metanol-su (1:1, v/v); E, etanol-su (1:1, v/v); S, distile su.

- Üçüncü kısım kartuş kullanım durumunu ifade etmektedir: K, filtre kağıdı kullanılarak hazırlanan kartuş ile ekstraksiyonun gerçekleştirildiğini; bu ibarenin bulunmaması kartuş kullanılmadan yapılan ekstraksiyonları göstermektedir.

- Son kısım ise solvent sirkülasyonu durumunu belirtmektedir: ⊙ ibaresi, ekstraksiyon işleminin solvent sirkülasyonu uygulanarak gerçekleştirildiğini; bu ibarenin bulunmaması sirkülasyon uygulanmayan koşulları ifade etmektedir.

\* Toplam fenolik madde (TF) sonuçları mg gallik asit eşdeğeri/g kuru madde (mg GAE/g KM), DPPH sonuçları mg Trolox eşdeğeri/g kuru madde (mg TE/g KM) ve ABTS sonuçları  $\mu$ mol Trolox eşdeğeri/g kuru madde ( $\mu$ mol TE/g KM) birimleri cinsinden verilmiştir.



**Şekil 2.** Farklı ekstraksiyon yöntemleri, çözücü türleri, kartuş kullanımı ve solvent sirkülasyonu koşullarının kahve atıklarından elde edilen toplam fenolik madde (TF) ve antioksidan yanıtlar (DPPH ve ABTS) üzerine etkisi (Veriler ortalama ve hata çubukları ile standart sapma olarak verilmiştir. Aynı analiz türü için farklı harflerle gösterilen sütunlar istatistiksel olarak anlamlı farklılık göstermektedir ( $p < 0.05$ ). Toplam fenolik madde sonuçları mg gallik asit eşdeğeri/g kuru madde (mg GAE/g KM), DPPH sonuçları mg Trolox eşdeğeri/g kuru madde (mg TE/g KM) ve ABTS sonuçları µmol Trolox eşdeğeri/g kuru madde (µmol TE/g KM) cinsinden ifade edilmiştir.)

Bu yönüyle ultrason mekanizması, ohmik ısıtmanın elektroporasyon temelli etkileriyle farklı yollar izlemekle birlikte, hüresel yapıları bozarak fenolik bileşiklerin salınımını kolaylaştırması bakımından benzer sonuçlar doğurmaktadır [29, 43]. Bu etki yalnızca TF içeriğini değil, aynı zamanda ABTS gibi antioksidan kapasite göstergelerinin artışı da desteklemektedir [43]

Ultrason uygulamasının sayılan pozitif etkilerine karşın, UDE ve KSE arasında TF miktarı açısından fark oluşmaması, her iki uygulamanın da 60°C gibi görece yüksek bir sıcaklıkta uygulanmış olmasından kaynaklanmış olabilir. Söz konusu sıcaklıkta hücre duvarlarını oluşturan polisakarit yapıdaki bileşikler yeterince gevşeyerek, ultrason etkisinin yeterli kadar görülmesi ile sonuçlanabilir [44, 45]. Benzer şekilde kullanılan kahve atıkları gerek kavurma işlemi esnasında gerekse kahve hazırlama esnasında yüksek sıcaklıklara maruz kalmaktadır. Bu işlemler kahve çekirdeğinde bulunan polisakaritlerin yapısını bozarak, hücre duvarlarının önemli ölçüde parçalanmasına sebep olmaktadır [46]. Sonuç olarak kahvede bulunan başta polisakaritler gibi bileşenlerin ekstraksiyon verimi artmaktadır [47]. Bu durum ultrasonun olumlu etkilerinin görülmesini engellemiş olabilir. Ek olarak çalışmada TF analizi amacıyla kullanılan Folin–Ciocalteu yöntemi, örnekte var olan fenolik fraksiyonlarla birlikte tüm indirgen bileşiklerin, toplam indirgeme kapasitesini ölçmektedir. Bu nedenle UDE ile ekstrakte edilen farklı fenolik fraksiyonlar, söz konusu yöntemle ayırt edilememiş olabilir [48]. Bu durumu destekler sonuçlar antioksidan aktivite sonuçlarında da gözlenmiştir. UDE ve KSE yöntemlerine ait ABTS sonuçları karşılıklı olarak değerlendirildiğinde, aralarında istatistiksel olarak önemli

bir fark bulunmamasıyla birlikte, UDE yöntemi ile elde edilen ekstraktlarda genel olarak daha yüksek antioksidan aktivite tespit edilmiştir. Ekstraksiyon örneklerinde uygulanan Folin–Ciocalteu ile TF ve antioksidan aktivite arasında belirgin bir korelasyon bulunmadığını destekler birçok çalışma bilimsel kaynaklarda mevcuttur [49–51].

Test edilen tüm ekstraksiyon tekniklerinde (ODE, UDE ve KSE), kartuş kullanımının kahve atığı numunelerinden fenolik bileşenlerin geri kazanımını belirgin şekilde azalttığı gözlemlenmiştir. Bu çalışmada kartuş kullanımının değerlendirilmesindeki temel motivasyon, yarı kesintisiz çalışmaya uygun bir ODE sisteminin uygulanabilirlik potansiyelinin araştırılmasıdır. Bu bağlamda, ohmik hücre içerisinde çözücünün sürekli sirküle edildiği ve gerektiğinde taze çözücü ile yenilenebildiği bir ekstraksiyon ortamında, kartuşlar içerisinde bulunan kahve atıklarının sistem durdurulmadan veya minimum kesintiyle değiştirilmesi mümkün olabilmektedir. Bu yaklaşım, sisteme sürekli taze hammadde beslenmesine ve kullanılmış katı fazın uzaklaştırılmasına olanak sağlayabilecek bir proses tasarımını işaret etmektedir. Bu konseptin uygulanabilirliğini değerlendirmek amacıyla ekstraksiyon işlemleri kartuşlu ve kartuşsuz konfigürasyonlarda gerçekleştirilmiş; çözücü sirkülasyonu uygulaması yalnızca ODE yöntemi kapsamında test edilmiştir. Ancak elde edilen sonuçlar, kartuş kullanımının ekstraksiyon ortamına fenolik bileşiklerin geçişini yavaşlattığını göstermektedir. Bunun olası nedenlerinden biri, bazı fenolik bileşiklerin filtre kağıdı tarafından adsorbe edilerek çözücü faza geçişlerinin kısıtlanması olabilir [52]. Öyle ki ilgili literatürde, selüloz bazlı filtrelerin pamuk bazlı filtrelere kıyasla daha fazla fenolik bileşiği tutabildiği gösterilmiştir [53]. Bir diğer olası

neden ise, filtre kağıdının oluşturduğu yarı kapalı ortam nedeniyle kütle transferinin yavaşlaması ve bunun sonucunda fenolik bileşikler için oluşan konsantrasyon gradyanının azalmasıdır. Bu durum, hem kahve atığı matriksinden çözücü faza olan difüzyonu hem de fenolik bileşiklerin kartuş üzerinden geçerek ekstraksiyon ortamına taşınmasını sınırlandırmış olabilir. Ayrıca, kartuş içerisindeki partiküllerin yerleşim düzeninin de kütle transfer mekanizmalarını etkileyerek ekstraksiyon verimi üzerinde belirleyici rol oynayabildiği bilinmektedir [54]. Özetle, elde edilen bulgular kartuş kullanımının kahve atıklarından fenolik bileşik ekstraksiyonunda genel olarak performansı olumsuz etkilediğini ortaya koymaktadır. Bununla birlikte, ODE yönteminde çözücü sirkülasyonu uygulanmayan koşullarda (ODE-M-K ve ODE-S-K), aynı ekstraksiyon koşullarında sirkülasyon uygulanan örnekler (ODE-M-K-⊙:  $6.84 \pm 0.88$  mg GAE/g KM; ODE-S-K-⊙:  $1.08 \pm 0.10$  mg GAE/g KM) kıyasla toplam fenolik madde konsantrasyonunun belirgin şekilde daha düşük olduğu tespit edilmiştir (ODE-M-K:  $1.10 \pm 0.33$  mg GAE/g KM; ODE-S-K:  $0.21 \pm 0.10$  mg GAE/g KM). Bu durum, zorlamalı konveksiyonun ekstrakte edilen materyal ile çözücü arasında daha yüksek bir konsantrasyon gradyanı oluşturarak kütle transferini artırması ile açıklanabilir. Kartuş kullanımı ve sirkülasyon uygulamasına ilişkin yapılan bu değerlendirmeler, DPPH ve ABTS antioksidan aktivite analiz sonuçları için de geçerlidir. Buna göre, kartuş kullanılan ekstraktlarda, kartuş kullanılmayanlara kıyasla genel olarak daha düşük antioksidan kapasite değerleri tespit edilmiştir. Buna karşın, sirkülasyon uygulamasının ekstraksiyon sürecine dahil edilmesi, sirkülasyon uygulanmayan örnekler göre antioksidan aktivitenin artmasına katkı sağlamıştır. Bu durum, çözücü-matris temasının artması ve kütle transferinin iyileşmesi ile ilişkilendirilebilir [55, 56].

Ekstraksiyon işlemlerinde farklı çözücülerin toplam fenolik (TF) madde ekstraksiyonu üzerindeki etkileri karşılaştırıldığında, en yüksek ekstraksiyon veriminin sırasıyla metanol çözültisi, etanol çözültisi ve distile su ile elde edildiği görülmektedir. Etanol ve distile su, gıda ve ilaç sanayiinde güvenli kabul edilen çözücüler olmaları nedeniyle uygulamada sıklıkla tercih edilmekle birlikte metanolün toksik bir çözücü olduğu bilinmektedir [52]. Ancak metanol, etanol ile benzer polar özelliklere sahip olmasına rağmen, daha kısa karbon zincirine sahip alifatik bir alkol olması nedeniyle fenolik bileşikler için daha yüksek çözünürlük sağlayabilmektedir [57]. Su ekstraktlarında fenolik madde konsantrasyonlarının daha düşük bulunması ise, suyun metanol ve etanole kıyasla daha yüksek polariteye sahip olması ile açıklanabilmektedir. Nitekim literatürde de belirtildiği üzere, doğal fenolik bileşikler; su gibi yüksek polariteye sahip çözücüler yerine, aseton ve alkoller gibi orta düzey polariteye sahip çözücülerde daha yüksek çözünürlük ve ekstraksiyon verimi göstermektedir [58].

ABTS analiz sonuçlarına göre en yüksek antioksidan aktivite, çözücü olarak metanol çözültisi kullanılan ultrason destekli ekstraksiyon (UDE-M) örneğinde  $48.12 \pm 6.40$  µmol TE/g KM olarak belirlenmiştir. Buna karşılık en düşük antioksidan aktivite değeri,  $2.66 \pm 0.25$  µmol TE/g KM ile

çözücü olarak su kullanılan ve kartuş uygulaması gerçekleştirilen ohmik ısıtma ekstraksiyonu (ODE-S-K) örneğinde elde edilmiştir. Ultrason uygulamasının oluşturduğu kavitasyon etkisinin, ham maddenin hücresel yapısında tahribata yol açarak çözücü penetrasyonunu artırdığı ve böylece ekstraksiyon verimine olumlu katkı sağladığı daha önce belirtilmiştir. Bu mekanizmanın, antioksidan özelliğe sahip bileşenlerin ekstraksiyonunu artırması nedeniyle ABTS sonuçları açısından da geçerli olduğu düşünülmektedir [59].

Ohmik ısıtma uygulamasının fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu ve ekstraktların antioksidan aktivitesi üzerine olumlu etkiler gösterdiğini rapor eden birçok çalışma bulunmakla birlikte [28, 60, 61], bu yöntemin her koşulda avantaj sağlamadığını ortaya koyan çalışmalar da mevcuttur. Özellikle yüksek voltaj seviyelerinde gerçekleşen elektrokimyasal reaksiyonlar sonucunda fenolik bileşiklerin yanı sıra vitaminler ve karotenoidler gibi diğer antioksidan bileşenlerin degradasyona uğrayabildiği bildirilmiştir [62]. Polifenoller ve karotenoidler üzerinde kimyasal değişim ve parçalanmaya neden olarak antioksidan aktiviteyi olumsuz etkileyen elektrik alan yoğunluğunun 11 V/cm seviyesinde olduğu ifade edilmiştir [63]. Ayrıca, ekstraksiyon çözültisi olarak su kullanılması durumunda, antioksidan özellik gösteren yağ asitlerinin katı matriste daha fazla tutulması nedeniyle ekstraktlarda düşük antioksidan aktivite değerlerinin gözlemlendiği literatürde belirtilmektedir [64].

DPPH analiz sonuçları, toplam fenolik madde içeriği ve ABTS sonuçları ile her zaman aynı yönde bir eğilim göstermemiştir. En yüksek DPPH antioksidan aktivitesi,  $3.66 \pm 0.09$  mg TE/g KM değeri ile KSE-S ekstraktında elde edilmiştir. Tüm ekstraksiyon denemelerine ait DPPH sonuçları toplu olarak değerlendirildiğinde, kartuş kullanımı da dâhil olmak üzere proses parametrelerinin etkilerinin, ABTS ve toplam fenolik madde sonuçlarından farklı bir dağılım sergilediği görülmektedir. Bazı örneklerde çözücü olarak su kullanımı, metanol kullanılan ekstraktlara kıyasla daha düşük DPPH antioksidan aktivitesi ile sonuçlanırken, bazı durumlarda ise bunun tam tersi gözlenmiş ve su ekstraktlarında daha yüksek DPPH aktivitesi tespit edilmiştir. Benzer bulgular literatürde de rapor edilmiş olup, bazı çalışmalarda sulu ekstraktların metanolik ekstraktlara göre daha yüksek DPPH antioksidan aktivitesi sergilediği belirtilmiştir [65–68]. Bu durum, DPPH radikalının elektron ve hidrojen atomu transferine dayalı indirgenme mekanizması ile açıklanmaktadır. Öyle ki sulu ekstraktların daha yüksek DPPH indirgeme kapasitesine sahip olması, metanolik ekstraktlara kıyasla protik flavonoid içeriğinin daha yüksek olması ile ilişkilendirilmektedir. Bu bileşenlerin hidrojen atomu transferini kolaylaştırması, DPPH radikalının daha etkin şekilde indirgenmesine yol açabilmektedir. Ayrıca, bazı büyük moleküler yapıları fenolik bileşiklerde görülen sterik erişilebilirlik farklılıklarının da bu sonuçlara katkı sağlayabileceği bilinmektedir [66]. Bu noktada hem DPPH hem de ABTS yöntemlerinin yalnızca antioksidan kapasiteyi değil, aynı zamanda anti-radikal aktiviteyi ölçtüğü unutulmamalıdır. Radikal yakalama kapasitesi her zaman antioksidan aktivite ile birebir örtüşmeyebilmektedir. Özellikle DPPH yöntemi,

antioksidan moleküllerin yanı sıra serbest radikaller tarafından da indirgenebilmektedir [69]. Ayrıca, birçok doğal fenolik bileşiğin DPPH ile 1–6 saatlik bir süre içerisinde kararlı bir duruma ulaştığı bildirilmektedir [70] Bu sürenin fenolik bileşiklerin yapısına bağlı olarak değiştiği ve bazı durumlarda 8 saate kadar uzayabildiği ifade edilmektedir. ABTS yönteminde ise reaksiyon süresinin genellikle yaklaşık 30 dakika olduğu ve bu süreçte bileşenlerin kararlı duruma ulaştığı bildirilmektedir. Bununla birlikte, ABTS analizinde alkolik çözeltilerde reaksiyonun daha yavaş gerçekleştiği ve daha uzun stabilizasyon sürelerine ihtiyaç duyulduğu, buna karşın sulu ortamlarda reaksiyonun daha hızlı tamamlandığı rapor edilmiştir [69]. Ek olarak ABTS katyonunun hem hidrofilik hem de lipofilik antioksidanlarla reaksiyona girebilmesi, bu yöntemin daha geniş bir bileşik grubunu ölçebilmesini sağlamaktadır [38]. DPPH analizinin daha uzun reaksiyon sürelerinde yürütülmesinin daha güvenilir sonuçlar sağlayabileceği, özellikle antosiyanin içeren örneklerde meydana gelen renk değişimlerinin DPPH sonuçlarını olumsuz etkileyebileceği anlaşılmaktadır. ABTS yönteminin ise bu tür etkenlerden DPPH'ye kıyasla daha az etkilendiği söylenebilir [71].

Kısaca ABTS yönteminin hem hidrofilik hem de lipofilik antioksidanlara duyarlı olması, klorojenik asit türevleri, melanoidinler ve yarı-polar fenolik bileşenleri bir arada içeren karmaşık kahve atığı matrislerinde antioksidan kapasitenin daha kapsamlı şekilde değerlendirilmesine olanak sağlamaktadır [16, 72]. Bu bağlamda, metanolik ve sulu ekstraktlar arasında ABTS sonuçları açısından istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmemesi, büyük ölçüde reaksiyon kinetiği ve ölçüm süresine bağlı farklılıklardan kaynaklanmış olabilir. Buna karşılık, DPPH analizinde ekstraktların toplam fenolik içeriği yüksek olsa dahi, fenolik bileşiklerin kimyasal yapıları ve radikal ile etkileşim mekanizmaları, teste daha düşük reaktivite sergilemelerine neden olabilmektedir [73]. Ayrıca DPPH testinin, reaksiyon kinetiğine bağlı olarak bazı fenolik bileşiklere yavaş yanıt vermesi, ölçüm süresinin bileşiklerin gerçek indirgeme potansiyelini tam olarak yansıtmamasına yol açabilmektedir [74].

#### 4 Sonuçlar

Bu çalışmada, kullanılmış kahve atıklarından fenolik bileşiklerin geri kazanımı amacıyla ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon (ODE), ultrason destekli ekstraksiyon (UDE) ve geleneksel katı-sıvı ekstraksiyon (KSE) yöntemleri karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Elde edilen bulgular, ekstraksiyon tekniği ve proses koşullarının hem toplam fenolik madde geri kazanımı hem de antioksidan kapasite üzerinde belirleyici rol oynadığını açıkça ortaya koymuştur.

Toplam fenolik madde içeriği açısından en yüksek geri kazanım, çözücü olarak metanol kullanılan ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilmiştir ( $17.37 \pm 0.87$  mg GAE/g KM). Bu sonuç, ohmik ısıtmanın elektrik alan etkisiyle hücre zarında oluşturduğu elektroporasyon mekanizmasının, hücre geçirgenliğini artırarak fenolik bileşiklerin matriksten çözücü faza geçişini etkin biçimde

desteklediğini göstermektedir. Buna karşılık, ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi, özellikle ABTS radikal süpürme kapasitesi bakımından öne çıkmış ve en yüksek antioksidan aktivite bu yöntemle elde edilmiştir ( $48.12 \pm 6.40$   $\mu$ mol TE/g KM). Ultrason uygulamasının kaviteasyon temelli etkisiyle kütle transferini hızlandırarak antioksidan özellik gösteren bileşiklerin ekstraksiyonunu artırdığı değerlendirilmektedir.

DPPH analiz sonuçlarının, toplam fenolik madde içeriği ve ABTS sonuçları ile her zaman paralel bir eğilim göstermemesi, ekstrakte edilen fenolik bileşiklerin kimyasal yapılarının ve radikal-bileşik etkileşim mekanizmalarının farklılığını ortaya koymaktadır. Bu durum, tek bir antioksidan testine dayalı değerlendirmelerin sınırlı kalabileceğini ve farklı radikal sistemlerinin birlikte kullanılmasının daha bütüncül bir yorum sağladığını göstermektedir.

Proses konfigürasyonu açısından değerlendirildiğinde, kartuş kullanımının genel olarak fenolik bileşiklerin geri kazanımını sınırladığı; buna karşılık, ohmik ısıtma sisteminde çözücü sirkülasyonunun uygulanmasının kütle transferini artırarak bu olumsuz etkiyi kısmen dengelediği belirlenmiştir. Bu bulgu, endüstriyel ölçekli uygulamalarda akış koşullarının ve proses tasarımının ekstraksiyon verimliliği açısından kritik bir parametre olduğunu göstermektedir.

Sonuç olarak, bu çalışma; ticari değeri olmayan kullanılmış kahve atıklarının, uygun ekstraksiyon teknikleriyle yüksek katma değerli doğal antioksidan kaynaklarına dönüştürülebileceğini ortaya koymaktadır. Ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon yöntemi, yüksek fenolik geri kazanımı, kısa işlem süresi ve enerji etkinliği ile sürdürülebilir ve yenilikçi bir teknoloji olarak öne çıkarken; ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi özellikle antioksidan kapasitenin maksimize edilmesi açısından güçlü bir alternatif sunmaktadır. Elde edilen bulgular, kahve atıklarının gıda, nutrasötik ve fonksiyonel ürün geliştirme alanlarında değerlendirilmesine yönelik bilimsel ve teknolojik bir temel sağlamaktadır.

#### Teşekkür

Bu çalışma, Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından FDK-2023-9159 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir. Yazarlar, sağlanan destek için Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür eder.

#### Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

#### Benzerlik oranı (iThenticate): %12

#### Kaynaklar

- [1] P. S. Murthy and M. Madhava Naidu, Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation and Recycling, 66, 45–58, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2012.06.005>.

- [2] ICO, Historical Data on the Global Coffee Trade. International Coffee Organization, 2023. [http://www.ico.org/new\\_historical.asp](http://www.ico.org/new_historical.asp).
- [3] GVR, Coffee Market Size, Share & Growth | Industry Report, 2030. 2025. <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/coffee-market>.
- [4] N. J. Salazar-López, C. V. López-Rodríguez, D. A. Hernández-Montoya and R. Campos-Vega, Health Benefits of Spent Coffee Grounds. Food Wastes and By-products, John Wiley & Sons, Ltd, 2020. <https://doi.org/10.1002/9781119534167.ch11>.
- [5] C. Andrade, R. Perestrelo and J. S. Câmara, Bioactive Compounds and Antioxidant Activity from Spent Coffee Grounds as a Powerful Approach for Its Valorization. *Molecules*, 27 (21), 7504, 2022. <https://doi.org/10.3390/molecules27217504>.
- [6] Y.-G. Lee, E.-J. Cho, S. Maskey, D.-T. Nguyen and H.-J. Bae, Value-Added Products from Coffee Waste: A Review. *Molecules*, 28 (8), 3562, 2023. <https://doi.org/10.3390/molecules28083562>.
- [7] S. I. Mussatto, L. F. Ballesteros, S. Martins and J. A. Teixeira, Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Separation and Purification Technology*, 83, 173–179, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2011.09.036>.
- [8] R. C. Alves, F. Rodrigues, M. Antónia Nunes, A. F. Vinha and M. B. P. P. Oliveira, Chapter 1 - State of the art in coffee processing by-products. *Handbook of Coffee Processing By-Products*, Academic Press, 2017. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811290-8.00001-3>.
- [9] A. Iriondo-DeHond, N. Aparicio García, B. Fernandez-Gomez, E. Guisantes-Batan, F. Velázquez Escobar, G. P. Blanch, M. I. San Andres, S. Sanchez-Fortun and M. D. del Castillo, Validation of coffee by-products as novel food ingredients. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 51, 194–204, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2018.06.010>.
- [10] L. F. Ballesteros, J. A. Teixeira and S. I. Mussatto, Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin. *Food and Bioprocess Technology*, 7 (12), 3493–3503, 2014. <https://doi.org/10.1007/s11947-014-1349-z>.
- [11] L. F. Ballesteros, J. A. Teixeira and S. I. Mussatto, Extraction of polysaccharides by autohydrolysis of spent coffee grounds and evaluation of their antioxidant activity. *Carbohydrate Polymers*, 157, 258–266, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.09.054>.
- [12] J. Simões, F. M. Nunes, M. R. Domingues and M. A. Coimbra, Extractability and structure of spent coffee ground polysaccharides by roasting pre-treatments. *Carbohydrate Polymers*, 97 (1), 81–89, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.04.067>.
- [13] J. Osorio-Arias, J. Contreras, S. Martinez-Montegudo and O. Vega, Nutritional and functional properties of spent coffee ground-cheese whey powder. *Journal of Food Process Engineering*, 45, 2020. <https://doi.org/10.1111/jfpe.13524>.
- [14] C. Severini, R. Caporizzi, A. G. Fiore, I. Ricci, O. M. Onur and A. Derossi, Reuse of spent espresso coffee as sustainable source of fibre and antioxidants. A map on functional, microstructure and sensory effects of novel enriched muffins. *LWT*, 119, 108877, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108877>.
- [15] N. Samsalee, R. Sothornvit, N. Samsalee and R. Sothornvit, Physicochemical, functional properties and antioxidant activity of protein extract from spent coffee grounds using ultrasonic-assisted extraction. *AIMS Agriculture and Food*, 6 (3), 864–878, 2021. <https://doi.org/10.3934/agrfood.2021052>.
- [16] M. Balzano, M. R. Loizzo, R. Tundis, P. Lucci, O. Nunez, D. Fiorini, A. Giardinieri, N. G. Frega and D. Pacetti, Spent espresso coffee grounds as a source of anti-proliferative and antioxidant compounds. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 59, 102254, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2019.102254>.
- [17] I. Okur, B. Soyler, P. Sezer, M. H. Oztop and H. Alpas, Improving the Recovery of Phenolic Compounds from Spent Coffee Grounds (SCG) by Environmentally Friendly Extraction Techniques. *Molecules*, 26 (3), 613, 2021. <https://doi.org/10.3390/molecules26030613>.
- [18] R. Nurzyńska-Wierdak, Phenolic Compounds from New Natural Sources—Plant Genotype and Ontogenetic Variation. *Molecules*, 28 (4), 1731, 2023. <https://doi.org/10.3390/molecules28041731>.
- [19] A. F. Bondam, D. Diolinda da Silveira, J. Pozzada dos Santos and J. F. Hoffmann, Phenolic compounds from coffee by-products: Extraction and application in the food and pharmaceutical industries. *Trends in Food Science & Technology*, 123, 172–186, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.03.013>.
- [20] M. Özdemir, R. Yıldırım, R. Yurttaş, D. Başargan and M. B. Hacı, A Review of Ultrasound-Assisted Extraction of Bioactive Compounds from Coffee Waste. *Gıda*, 50 (1), 56–73, 2025. <https://doi.org/10.15237/gida.GD24094>.
- [21] S. Khalid, S. A. Hassan, A. B. Altemimi, K. Chaudhary, S. Raana, H. Javaid, M. Naem, Z. F. Bhat and R. M. Aadil, Recovery of valuable substances from food waste by ohmic heating assisted extraction -A step towards sustainable production. *Future Foods*, 9, 100365, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.fufo.2024.100365>.
- [22] S. Sastry, Ohmic Heating and Moderate Electric Field Processing. *Food Science and Technology International*, 14 (5), 419–422, 2008. <https://doi.org/10.1177/1082013208098813>.
- [23] M. Gavahian, Y. H. Chu and S. Sastry, Extraction from Food and Natural Products by Moderate Electric Field: Mechanisms, Benefits, and Potential Industrial Applications. 2018. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12362>.
- [24] S. Misra, S. Mandliya and C. Panigrahi, Ohmic Heating: Principles and Applications. *Thermal Food*

- Engineering Operations, John Wiley & Sons, Ltd, 2022. <https://doi.org/10.1002/9781119776437.ch10>.
- [25] F. Icier and C. Ilicali, The effects of concentration on electrical conductivity of orange juice concentrates during ohmic heating. *European Food Research and Technology*, 220 (3), 406–414, 2005. <https://doi.org/10.1007/s00217-004-1043-x>.
- [26] K. S. Varghese, M. C. Pandey, K. Radhakrishna and A. S. Bawa, Technology, applications and modelling of ohmic heating: a review. *Journal of Food Science and Technology*, 51 (10), 2304–2317, 2014. <https://doi.org/10.1007/s13197-012-0710-3>.
- [27] F. Maciel, L. Machado, J. Silva, R. N. Pereira and A. Vicente, Effect of ohmic heating on the extraction of biocompounds from aqueous and ethanolic suspensions of *Pavlova gyrans*. *Food and Bioproducts Processing*, 148, 43–51, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2024.08.008>.
- [28] M. Talha, S. Khalid, A. A. Maan, N. Tanveer, M. K. I. Khan, M. Asif, S. Arif and A. Sarwar, Ohmic assisted extraction: a sustainable and environment friendly approach to substitute conventional extraction methods. *Food Reviews International*, 40 (10), 3508–3529, 2024. <https://doi.org/10.1080/87559129.2024.2366841>.
- [29] F. Chemat, N. Rombaut, A.-G. Sicaire, A. Meullemiestre, A.-S. Fabiano-Tixier and M. Abert-Vian, Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 540–560, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035>.
- [30] A. Altemimi, D. G. Watson, R. Choudhary, M. R. Dasari and D. A. Lightfoot, Ultrasound Assisted Extraction of Phenolic Compounds from Peaches and Pumpkins. *Plos One*, 11 (2), e0148758, 2016. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0148758>.
- [31] N. Medina-Torres, T. Ayora-Talavera, H. Espinosa-Andrews, A. Sánchez-Contreras and N. Pacheco, Ultrasound Assisted Extraction for the Recovery of Phenolic Compounds from Vegetable Sources. *Agronomy*, 7 (3), 47, 2017. <https://doi.org/10.3390/agronomy7030047>.
- [32] M. Gündüz and Ş. Karabıyıklı Çiçek, Fenolik bileşiklerin ekstraksiyon yöntemleri ve doğal içerik olarak kullanımı. *Gıda ve Yem Bilimi Teknolojisi Dergisi*, 32, 37–47, 2024. <https://doi.org/10.56833/gidaveyem.1512599>.
- [33] S. A. Siddiqui, A. Ali Redha, M. Salauddin, I. A. Harahap and H. P. V. Rupasinghe, Factors Affecting the Extraction of (Poly)Phenols from Natural Resources Using Deep Eutectic Solvents Combined with Ultrasound-Assisted Extraction. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 55 (1), 139–160, 2025. <https://doi.org/10.1080/10408347.2023.2266846>.
- [34] H. S. Seo and B. H. Park, Phenolic compound extraction from spent coffee grounds for antioxidant recovery. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 36 (2), 186–190, 2019. <https://doi.org/10.1007/s11814-018-0208-4>.
- [35] N. Solomakou, A. Loukri, P. Tsafrakidou, A.-M. Michaelidou, I. Mourtzinou and A. M. Goula, Recovery of phenolic compounds from spent coffee grounds through optimized extraction processes. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 25, 100592, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2021.100592>.
- [36] V. L. Singleton and J. A. Rossi, Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16 (3), 144–158, 1965. <https://doi.org/10.5344/ajev.1965.16.3.144>.
- [37] W. Brand-Williams, M. E. Cuvelier and C. Berset, Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*, 28 (1), 25–30, 1995. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5).
- [38] R. Re, N. Pellegrini, A. Proteggente, A. Pannala, M. Yang and C. Rice-Evans, Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology & Medicine*, 26 (9–10), 1231–1237, 1999. [https://doi.org/10.1016/s0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/s0891-5849(98)00315-3).
- [39] M. Gavahian, R. Farhoosh, A. Farahnaky, K. Javidnia and F. Shahidi, Ohmic-assisted hydrodistillation of essential oils from *Mentha piperita*: A comparison with conventional hydrodistillation. *Iranian Food Science and Technology Research Journal*, 11 (3), 236–246, 2015. <https://doi.org/10.22067/ifstrj.v1394i11.32843>.
- [40] N. Lebovka, E. Vorobiev and F. Chemat, Enhancing Extraction Processes in the Food Industry. CRC Press, 2016. <https://doi.org/10.1201/b11241>.
- [41] C. Aydın and F. Eser, Impact of ohmic heating extraction on the bioactive components of parsley: comparison with conventional and green extraction techniques. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 18 (9), 7575–7584, 2024. <https://doi.org/10.1007/s11694-024-02749-7>.
- [42] P. Ferreira-Santos, C. Nobre, R. M. Rodrigues, Z. Genisheva, C. Botelho and J. A. Teixeira, Extraction of phenolic compounds from grape pomace using ohmic heating: Chemical composition, bioactivity and bioaccessibility. *Food Chemistry*, 436, 137780, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137780>.
- [43] R. N. Pereira, R. M. Rodrigues, Z. Genisheva, H. Oliveira, V. de Freitas, J. A. Teixeira and A. A. Vicente, Effects of ohmic heating on extraction of food-grade phytochemicals from colored potato. *LWT*, 74, 493–503, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.07.074>.
- [44] L. Galván D'Alessandro, K. Dimitrov, P. Vauchel and I. Nikov, Kinetics of ultrasound assisted extraction of anthocyanins from *Aronia melanocarpa* (black chokeberry) wastes. *Chemical Engineering Research and Design*, 92 (10), 1818–1826, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.11.020>.
- [45] D. Panda and S. Manickam, Cavitation Technology—The Future of Greener Extraction Method: A Review

- on the Extraction of Natural Products and Process Intensification Mechanism and Perspectives. *Applied Sciences*, 9 (4), 766, 2019. <https://doi.org/10.3390/app9040766>.
- [46] L. Navarini, R. Gilli, V. Gombac, A. Abatangelo, M. Bosco and R. Toffanin, Polysaccharides from hot water extracts of roasted *Coffea arabica* beans: isolation and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 40 (1), 71–81, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(99\)00032-6](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(99)00032-6).
- [47] F. M. Nunes and M. A. Coimbra, Chemical Characterization of the High-Molecular-Weight Material Extracted with Hot Water from Green and Roasted Robusta Coffees As Affected by the Degree of Roast. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50 (24), 7046–7052, 2002. <https://doi.org/10.1021/jf020534e>.
- [48] A. Antony and M. Farid, Effect of Temperatures on Polyphenols during Extraction. *Applied Sciences*, 12 (4), 2107, 2022. <https://doi.org/10.3390/app12042107>.
- [49] M. Ollanketo, A. Peltoketo, K. Hartonen, R. Hiltunen and M.-L. Riekkola, Extraction of sage (*Salvia officinalis* L.) by pressurized hot water and conventional methods: Antioxidant activity of the extracts. *European Food Research and Technology*, 215, 158–163, 2002. <https://doi.org/10.1007/s00217-002-0545-7>.
- [50] I. Rodríguez-Meizoso, F. R. Marin, M. Herrero, F. J. Señorans, G. Reglero, A. Cifuentes and E. Ibáñez, Subcritical water extraction of nutraceuticals with antioxidant activity from oregano. *Chemical and functional characterization. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 41 (5), 1560–1565, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2006.01.018>.
- [51] J. R. Vergara-Salinas, J. Pérez-Jiménez, J. L. Torres, E. Agosin and J. R. Pérez-Correa, Effects of temperature and time on polyphenolic content and antioxidant activity in the pressurized hot water extraction of deodorized thyme (*Thymus vulgaris*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60 (44), 10920–10929, 2012. <https://doi.org/10.1021/jf3027759>.
- [52] C. Santos-Buelga, S. Gonzalez-Manzano, M. Dueñas and A. M. Gonzalez-Paramas, Extraction and Isolation of Phenolic Compounds. *Natural Products Isolation*, Humana Press, Totowa, NJ, 427–464, 2012. [https://doi.org/10.1007/978-1-61779-624-1\\_17](https://doi.org/10.1007/978-1-61779-624-1_17).
- [53] B. A. Zullo, G. Venditti and G. Ciafardini, Effects of the Filtration on the Biotic Fraction of Extra Virgin Olive Oil. *Foods*, 10 (8), 1677, 2021. <https://doi.org/10.3390/foods10081677>.
- [54] A. A. Salamatin and A. G. Egorov, Optimization of supercritical fluid extraction: Polydisperse packed beds and variable flow rates. *The Journal of Supercritical Fluids*, 105, 35–43, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2015.01.013>.
- [55] M. Pinelo, M. Rubilar, M. Jerez, J. Sineiro and M. J. Núñez, Effect of Solvent, Temperature, and Solvent-to-Solid Ratio on the Total Phenolic Content and Antiradical Activity of Extracts from Different Components of Grape Pomace. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53 (6), 2111–2117, 2005. <https://doi.org/10.1021/jf0488110>.
- [56] M. Teffane, H. Boudries, M. B. Bey, A. Kadi and F. Boukhalfa, Effect of Solvent Type, Extraction Temperature, Agitation Speed and Microwave Power on Phenolic Compound Extraction and Antioxidant Activity of Apricot Kernels (*Prunus armeniaca* L.). *Current Bioactive Compounds*, 18 (1), 24–32, 2022. <https://doi.org/10.2174/1573407217666210215085507>.
- [57] C. Albert, G. G. Codină, M. Hējja, C. D. András, A. Chetrariu and A. Dabija, Study of Antioxidant Activity of Garden Blackberries (*Rubus fruticosus* L.) Extracts Obtained with Different Extraction Solvents. *Applied Sciences*, 12 (8), 4004, 2022. <https://doi.org/10.3390/app12084004>.
- [58] C. M. Galanakis, V. Goulas, S. Tsakona, G. A. Manganaris and V. Gekas, A Knowledge Base for The Recovery of Natural Phenols with Different Solvents. *International Journal of Food Properties*, 16 (2), 382–396, 2013. <https://doi.org/10.1080/10942912.2010.522750>.
- [59] H. Che, R. Zhang, X. Wang, H. Yu, X. Shi, J. Yi, J. Li, Q. Qi, R. Dong and Q. Li, Ultrasound-assisted extraction of polyphenols from Phyllanthi Fructus: Comprehensive insights from extraction optimization and antioxidant activity. *Ultrasonics Sonochemistry*, 111, 107083, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2024.107083>.
- [60] A. R. Al-Hilphy, A. M. Al-Musafer and M. Gavahian, Pilot-scale ohmic heating-assisted extraction of wheat bran bioactive compounds: Effects of the extract on corn oil stability. *Food Research International*, 137, 109649, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109649>.
- [61] P. Ferreira-Santos, A. B. Duca, Z. Genisheva, B. N. Silva, F. De Biasio, C. Botelho, C. M. R. Rocha, D. Gorgoglione and J. A. Teixeira, Extracts From Red Eggplant: Impact of Ohmic Heating and Different Extraction Solvents on the Chemical Profile and Bioactivity. *Frontiers in Sustainable Food Systems*, 5, 2021. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2021.804004>.
- [62] S. Salari and S. M. Jafari, The Influence of Ohmic Heating on Degradation of Food Bioactive Ingredients. *Food Engineering Reviews*, 12 (2), 191–208, 2020. <https://doi.org/10.1007/s12393-020-09217-0>.
- [63] M. Coelho, R. Pereira, A. S. Rodrigues, J. A. Teixeira and M. E. Pintado, Extraction of tomato by-products' bioactive compounds using ohmic technology. *Food and Bioproducts Processing*, 117, 329–339, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.08.005>.
- [64] M. C. Coelho, T. B. Ribeiro, C. Oliveira, P. Batista, P. Castro, A. R. Monforte, A. S. Rodrigues, J. Teixeira and M. Pintado, In Vitro Gastrointestinal Digestion Impact on the Bioaccessibility and Antioxidant Capacity of Bioactive Compounds from Tomato Flours Obtained after Conventional and Ohmic Heating

- Extraction. *Foods*, 10 (3), 554, 2021. <https://doi.org/10.3390/foods10030554>.
- [65] F. Q. Alali, K. Tawaha, T. El-Elimat, M. Syouf, M. El-Fayad, K. Abulaila, S. J. Nielsen, W. D. Wheaton, J. O. F. III and N. H. Oberlies, Antioxidant activity and total phenolic content of aqueous and methanolic extracts of Jordanian plants: an ICBG project. *Natural Product Research*, 21 (12), 1121–1131, 2007. <https://doi.org/10.1080/14786410701590285>.
- [66] D. Ahmed, M. M. Khan and R. Saeed, Comparative Analysis of Phenolics, Flavonoids, and Antioxidant and Antibacterial Potential of Methanolic, Hexanic and Aqueous Extracts from *Adiantum caudatum* Leaves. *Antioxidants*, 4 (2), 394–409, 2015. <https://doi.org/10.3390/antiox4020394>.
- [67] U. Złotek, U. Gawlik-Dziki, U. Szymanowska, B. Baraniak and A. Jakubczyk, Antioxidant activity of the aqueous and methanolic extracts of coffee beans (*Coffea arabica* L.). *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*, 15 (3), 281–288, 2016. <https://doi.org/10.17306/J.AFS.2016.3.27>.
- [68] N. Ghaffar and A. Perveen, Solvent polarity effects on extraction yield, phenolic content, and antioxidant properties of Malvaceae family seeds: a comparative study. *New Zealand Journal of Botany*, 63 (4), 627–637, 2025. <https://doi.org/10.1080/0028825X.2024.2392705>.
- [69] E. A. Shalaby and S. M. M. Shanab, Comparison of DPPH and ABTS assays for determining antioxidant potential of water and methanol extracts of *Spirulina platensis*. *Indian Journal of Geo-Marine Sciences*, 42 (5), 556–564, 2013.
- [70] V. Bondet, W. Brand-Williams and C. Berset, Kinetics and Mechanisms of Antioxidant Activity using the DPPH· Free Radical Method. *LWT - Food Science and Technology*, 30 (6), 609–615, 1997. <https://doi.org/10.1006/fstl.1997.0240>.
- [71] M. B. Arnao, Some methodological problems in the determination of antioxidant activity using chromogen radicals: a practical case. *Trends in Food Science & Technology*, 11 (11), 419–421, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(01\)00027-9](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(01)00027-9).
- [72] H. Xu, W. Wang, X. Liu, F. Yuan and Y. Gao, Antioxidative phenolics obtained from spent coffee grounds (*Coffea arabica* L.) by subcritical water extraction. *Industrial Crops and Products*, 76, 946–954, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.07.054>.
- [73] B. A. Cevallos-Casals and L. Cisneros-Zevallos, Stoichiometric and Kinetic Studies of Phenolic Antioxidants from Andean Purple Corn and Red-Fleshed Sweetpotato. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51 (11), 3313–3319, 2003. <https://doi.org/10.1021/jf034109c>.
- [74] R. L. Prior, X. Wu and K. Schaich, Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53 (10), 4290–4302, 2005. <https://doi.org/10.1021/jf0502698>.

