

ŞEFTALİ POSASINDAN ULTRASON VE MİKRODALGA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON YÖNTEMLERİYLE FENOLİK BİLEŞİKLERİN ELDESİ

Hande BALTACIOĞLU¹ (ORCID: 0000-0003-0774-0872)*
Emine Melike ŞAHİN¹ (ORCID: 0000-0002-9960-1855)
Ecem Duygu KARADAĞ¹ (ORCID: 0000-0003-0467-9375)

¹Gıda Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Niğde, Türkiye

Geliş / Received: 26.05.2019
Kabul / Accepted: 09.07.2019

ÖZ

Bu çalışmada şeftali posasından fenolik maddelerin ekstraksiyonu üzerine 3 farklı yöntemin etkisi toplam fenolik madde (TFM) miktarları ve antioksidan aktiviteleri kıyaslanarak belirlenmiştir. Posadan fenolik bileşikler % 80'lik metanol (% 1 HCl içeren) kullanılarak, geleneksel yöntemle (30, 60, 120 ve 240 dakika); ultrason destekli ekstraksiyonla (% 60, 80 ve 100 genlik; 10, 20 ve 30 dakika); mikrodalga destekli ekstraksiyonla (360, 600 ve 900 W; 30, 60 ve 90 saniye) uygulanarak ekstrakte edilmiştir. Geleneksel yöntemde 4 saat sonunda TFM 1834,88±84,55 mg GAE/kg YA olarak belirlenmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyonda TFM %100 genlikte 10 dakika için 1817,21± 36,95 mg GAE/kg YA olarak ölçülmüştür. Mikrodalga destekli ekstraksiyonda TFM, 900 W ve 90 s için 2802,464±61,49 mg GAE/kg YA olarak belirlenmiştir. EC₅₀ değeri, geleneksel ekstraksiyon için 37,54±0,08 mg/ml, ultrason destekli ekstraksiyon için 73,72±0,13 mg/ml ve mikrodalga destekli ekstraksiyon için 63,17±0,16 mg/ml olarak belirlenmiştir. Buna göre mikrodalga ve ultrason destekli ekstraksiyonun zaman tasarrufu açısından önemli avantajlar sağladığı söylenebilmektedir.

Anahtar kelimeler: Fenolik bileşikler, mikrodalga destekli ekstraksiyon, şeftali, ultrason destekli ekstraksiyon,

EXTRACTION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM PEACH POMACE BY MICROWAVE AND ULTRASOUND ASSISTED EXTRACTION

ABSTRACT

In this study, the effect of three different methods on the extraction of phenolic compounds from peach pomace was determined in terms of total phenolic compound (TPC) and antioxidant activity. Phenolic compounds were extracted from peach pomace using 80% methanol (containing 1% HCl) by conventional method (30, 60, 120 and 240 minutes); ultrasound-assisted extraction (60, 80 and 100% amplitude; 10, 20 and 30 min); microwave-assisted extraction (360, 600 and 900 W; 30, 60 and 90 seconds). In the conventional method, TPC was determined as 1834.88±84.55 mg GAE/kg FW after 4 hours. In the ultrasound-assisted extraction, TPC was measured as 1817.21 ± 36.95 mg GAE/kg FW at 100% amplitude for 10 minutes. It was determined that TPC was 2802.464 ± 61.49 mg GAE/kg FW for microwave assisted extraction at 900 W and 90 s. The EC₅₀ value was 37.54 ± 0.08 mg/ml for conventional extraction, 73.72 ± 0.13 mg/ml for ultrasound assisted extraction and 63.17 ± 0.16 mg/ml for microwave assisted extraction. Accordingly, it can be said that microwave and ultrasound assisted extraction provides significant advantages in terms of time saving.

Keywords: Phenolic compounds, microwave assisted extraction, peach, ultrasound assisted extraction

*Corresponding author / Sorumlu yazar. Tel.: +90 388 225 42 26; e-mail / e-posta: handebaltacioglu@ohu.edu.tr

1. GİRİŞ

Şeftali (*Prunus Persica* L.), Rosaceae familyasına ait, lezzetli ve cazip görünümü nedeniyle dünyanın her yerinde tüketilen en önemli ve popüler meyvelerden biri olarak kabul edilmektedir. Dünyaya Çin'den yayıldığı düşünülen şeftali, yaklaşık 3000 yıldan beri dünya çapında uygun iklimlerde yetiştirilmektedir [1]. İçerdiği vitaminler (A, C ve E), karotenoidler ve fenolik bileşikler gibi antioksidan ve antikarsojenik özelliğe sahip bileşikler nedeniyle yüksek besin değerine sahiptir [2].

Ülkemizde meyve suyuna işlenen meyveler arasında elmadan sonra ikinci sırada yer alan şeftalinin, meyve püresi üretiminde en büyük paya sahip olduğu bilinmektedir [3]. Meyve suyu endüstrisinde en çok işlenen meyvelerden biri olması dolayısı ile arta kalan şeftali posası da önemli miktarlara ulaşmaktadır. Posa denildiğinde meyve suyu üretiminde pulp eldesi sırasında ayrılan kaba kısım anlaşılmaktadır. Gıda sanayinde yan ürün olarak ortaya çıkan meyve ve sebze posalarının antioksidan etkili fenolik bileşiklerce zengin olduğu bilinmektedir [4].

Bitkilerin sekonder metabolit ürünleri olarak bilinen fenolik bileşikler, bitkilerin olağan gelişimleri sırasında olduğu gibi; enfekte olması, yaralanması ile UV ışığa maruz kalması gibi durumlarda da sentezlenmektedir [5]. Fenolik bileşikler daha yaygın ismiyle polifenoller, benzen halkası içeren maddelerdir ve insan sağlığı açısından işlevleri, tat ve koku oluşumundaki etkileri, renk oluşumu ve değişimine katılmaları, antimikrobiyal, antikanserojen, antioksidatif etki göstermeleri gibi pek çok açıdan önem taşımaktadırlar [4]. Fenolik bileşikler meyve ve sebzelerin yapısında doğal olarak bulunan bileşiklerdendir ve bu bileşikler ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilebilmektedir [6].

Ekstraksiyon, katı karışımlardan istenilen maddeyi elde etmek için katının bir çözügen ile temas ettirilerek ayrılması tekniğidir. Geleneksel ekstraksiyon (çözgen ekstraksiyonu) yönteminde büyük miktarlarda çözücüye ihtiyaç duyulmakta, işlem süresi uzun olmakta ve kullanılan çözügenlerin çevre kirletici etkisi bulunmaktadır [7]. Bu nedenle son yıllarda geleneksel ekstraksiyon türlerine alternatif olarak organik çözücü miktarını azaltan ve ekstraksiyon verimini arttıran mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrason destekli ekstraksiyon gibi yöntemler geleneksel yöntemlere göre daha etkin, modern ve hızlı yöntemler olarak geliştirilmiştir [8]. Mikrodalga destekli ekstraksiyon (MAE) yönteminde, yüksek frekanslı elektromanyetik dalgalar olan (300- 300000 MHz) mikrodalga ile bir materyalin ısıtılması ve uygulanan elektrik alan şiddetinin bir sonucu olarak iyonik bileşenlerin hareketi söz konusudur. İyonların hareketi matris içine çözücü nüfuzunu arttırır ve böylece bileşenlerin çözülmesini kolaylaştırır [9]. Ultrason destekli ekstraksiyon (UAE) yönteminde, ultrasonik uygulama hücre duvarını mekanik olarak parçalamakta ve bunun sonucunda hücre içindeki bileşenler, hücre dışına kolayca çıkabilmekte ve ekstraksiyon hızlanmaktadır [10].

Literatürdeki birçok çalışmada mikrodalga ve ultrason destekli ekstraksiyon yöntemleri fenolik bileşiklerin eldesinde başarıyla kullanılmıştır. Nar posası ve enginar yapraklarından fenolik bileşik eldesinde ultrason ve mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemlerinin geleneksel ekstraksiyona göre toplam fenolik madde miktarında artış sağladığı belirlenmiştir [11]. Kırmızı üzümde toplam fenolik bileşik, kondense tanen ve antosiyanin ekstraksiyonu üzerine yapılan çalışmada ultrasonik ekstraksiyon (6 dakika) ile klasik ekstraksiyona (60 dakika) kıyasla çok daha kısa sürede daha yüksek verim elde edilmiştir [12]. Yapılan bir çalışmada şeftali ve balkabağındaki fenolik bileşikler ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi kullanılarak ekstrakte edilmiş ve 40 °C, 50W ve 30 dakika süreyle yapılan ekstraksiyonda toplam fenolik (mg/100g gallik asit eşdeğeri, GAE) ve DPPH (%) sırasıyla şeftalide 54,82±0.581, 73,79±1.219 kabakta ise 44,09±1.090 64,43±2.046 olarak bulunmuştur [13]. Literatürde şeftali posasından fenolik madde ekstraksiyonu ile ilgili çalışmalar sınırlıdır. Şeftali posasından polifenollerin subkritik (CO₂ + etanol) ekstraksiyonu üzerine basınç (20–60MPa), sıcaklık (40-60 °C), etanol konsantrasyonu (ağırlıkça % 14-20) ve ekstraksiyon süresinin (10-40 dk) etkilerinin tespit edildiği bir çalışmada optimum koşullarda elde edilen ekstraktın toplam fenolik içeriği 0,26mg GAE/g ve antioksidan aktivite değeri 1,5mg (DPPH)/mg olarak belirlenmiştir [14]. Şeftali posası fenoliklerinin ekstraksiyonunda etanol ile birlikte GRAS gıda katkı maddesi olarak β -siklodekstrin (β -CD) kullanıldığı bir çalışmada, 50mg/mL β -CD destekli ekstraksiyon ile elde edilen ekstraktın en yüksek fenolik konsantrasyonu (0,72 mg GAE/g) ve maksimum antiradikal aktiviteyi (%6,82) gösterdiği belirlenmiştir [15]. Bu çalışma mikrodalga ve ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi kullanılarak şeftali posasından fenolik bileşiklerin eldesinin belirlendiği ilk çalışma olacaktır. Çalışmanın amacı, mikrodalga ve ultrason destekli ekstraksiyon yönteminde uygulanan farklı güç ve sürelerin toplam fenolik madde ve antioksidan aktivite üzerine etkisini belirlemek ve elde edilen sonuçları geleneksel yöntem ile karşılaştırmaktır.

ŞEFTALİ POSASINDAN ULTRASON VE MİKRODALGA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON YÖNTEMLERİYLE FENOLİK BİLEŞİKLERİN ELDESİ

2. MATERYAL VE METOT

2.1. Materyal

Bu çalışmada taze şeftali (*Prunus persica* L.) yerel marketlerden (Niğde) sağlanmıştır. Meyveler, meyve posası eldesinden önce 4 °C sıcaklıkta depolanmıştır. Yıkamış ve kâğıt havlu ile kurutulmuş şeftaliler dört eşit parçaya kesilip, çekirdekleri ayrılmış, katı meyve sıkacağı ile meyve suyu elde edilmiş ve kalan posası -18°C sıcaklıkta analiz anına kadar depolanmıştır.

2.2. Metot

2.2.1. Geleneksel ekstraksiyon

Meyve posasından fenolik bileşikler % 1'lik HCl içeren % 80'lik metanol kullanılarak ekstrakte edilmiştir. Daha önce optimize edilerek belirlenen orana göre alkol ile 1/10 seyreltilen şeftali posası oda sıcaklığında farklı sürelerde (30, 60, 120 ve 240 dakika) 40 rpm devirde çalkalanmıştır.

2.2.2. Ultrason destekli ekstraksiyon

Elde edilen şeftali posasından fenolik maddelerin ultrason destekli ekstraksiyonu için Hielscher (Dr. Hielscher GmbH, Germany) marka UP400S (24 kHz, 400 W, genlik 20-100%, darbeleri mod devir faktörü: 0.0-1.0) model cihaz kullanılmıştır. Ekstraksiyonda 22 mm çapa sahip prob kullanılmıştır. Ekstraksiyon için 24 kHz sabit frekansta, farklı genlik seviyeleri (60, 80 ve 100%) ve farklı süreler (10, 20 ve 30 dakika) uygulanmıştır. 200 ml meyve posası alkol karışımı (%1 HCl içeren %80 metanol ile 1' e 10 oranında seyreltilen) cam beher içine konulmuş ve ultrason probu karışım içine 5 cm derinlikte daldırılmıştır. Örneklerin sıcaklığını (25 °C) sabit tutmak için cam beher buzlu su içine yerleştirilmiştir. Elde edilen ekstraktlar diğer analizler için hava almayan bir cam şişe içinde -18°C sıcaklıkta analiz anına kadar depolanmıştır.

2.2.3. Mikrodalga destekli ekstraksiyon

Elde edilen şeftali posasından fenolik maddelerin mikrodalga destekli ekstraksiyonu için LG marka MA3882Q (1900 W) model cihaz kullanılmıştır. Ekstraksiyon için farklı güç (360, 600 ve 900 W) ve farklı süreler (30, 60 ve 90 saniye) uygulanmıştır. %80 metanol (%1 HCl içeren) ile 1' e 10 oranında seyreltilen şeftali posası cam beher içine konularak mikrodalga içinde ekstraksiyon gerçekleştirilmiştir. Elde edilen ekstraktlar, analizler için hava almayan bir cam şişe içinde -18°C sıcaklıkta analiz anına kadar depolanmıştır.

2.2.4. Toplam fenolik madde tayini

Toplam fenolik madde tayini Folin-Ciocalteu metoduna göre yapılmıştır [16]. 100 µl örnek üzerine 0,75 ml Folin- Ciocalteu çözeltisi (suda, %10'luk) eklenmiş ve oda sıcaklığında 5 dakika bekletilmiştir. 0,75 ml Na₂CO₃ (suda, 75 g/L) ilave edilerek kuvvetlice karıştırılmıştır. Oda sıcaklığında karanlıkta 1 saat bekletilmiş ve sonra 725 nm'de örneklerin absorbansları okunmuştur. Standart olarak gallik asit kullanılmış, aynı işlemler kalibrasyon eğrisi için hazırlanmış farklı konsantrasyonlardaki gallik asit çözeltilerine de uygulanmıştır. Ekstraktların absorbansları, çizilen gallik asit kalibrasyon eğrisinden okunarak toplam fenolik madde konsantrasyonu, eşdeğer gallik asit olarak hesaplanmıştır (mg GAE/kg yaş ağırlık (YA)).

2.2.5. DPPH yöntemiyle antioksidan aktivite tayini

Serbest radikal yakalama etkinliği deneyi 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH) radikali kullanılarak Blois'in metoduna göre çalışılmıştır [17]. Metod ekstraktların bir proton veya elektron verebilme yeteneğinin, mor renkli DPPH çözeltisinin rengini açması esasına dayanır. Reaksiyon karışımının absorbansının düşmesi yüksek serbest radikal giderme aktivitesinin göstergesidir. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan ekstraktlardan 100'er µl alınarak, 3,9 ml 0,1 mM DPPH (%80 metanolde) çözeltisi ilave edilmiştir. Vortekslenildikten sonra oda koşullarında karanlıkta 30 dakika bekletilerek 517 nm'de absorbansları okunmuştur. Örnek yerine 100 µl metanol (% 80'lik) kullanılarak aynı şartlarda kontrol olarak kullanılmıştır. Kontrolün absorbansı günlük olarak ölçülmüştür. % DPPH radikali giderme aktivitesi aşağıda verilen formül ile hesaplanmıştır:

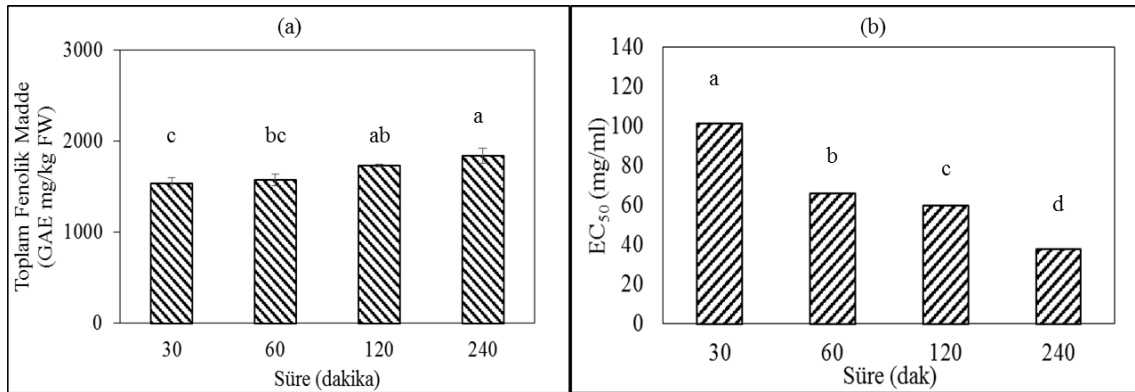
$$\% \text{ DPPH Radikali Giderme Aktivitesi} = \frac{\text{Kontrolün Absorbansı} - \text{Örnek Absorbansı}}{\text{Kontrol Absorbansı}} \times 100 \quad (1)$$

2.2.6. İstatiksel analiz

Veriler Minitab 16 (Minitab Inc.State College, PA, ABD) paket program kullanılarak % 95 güvenlik aralığında analiz edilmiş, verilerin analizinde tek yönlü ANOVA kullanılmıştır. Gruplar arasında anlamlı bir fark olup olmadığını belirlemek için Tukey's çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır. Her bir deney üç kez tekrarlanmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Şeftali posası örneklerinde fenolik madde ekstraksiyonu geleneksel yöntemle, mikrodalga ve ultrason destekli ekstraksiyon kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yöntemlerin etkinliğini kıyaslamak için örneklerde toplam fenolik madde ve antioksidan aktivite belirlenmiştir. Geleneksel yöntem ile fenolik bileşikler şeftali posasından oda sıcaklığında 30, 60, 120 ve 240 dakika sürelerde ekstrakte edilmiştir. Geleneksel yöntem ile ekstraksiyon sonucunda örneklerde belirlenen toplam fenolik madde miktarları 30, 60, 120 ve 240 dakika sonunda sırasıyla 1533,34±60,26, 1575,38±63,63, 1733,86±14,48 ve 1834,88±84,55 mg GAE/ kg YA olarak belirlenmiştir. Geleneksel yöntem ile ekstrakte edilen örneklerde bulunan toplam fenolik bileşik miktarlarındaki değişim Şekil 1(a)' da gösterilmektedir.



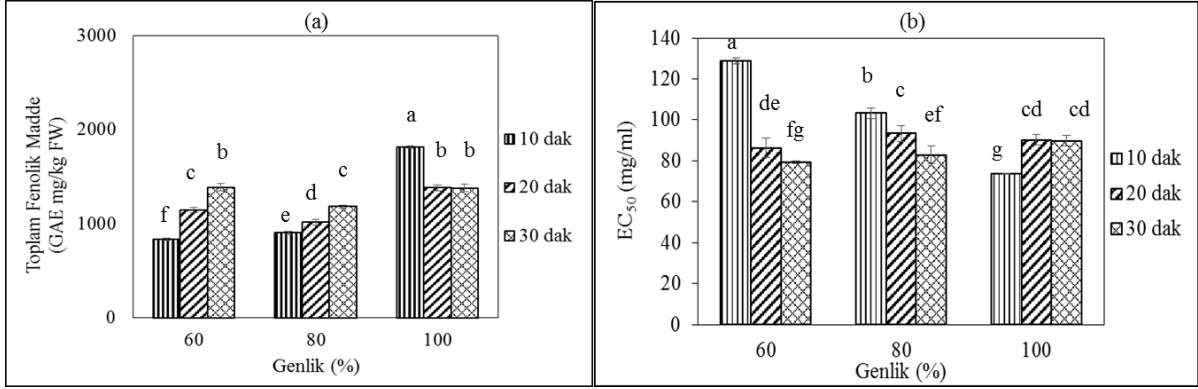
Farklı harfler (a, b, c), farklı ekstraksiyon süreleri arasında önemli bir fark olduğunu göstermektedir.

Şekil 1. Geleneksel yöntem ile farklı sürelerde elde edilen ekstraktların toplam fenolik bileşik (a) ve antioksidan aktivite (b) miktarlarındaki değişim

Geleneksel yöntem ile ekstraksiyon sonunda süre arttıkça ekstrakte edilen toplam fenolik madde miktarında ($p < 0.05$) artış gözlenmiştir. Geleneksel yöntem ile ekstraksiyon sonucunda örneklerde EC₅₀ (mg/ml) değerleri 30, 60, 120 ve 240 dakika sonunda sırasıyla 101,28±0,28, 65,96±0,14, 59,67±0,14, 37,54±0,08 mg/ml olarak belirlenmiştir. Geleneksel yöntem ile ekstrakte edilen örneklerde bulunan antioksidan miktarlarındaki değişim Şekil 1(b)'de gösterilmektedir. Geleneksel yöntem ile ekstraksiyon sonunda, ekstraksiyon süresi arttıkça elde edilen fenolik madde miktarında artış sağlanırken, EC₅₀ değerinde azalış gözlemlenmiş ($p < 0.05$) ve buna bağlı olarak antioksidan aktivite artmıştır.

Ultrason yöntemi ile ekstraksiyon yapılırken farklı genlik ve süreler sonucunda örneklerde belirlenen toplam fenolik madde miktarları %60 genlik için 10, 20, 30 dakika için sırasıyla; 836,30± 10,71, 1147,90± 17,73 ve 1388,48±11,84'dür. %80 genlikte ise 10, 20, 30 dakika için sırasıyla; 904,17±29,97, 1016,52± 32,79, 1182,85± 30,66 olarak belirlenmiştir. Son olarak %100 genlikte 10, 20, 30 dakika için sırasıyla; 1817,21± 36,95, 1383,19± 18,45, 1378,79± 39,17 olarak ölçülmüştür. Ultrason yöntemi ile ekstrakte edilen örneklerde bulunan toplam fenolik bileşik miktarlarındaki değişim Şekil 2(a)' da gösterilmektedir.

ŞEFTALİ POSASINDAN ULTRASON VE MİKRODALGA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON YÖNTEMLERİYLE FENOLİK BİLEŞİKLERİN ELDESİ

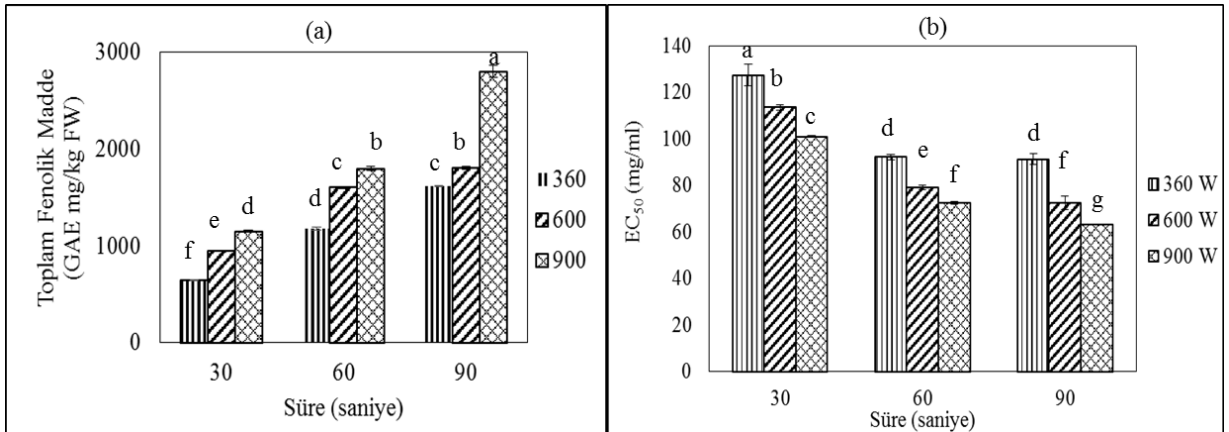


Farklı harfler (a, b, c), farklı ekstraksiyon koşulları arasında önemli bir fark olduğunu göstermektedir.

Şekil 2. UAE ile farklı süre ve genliklerde elde edilen ekstraktların toplam fenolik bileşik (a) ve antioksidan aktivite (b) miktarlarındaki değişim

Farklı genlik ve süreler uygulanan ultrason işlemi ile elde edilen ekstraktların toplam fenolik bileşik miktarındaki değişim incelendiğinde, %60 genlikte süre arttıkça ekstrakte edilen toplam fenolik madde miktarı artmıştır ($p < 0.05$). Buna karşın %80 genlikte gözlenen artış yavaşlamış ($p < 0.05$) ve 10 dakika süreden sonra ekstrakte edilen toplam fenolik madde miktarı %60 genlikte elde edilene göre daha az bulunmuştur. %100 genlikte süre arttıkça 10 dakikadan sonra toplam fenolik madde miktarında azalma ($p < 0.05$) gözlenmiştir. Gözlemlenen bu düşüşün nedeninin uzun sürelerde uygulanan yüksek güç sonucunda ekstrakte edilen maddelerin parçalanması olabileceği düşünülmektedir. Benzer şekilde üzüm ve şeftaliden ultrason destekli ekstraksiyon yöntemiyle fenolik bileşik eldesinde artan güç ve süre ile elde edilen fenolik bileşik miktarı artmaktadır [12, 13]. Buna karşın 10 dakikaya kadar uygulanan sürelerin fenolik bileşiklerin eldesini artırırken daha uzun sürelerde antosiyaninlerin olumsuz etkilenmesinden dolayı toplam fenolik madde miktarının azaldığı belirlenmiştir [12].

Ultrason destekli yöntem ile ekstraksiyon sonucunda örneklerde belirlenen EC_{50} değerleri; %60 genlik için 10, 20, 30 dakika süre sonunda sırasıyla 128,74±1,56, 86,33±4,86, 79,38±0,74 olarak bulunmuştur. Toplam fenolik maddedeki artışa bağlı olarak %60 genlikte süre arttıkça EC_{50} değerleri azalmıştır ($p < 0.05$). % 80 genlik için 10, 20, 30 dakika süre sonunda sırasıyla 103,24±2,52, 93,43±3,92, 82,92±4,46; % 100 genlik için ise 10, 20, 30 dakika süre sonunda sırasıyla 73,72±0,13, 90,11±2,58, 89,64±2,56 mg/ml olarak belirlenmiştir. Ultrason yöntemi ile ekstrakte edilen örneklerde bulunan antioksidan miktarlarındaki değişim Şekil 2(b)' de gösterilmektedir. Toplam fenolik maddedeki değişime paralel olarak %80 genlikte EC_{50} değerleri işlem süresi artışı ile azalmış ($p < 0.05$) fakat daha yavaş bir azalış gözlenmiştir. %100 genlikte süre arttıkça 10 dakikadan sonra EC_{50} değerleri artmıştır ($p < 0.05$). Bunun nedeni ekstrakte edilen fenolik madde miktarındaki azalışa paralel olarak antioksidan aktivitenin azalmasından kaynaklanmaktadır. Benzer şekilde şeftali ekstraktının antioksidan aktivitesi düşük ultrasonik güç uygulandığında artan süre ile artmaktadır [13].



Farklı harfler (a, b, c), farklı ekstraksiyon koşulları arasında önemli bir fark olduğunu göstermektedir.

Şekil 3. MAE ile farklı süre ve genliklerde elde edilen ekstraktların toplam fenolik bileşik (a) ve antioksidan aktivite (b) miktarlarındaki değişim

H. BALTACIOĞLU, E.M. ŞAHİN, E.D. KARADAĞ

Mikrodalga yöntemi ile ekstraksiyon sonucunda örneklerde belirlenen toplam fenolik madde miktarları 30, 60 ve 90 saniye ekstraksiyon sürelerinde 360W için sırasıyla $648,41 \pm 4,10$; $952,1014 \pm 3,18$; $1148,406 \pm 10,25$; 600W için sırasıyla $1175,29 \pm 15,47$; $1603,478 \pm 10,25$; $1800,58 \pm 18,45$ ve 900 W için sırasıyla, $1620,87 \pm 6,15$; $1804,928 \pm 12,30$; $2802,464 \pm 61,49$ olarak belirlenmiştir. Mikrodalga yöntemi ile ekstrakte edilen örneklerde bulunan toplam fenolik bileşik miktarlarındaki değişim Şekil 3(a)' da gösterilmektedir.

Mikrodalga yöntemi ile elde edilen toplam fenolik bileşik miktarları uygulanan süre ve güç arttıkça artış ($p < 0.05$) göstermiştir. Buna göre en yüksek fenolik madde 900 W, 90 s mikrodalga ekstraksiyonu sonucunda elde edilmiştir. Benzer şekilde nar posası ve enginar yapraklarından fenolik bileşik eldesinde mikrodalga destekli ekstraksiyonda artan güç ve süre ile elde edilen fenolik bileşik miktarı artmıştır [11]. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi ile ekstraksiyon sonucunda örneklerde belirlenen EC_{50} değerleri 360 W'da 30, 60, 90 saniye süre sonunda sırasıyla $127,41 \pm 4,77$, $92,145 \pm 1,32$, $91,29 \pm 2,23$ mg/ml, 600 W'de artan süre ile $113,49 \pm 1,26$, $79,16 \pm 1,02$, $72,52 \pm 2,90$ mg/ml ve 900 W'de 30, 60, 90 saniye süre sonunda sırasıyla $100,99 \pm 0,25$, $72,47 \pm 0,71$, $63,17 \pm 0,16$ mg/ml olarak belirlenmiştir. Mikrodalga yöntemi ile ekstraksiyon sonucunda örneklerde belirlenen EC_{50} değerlerindeki değişim Şekil 3(b)' de gösterilmektedir. Mikrodalga yöntemi ile ekstraksiyon sonunda örneklerdeki antioksidan madde miktarı fenolik madde miktarındaki artışa bağlı olarak, güç ve süre arttıkça artmış ve EC_{50} değerinde azalış ($p < 0.05$) gözlemlenmiş yani antioksidan aktivite artmıştır.

Literatüre bakıldığında şeftali kabuğunda toplam fenolik madde $1635,4 \pm 2,56$ olarak belirlenmiştir [18]. Bu değer bizim geleneksel ekstraksiyon ile bulduğumuz toplam fenolik madde miktarı ile uyumludur. Süper kritik ekstraksiyon ile şeftali posasından fenolik bileşiklerin ekstrakte edildiği bir çalışmada toplam fenolik madde miktarı 2600 mg/kg olarak belirlenmiştir [14]. Bu sonuca göre mikrodalga ile ekstraksiyon elde edilen toplam fenolik madde miktarı süper kritik ekstraksiyon ile ekstrakte edilen miktardan fazla bulunmuştur. Ultrason destekli ekstraksiyon ile şeftalide toplam fenolik madde miktarı $548,2 \pm 0,581$ mg/kg olarak belirlenmiştir [13]. Elde edilen sonuç, bu çalışmada belirlenen değerden düşüktür. Bunun nedeninin şeftaliye kıyasla posanın içerdiği kabuk miktarının daha fazla olması ve kabuktaki toplam fenolik madde miktarının yüksek olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Toplam fenolik madde değerleri kıyaslandığında geleneksel yöntemde en yüksek, 4 saat sonunda $1834,88 \pm 84,55$ mg GAE/kg YA olarak belirlenmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyonda, en yüksek değer %100 genlikte 10 dakika için $1817,21 \pm 36,95$ mg GAE/kg YA olarak ölçülmüştür. Mikrodalga destekli ekstraksiyonda ise en yüksek toplam fenolik madde değeri, 900 W ve 90 s için $2802,464 \pm 61,49$ mg GAE/kg YA olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre en yüksek toplam fenolik madde, mikrodalga destekli ekstraksiyon sonucu bulunmuştur. Toplam fenolik madde değeri açısından ultrason destekli ekstraksiyon ile geleneksel ekstraksiyon sonucunda elde edilen değer arasında önemli bir farklılık olmamasına karşın, ekstraksiyon süreleri karşılaştırıldığında ultrason destekli ekstraksiyonun avantajlı olduğu görülmektedir. Buna göre en yüksek toplam fenolik madde değeri ve en kısa ekstraksiyon süresi göz önüne alınarak mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrason destekli ekstraksiyon ve geleneksel ekstraksiyon şeklinde bir sıralama yapılabilmektedir.

Antioksidan aktivite değerleri incelendiğinde EC_{50} değeri en düşük, geleneksel ekstraksiyon için $37,54 \pm 0,08$ mg/ml, ultrason destekli ekstraksiyon için $73,72 \pm 0,13$ mg/ml ve mikrodalga destekli ekstraksiyon için $63,17 \pm 0,16$ mg/ml olarak belirlenmiştir. Buna göre en yüksek antioksidan aktivite geleneksel yöntem için belirlenirken bunu mikrodalga destekli ekstraksiyon ve ultrason destekli ekstraksiyon izlemektedir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon ile yüksek toplam fenolik madde elde edilmesine karşın, antioksidan aktivitesinin azalmasının nedeninin ekstraksiyon sırasında gözlenen sıcaklık artışı olabileceği düşünülmektedir.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada şeftali posası örneklerinden fenolik bileşiklerin geleneksel, mikrodalga ve ultrason destekli ekstraksiyonu gerçekleştirilmiş ve ekstraksiyon sonunda örneklerdeki toplam fenolik madde ve antioksidan aktivite bulunarak yöntemlerin verimliliği kıyaslanmıştır. Bulunan sonuçlar incelendiğinde etkili ekstraksiyon yönteminin mikrodalga destekli ekstraksiyon olduğu, daha sonra ultrason destekli ekstraksiyon yönteminin daha kısa sürede aynı miktarda maddenin ekstraksiyonunu sağlaması açısından geleneksel yöntemle göre daha iyi olduğu söylenebilmektedir. Meyve posaları fenolik bileşikler gibi biyoaktif bileşikler yönünden zengin atıklardır. Antioksidatif ve antimikrobiyal özellikleri ile sağlık üzerine birçok olumlu etkileri bulunan fenolik bileşiklerin elde edilmesi için geleneksel yöntemle alternatif olarak mikrodalga ve ultrason gibi yöntemlerin kullanılmasının daha kısa sürelerde daha fazla fenolik bileşik elde edilmesini sağladığı için avantajlı olduğu görülmektedir.

*ŞEFTALİ POSASINDAN ULTRASON VE MİKRODALGA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON YÖNTEMLERİYLE FENOLİK BİLEŞİKLERİN ELDESİ***TEŞEKKÜR**

Bu çalışmada kullanılan Hielscher marka UP400S cihazı için Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümüne teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] LURIE, S., CRISOSTO, C.H., “Chilling Injury in Peach and Nectarine”, *Postharvest Biology and Technology*, 37(3), 195-208, 2005.
- [2] DURST, R., WEAVER, G., “Nutritional Content of Fresh and Canned Peaches”, *Journal of The Science of Food and Agriculture*, 93(3), 593-603, 2013.
- [3] Meyve Suyu Sektör Raporu, www.meyved.org.tr (erişim tarihi 25.05.2017)
- [4] BALASUNDRAM, N., SUNDRAM, K., SAMMAN, S., “Phenolic Compounds in Plants and Agri-industrial By-Products, Antioxidant Activity, Occurrence and Potential Uses”, *Food Chemistry*, 191–203, 2006.
- [5] NACZK, M., SHAHIDI, F., “Extraction and Analysis of Phenolics in Food”, *J. Chromatography A*, 1054, 95-111, 2004.
- [6] YILDIZ, H., BAYSAL, T., “Bitkisel Fenoliklerin Kullanım Olanakları ve İnsan Sağlığı Üzerine Etkileri”, *Gıda Mühendisliği Dergisi*, 7(14), 29-35, 2003.
- [7] KILIÇ, A., “Uçucu Yağ Elde Etme Yöntemleri”, *Bartın, Orman Fakültesi Dergisi*, 10(13), 37-45, 2008.
- [8] DAHMOUNE, F., SPIGNO, G., MOUSSI, K., REMINI, H., CHERBAL, A., MADANI, K., “Pistacia Lentiscus Leaves as A Source of Phenolic Compounds: Microwave-Assisted Extraction Optimized and Compared with Ultrasound-Assisted and Conventional Solvent Extraction”, *Industrial Crops and Products*, 61, 31–40, 2014.
- [9] KAUFMANN, B., CHRISTEN, P., “Recent Extraction Techniques for Natural Products: Microwave-assisted Extraction and Pressurised Solvent Extraction” *Phytochem. Anal.* 13, 105–113, 2002.
- [10] ERGÜN, A.R., BAYSAL, T., BOZKIR, H., “Ultrason Yöntemi ile Karotenoidlerin Ekstraksiyonu”, *Gıda*, 38 (4), 239-246, 2013.
- [11] BOZKIR, H., TAŞTAN, Ö., ERGÜN, R.A., BAYSAL, E., “Meyve Ve Sebze Atıklarından Fenolik Madde Ekstraksiyonu”, IV. Uluslararası Arge Proje Pazarı. İzmir, Türkiye, 2016.
- [12] CARRERA, C., RUIZ-RODRIGUEZ, A., PALMA, M., BARROSO, C.G., “Ultrasound Assisted Extraction of Phenolic Compounds From Grapes”, *AnalChim Acta*, 732, 100-104, 2012.
- [13] ALTEMIMI, A., WATSON, D.G., CHOUDHARY, R., DASARI, M.R., LIGHTFOOT, D.A., “Ultrasound Assisted Extraction of Phenolic Compounds from Peaches and Pumpkins”, *Plosone*, 11(2), 1-20, 2016.
- [14] ADIL, I.H., CETIN, H.I., YENER, M.E., BAYINDIRLI, A., “Subcritical (Carbon Dioxide + Ethanol) Extraction of Polyphenols from Apple and Peach Pomaces, and Determination of The Antioxidant Activities of The Extracts”, *The Journal of Supercritical Fluids*, 43(1), 55–63, 2007.
- [15] EL DARRA, N., RAJHA, H.N., DEBS, E., SALEH, F., EL-GHAZZAWI, I., LOUKA, N., MAROUN, R.G., “Comparative Study between Ethanolic and β -Cyclodextrin Assisted Extraction of Polyphenols from Peach Pomace”, *International Journal of Food Science*, 2018.
- [16] SINGLETON, V.L., ROSSI, J.A., Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents”, *American Journal of Enology And Viticulture*, 16, 144–158, 1965.
- [17] BLOIS, M S., “Antioxidant Determinations by The Use of Stable Free Radical”, *Nature*, 1199-1200, 1958.
- [18] LIU, H., CAO, J., JIANG, W., “Evaluation and Comparison of Vitamin C, Phenolic Compounds, Antioxidant Properties and Metal Chelating Activity of Pulp and Peel from Selected Peach Cultivars”, *LWT-Food Science And Technology*, 63(2),1042-1048, 2015.