

**T.C.  
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇÖZÜNÜR KUŞBURNU ÇAYI ÜRETİMİNDE EKSTRAKSİYON VE  
KURUTMA OPTİMİZASYONU**

**Emrah EROĞLU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**2014**



**T.C.  
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇÖZÜNÜR KUŞBURNU ÇAYI ÜRETİMİNDE EKSTRAKSİYON VE  
KURUTMA OPTİMİZASYONU**

**Emrah EROĞLU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**Bu tez 113 O 627 proje numarasıyla TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir.**

**2014**



**T.C.  
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇÖZÜNÜR KUŞBURNU ÇAYI ÜRETİMİNDE EKSTRAKSİYON VE  
KURUTMA OPTİMİZASYONU**

**Emrah EROĞLU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

Bu tez 23/12/2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği/Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ



Prof. Dr. Sebahattin NAS



Yrd. Doç. Dr. Hilal ŞAHİN-NADEEM





## ÖZET

### ÇÖZÜNÜR KUŞBURNU ÇAYI ÜRETİMİNDE EKSTRAKSİYON VE KURUTMA OPTİMİZASYONU

Emrah EROĞLU

Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Aralık 2014, 62 sayfa

Askorbik asit içeriği açısından en zengin kaynaklardan birisi kuşburnu meyvesidir. Kuşburnu meyvelerinden marmelat ve nektar üretilmekte veya meyveler bütün halde kurutulduktan sonra doğrudan su içerisinde kaynatılarak veya ticari formdaki süzen poşetlerde hibiskus ile birlikte çay olarak tüketilmektedir. Ancak meyvedeki askorbik asit ısı, ışık gibi çevresel etmenlere karşı oldukça hassas olup, bu ürünlerin işlenmesi, depolanması ve tüketime hazırlanması aşamalarında hızla bozulmaktadır. Özellikle mevcut şekliyle çay olarak tüketilmesi sırasında askorbik asit ve hibiskus etken maddesi olan antosiyaninlerden yeterince faydalanılamamaktadır.

Bu çalışmada kuşburnu meyveleri ile hibiskus taç ve çanak yapraklarının mevcut ticari orandaki karışımları ekstraksiyon, konsantrasyon ve püskürterek kurutma işlemleriyle çözünür kuşburnu çayına dönüştürülmüştür. Bu işlemlerin her birisi maksimum etken madde elde edilecek şekilde optimize edilerek, optimum işlem koşulları hesaplanmış ve deneysel olarak doğrulanmıştır. Optimum ekstraksiyon koşullarının %5.3 hammadde, 64°C sıcaklık ve 5.4 dk süre olduğu, optimum püskürterek kurutma koşullarının ise 130°C giriş sıcaklığı, 85°C çıkış sıcaklığı ve %18.44 maltodekstrin ilavesi olduğu belirlenmiştir. Optimum koşullarda üretilen kuşburnu çaylarının askorbik asit ve toplam monomerik antosiyanin içeriği kurumaddede sırasıyla 0.92 g/100 g ve 1.11 g/100 g olarak belirlenmiştir. Buna ilaveten, optimum koşullarda üretilen çözünür kuşburnu çayı 4 ve 20°C sıcaklıkta ve %55-65 nem değerinde, 90 gün boyunca depolanmış ve bu süre içerisinde, 4°C’de depolanan örneklerin askorbik asit ve toplam monomerik antosiyanin kayıpları 25 °C’dekine kıyasla belirgin bir şekilde düşük bulunmuştur.

Ayrıca çözünür kuşburnu çayı ile kurutulmuş kuşburnu meyvelerinin fenolik madde kompozisyonunun birbirine yakın olduğu tespit edilmiştir. Geliştirilen yeni ürünün aktif madde içeriği yüksek olmasına karşın, depolama süresine bağlı olarak kekleşme problemi olduğu ve duyuşal panelde olumsuz olarak değerlendirilen bulanıklık, renk ve aroma özelliklerinin geliştirilmesi gerektiği anlaşılmıştır.

**ANAHTAR KELİMELER:** Kuşburnu, hibiskus, askorbik asit, püskürterek kurutma, çözünebilir kuşburnu çayı, optimizasyon

**JÜRİ:** Prof. Dr. Ayhan TOPUZ (Danışman)

Prof. Dr. Sebahattin NAS

Yrd. Doç. Dr. Hilal ŞAHİN-NADEEM

## **ABSTRACT**

### **EXTRACTION AND DRYING OPTIMISATION FOR PRODUCING INSTANT ROSEHIP TEA**

**Emrah EROĞLU**

**M.Sc. Thesis in Food Engineering**  
**Supervisor: Prof. Dr. Ayhan TOPUZ**  
**December 2014, 62 pages**

Rosehip fruit is one of the main L-ascorbic acid (AA) sources. The fruits are processed into marmalade and nectars or dried as whole to prepare rosehip tea either directly in boiling water or commercially packing in tea bags with hibiscus after crushed and separated the fruit flesh. In rosehip however, AA is very sensitive to environmental factors such as heat and light, and it is rapidly degraded during the course of processing, storage, and preparation steps. Especially, in tea bag, active components of the rosehips and hibiscus cannot be utilized sufficiently.

In this study, the blend of rosehip fruit, and hibiscus in commercial proportion was extracted, concentrated and spray-dried to produce instant rosehip tea. Each of these processes was optimized to obtain maximum active substances of rosehip and hibiscus and optimum process conditions were estimated and experimentally validated. It was determined that the optimum extraction conditions are 5.3% solid content, 5.4 min and 64°C, while optimum spray drying conditions are 130°C inlet and 85°C outlet air temperatures, and maltodextrin concentration of 18.44% in feed solution. The AA and total monomeric anthocyanins (TMA) content of the instant rosehip tea produced at the optimized conditions are 0.92 g/100 g dry weight and 1.11 g/100 g dry weight, respectively. In addition, soluble rosehip tea produced in the optimal conditions was stored for 90 days at two different temperatures and %55-65 relative humidity. During the storages, the AA and TMA losses at 4°C was markedly lower than that of 25°C.

Moreover, phenolic composition of the instant rosehip tea was found to be similar to phenolic composition of the dried rosehip. Although the newly developed product contained high amount of active components, it has caking problems during the storage and according to sensory panels, turbidity, color and flavor characteristics of the product need to be improved.

**KEYWORDS:** Rosehip, Hibiscus, Ascorbic acid, Spray drying, Soluble rosehip tea, Optimization

**COMMITTEE:** Prof. Dr. Ayhan TOPUZ (Supervisor)  
Prof. Dr. Sebahattin NAS  
Asst. Prof. Dr. Hilal ŞAHİN-NADEEM



## ÖNSÖZ

Kuşburnu meyvesi, C vitamini içeriği açısından bilinen en zengin meyvedir. Bu meyveler içinde bulunan tüyler sebebiyle doğrudan tüketilememekte, pulpa işlenerek reçel ve marmelat veya kurutulularak meyve çayı olarak tüketilmektedir. Kuşburnu çayı, özellikle yüksek C vitamini içeriği sebebiyle tercih edilen bir ürün durumundadır. Ancak bu çayın hazırlanma aşamasında ekstraksiyon süresinin uzunluğu ve buna rağmen biyoaktif bileşenlerin tam olarak ekstrakte edilememesi sebebiyle meyve bileşimindeki C vitamininden yeterince yararlanılamamaktadır. Bu sebeple gerçekleştirilen bu araştırma kapsamında, temel olarak kuşburnu bileşimindeki C vitamininden daha etkin bir şekilde yararlanılabilecek yeni bir ürün geliştirilmesi hedeflenmiştir.

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde bana her türlü yardım ve desteğini esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Ayhan TOPUZ'a (Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi) teşekkürlerimi sunarım.

Proje kapsamında, çalışmalarını birlikte yürüttüğümüz ve çalışmanın her aşamasında desteğini benden esirgemeyen Araş. Gör. İsmail TONTUL'a teşekkürlerimi sunarım.

Tezin gerçekleşmesi için çeşitli aşamalarda maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Cüneyt DİNÇER, Öğr. Gör. Mehmet TORUN, Araş. Gör. Sultan ARSLAN TONTUL, Zehra KASIMOĞLU, Selda YALÇIN, Ümran ÇÖL, Ferhan BALCI, Emel ZORBACI, Aysen Güher GÜNDEŞ, Firuze ERGİN, Atike Nur DURAK ve Ebru Seda UFUK'a teşekkürlerimi sunarım.

Tezin gerçekleşmesinde laboratuvar imkânlarından yararlandığım Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dekanlığı'na ve araştırmamı maddi olarak destekleyen TÜBİTAK'a (113 O 627), teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak tüm hayatım boyunca maddi manevi büyük fedakârlıklar yaparak beni yetiştiren, bu noktaya gelmemi sağlayan AİLEME, sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

## İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
ÖNSÖZ .....	iii
İÇİNDEKİLER .....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	ix
1. GİRİŞ .....	1
2. KURAMSAL BİLGİLER VE KAYNAK TARAMASI .....	3
2.1. Kuşburnu .....	3
2.2. Hibiskus.....	7
2.3. Ekstraksiyon .....	9
2.3.1. Ekstraksiyonu etkileyen faktörler .....	9
2.3.1.1. Partikül büyüklüğü .....	9
2.3.1.2. Çözücünün cinsi .....	9
2.3.1.3. Sıcaklık .....	10
2.3.1.4. Karıştırma .....	10
2.4. Çözünür Formda Çay Üretimi .....	11
2.4.1. Dondurarak kurutma .....	11
2.4.2. Püskürterek kurutma .....	11
2.5. Optimizasyon.....	12
2.5.1. Cevap yüzey metodu.....	13
2.6. Çözünebilir formda ürün üretimini konu alan çalışmalar .....	14
3. MATERYAL VE METOT .....	17
3.1. Materyal.....	17
3.2. Metot .....	17
3.2.1. Örneklerin kurutulması .....	17
3.2.2. Örneklerin ekstraksiyona hazırlanması .....	17
3.2.3. Ekstraksiyon işlemi.....	18
3.2.4. Ekstraktların konsantrasyonu.....	18
3.2.5. Çözünür kuşburnu çayı üretimi.....	18
3.2.6. Analizler.....	20
3.2.6.1. Suda çözünür kurumadde analizi.....	20
3.2.6.2. Renk analizi .....	20
3.2.6.3. pH analizi.....	20
3.2.6.4. Bulanıklık analizi.....	20
3.2.6.5. Verim.....	20
3.2.6.6. Nem miktarı ve su aktivitesi.....	21
3.2.6.7. Yığın yoğunluğu analizi .....	21
3.2.6.8. Çözünürlük analizi.....	21
3.2.6.9. Parçacık boyutu analizi.....	21
3.2.6.10. Askorbik asit analizi .....	22
3.2.6.11. Toplam monomerik antosiyanin analizi .....	23
3.2.6.12. Fenolik madde kompozisyonu analizi .....	24
3.2.6.13. Şeker analizi .....	25
3.2.6.14. Duyusal analizler .....	25

3.2.6.15. İstatistiksel analizler .....	26
4. BULGULAR VE TARTIŞMA .....	27
4.1. Hammadde Özellikleri.....	27
4.2. Ekstraksiyon Optimizasyonu .....	27
4.2.1. Hammadde/su oranının ekstraksiyon üzerine etkisi .....	32
4.2.2. Sıcaklığın ekstraksiyon üzerine etkisi.....	33
4.2.3. Sürenin ekstraksiyon üzerine etkisi .....	33
4.2.4. Cevap yüzey metodu ile belirlenen optimum ekstraksiyon şartları .....	34
4.3. Ekstraktların Konsantre Edilmesi .....	35
4.4. Püskürterek Kurutma Optimizasyonu .....	35
4.4.1. Giriş sıcaklığının püskürterek kurutma işlemine etkisi .....	39
4.4.2. Çıkış sıcaklığının püskürterek kurutma işlemine etkisi .....	39
4.4.3. Taşıyıcı madde oranının püskürterek kurutma işlemine etkisi .....	40
4.4.4. Cevap yüzey metodu ile belirlenen optimum işlem koşulları.....	40
4.5. Depolama Stabilitate Analizleri .....	41
4.5.1. Renk .....	41
4.5.2. Çözünürlük.....	41
4.5.3. Askorbik asit .....	42
4.5.4. Toplam monomerik antosiyanin .....	43
4.6. Optimum Şartlarda Üretilen Çözünür Kuşburnu Çaylarının Karakterizasyonu .....	44
4.6.1. Verim .....	44
4.6.2. Nem ve su aktivitesi.....	44
4.6.3. Yığın yoğunluğu .....	45
4.6.4. Parçacık boyutu.....	46
4.6.5. pH.....	46
4.6.6. Bulanıklık.....	47
4.7. Örneklerin Fenolik Madde Kompozisyonu .....	48
4.8. Örneklerin Şeker Bileşimi .....	49
4.9. Duyusal Analiz .....	50
5. SONUÇ .....	51
6. KAYNAKLAR .....	53
ÖZGEÇMİŞ .....	63

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### Simgeler

Bx	Suda çözünür kurumadde içeriği (%)
C*	Chroma değeri
cm	Santimetre
d	Devir
dk	Dakika
D <sub>10</sub>	Partiküllerin %10'unun belirtilen değerden küçük olduğunu gösterir
D <sub>50</sub>	Partiküllerin %50'sinin belirtilen değerden küçük olduğunu gösterir
D <sub>90</sub>	Partiküllerin %90'ının belirtilen değerden küçük olduğunu gösterir
g	Gram
h°	Hue açısı
kg	Kilogram
L	Litre
m <sup>3</sup>	Metreküp
mg	Miligram
mL	Mililitre
mm	Milimetre
nm	Nanometre
R <sup>2</sup>	Regresyon katsayısı
T <sub>i</sub>	Püskürterek kurutma giriş sıcaklığı (°C)
T <sub>o</sub>	Püskürterek kurutma çıkış sıcaklığı (°C)
s	Saniye
sa	Saat
µL	Mikrolitre
µm	Mikrometre

### Kısaltmalar

AA	L-Askorbik asit
ae	Analiz edilmedi
BHT	Butil hidroksi tolüen
DPPH	2,2-Difenil-1-Pikrilhidrazil
GAE	Gallik asit eşdeğeri (Gallic acid equivalent)
HAO	Hacim ağırlıklı ortalama
HPLC	Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (High pressure liquid chromatography)
KM	Kurumadde
NTU	Nefelometrik bulanıklık birimi (Nephelometric turbidity unit)
TMA	Toplam monomerik antosiyanin
SÇKM	Suda çözünür kurumadde
te	Tespit edilemedi
YA	Yaş ağırlık
YAO	Yüzey ağırlıklı ortalama

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Kuşburnu bitkisinin çiçek ve meyvesinin görünüşü .....	3
Şekil 2.2 L-Askorbik asit ve dehidro L-askorbik asidin yapısı.....	5
Şekil 2.3 Antosiyanin pigmentinin genel yapısı .....	8
Şekil 2.4 Püskürterek kurutma sistemi.....	12
Şekil 3.1 Çözünür kuşburnu çayı üretim aşamaları .....	19
Şekil 3.2 Askorbik asit standart kurvesi.....	23
Şekil 3.3 Duyusal panelde sunulan örnekler .....	26
Şekil 4.1 Sabit sürede (17.5 dk) hammadde oranı ve sıcaklığı SÇKM üzerine etkisi .....	29
Şekil 4.2 Sabit sıcaklıkta (75°C) zaman ve hammadde oranının SÇKM üzerine etkisi .....	30
Şekil 4.3 Sabit hammadde oranında (%10) sıcaklık ve sürenin SÇKM üzerine etkisi .....	30
Şekil 4.4 Sabit ekstraksiyon süresinde (17.5 dk) hammadde oranı ve sıcaklığı AA üzerine etkisi .....	30
Şekil 4.5 Sabit sıcaklıkta (75°C) hammadde oranı ve sürenin AA miktarına etkisi	31
Şekil 4.6 Sabit hammadde oranında (%10) zaman ve sıcaklığı AA üzerine etkisi..	31
Şekil 4.7 Hammadde oranının TMA üzerine etkisi .....	31
Şekil 4.8 Sıcaklığın TMA üzerine etkisi.....	32
Şekil 4.9 Sürenin TMA üzerine etkisi.....	32
Şekil 4.10 Konsantrasyon işlemi ile AA kaybının değişimi .....	35
Şekil 4.11 Sabit maltodekstrin oranında giriş ve çıkış sıcaklıklarının verim üzerine etkisi .....	37
Şekil 4.12 Sabit çıkış sıcaklığında (75°C) giriş sıcaklığı ve maltodekstrin oranının verim üzerine etkisi .....	38
Şekil 4.13 Sabit giriş sıcaklığında (145°C) çıkış sıcaklığı ve maltodekstrin oranının verim üzerine etkisi .....	38
Şekil 4.14 Sabit giriş sıcaklığında (145°C) çıkış sıcaklığı ve maltodekstrin oranının AA kaybı üzerine etkisi.....	38

Şekil 4.15 Çözünür kuşburnu çayının depolama süresine bağlı AA miktarı değişimi.....	42
Şekil 4.16 Depolama süresince TMA miktarındaki değişim .....	44
Şekil 4.17 Optimum şartlarda üretilen çözünür çayların parçacık boyutunun dağılımı .....	46

## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1 Bazı Meyve ve Sebzelerin C vitamini içerikleri .....	6
Çizelge 2.2 Hibiskus taç ve çanak yapraklarının kimyasal kompozisyonu .....	7
Çizelge 2.3 Doğada yaygın olarak bulunan antosiyanidinler ve yapıları.....	8
Çizelge 3.1 Öğütülmüş kuşburnu-hibiskus karışımının elek analizi sonuçları .....	18
Çizelge 3.2 Askorbik asit analizi HPLC şartları .....	22
Çizelge 3.3 Fenolik madde analizi HPLC şartları.....	24
Çizelge 3.4 Fenolik madde analizinde uygulanan gradient elüsyon programı .....	24
Çizelge 3.5 Fenolik maddelerin tutulma zamanları, dedeksiyon dalga boyu ve kalibrasyon kurvelerinden elde edilen regresyon eşitlikleri.....	25
Çizelge 3.6 Şeker analizi HPLC şartları .....	25
Çizelge 3.7 Duyusal değerlendirme formu .....	26
Çizelge 4.1 Hammaddelerin kuru ağırlık bazındaki bileşimleri .....	27
Çizelge 4.2 Box-Behnken deneme desenine göre elde edilen sonuçlar.....	28
Çizelge 4.3 Ekstraksiyon optimizasyonu için Box-Behnken eşitlik katsayıları .....	29
Çizelge 4.4 Optimum ekstraksiyon şartları.....	34
Çizelge 4.5 Box-Behnken deneme deseni ve analiz sonuçları.....	36
Çizelge 4.6 Püskürterek kurutma optimizasyonu Box-Behnken eşitlik katsayıları .	37
Çizelge 4.7 Püskürterek kurutma işlemi için belirlenen optimum şartlar .....	40
Çizelge 4.8 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin renk değerleri .....	41
Çizelge 4.9 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin çözünübilirlik değerleri ....	41
Çizelge 4.10 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin askorbik asit kayıpları .....	42
Çizelge 4.11 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin TMA kayıpları.....	44
Çizelge 4.12 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin nem içerikleri ve su aktivitesi değerleri.....	45
Çizelge 4.13 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin yığın yoğunluğu değerleri.....	45
Çizelge 4.14 Optimum şartlarda üretilen çözünür çayların parçacık büyüklükleri .	46
Çizelge 4.15 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin bulanıklık değerleri .....	47

Çizelge 4.16 Örneklerin fenolik madde kompozisyonu.....	48
Çizelge 4.17 Kuşburnu meyveleri ile optimum şartlarda üretilen ekstrakt ve çözünür kuşburnu çayının şeker bileşimi.....	49
Çizelge 4.18 Duyusal analiz sonuçları.....	50



## 1. GİRİŞ

Kuşburnu (*Rosa canina* L.), gülgiller (Rosaceae) familyasının Rosidea alt familyasına ait çok yıllık bir bitkidir. Halk arasında gülburnu, yabangülü, gül elması, köpek gülü, itburnu ve silan olarak da adlandırılmaktadır (Güneş ve Şen 2001). Kuşburnunun dünyada 100'den fazla türü belirlenmiş olup, başta Avrupa, Asya ve Orta, Doğu ve Kuzey Amerika'nın birçok bölgesinde yetişmektedir (İlbağ vd 2013). Ülkemizde ise 2000 metreye kadar yüksekliklerdeki dağ yamaçlarında, fundalıklarda, yol kenarlarında, bol güneşli veya yarı gölge yerlerde ve kuru-humuslu topraklarda olmak üzere, 27 *Rosa* türünün yetiştiği bildirilmiştir (Anşin 1996, Kiliçgun ve Altın 2010).

Kuşburnu meyvesi içerdiği fazla miktarda tohum, iç tüylülük ve bazı türlerde dış tüylülükten dolayı taze tüketime uygun değildir. Günümüze kadar yapılmış olan çalışmalarda da taze olarak tüketilebilmesi için uygun bir genotipe rastlanmamıştır (Dölek 2013). Meyvenin taze olarak tüketilememesinden dolayı kuşburnu gıda sanayinde marmelat, reçel, şarap, likör, komposto, jöle, salata, nektar meyve suyu ve kuşburnu çayı gibi ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca yüksek C vitamini sebebiyle diğer meyve ve sebze sularının C vitaminince zenginleştirilmesinde de kullanılmaktadır (Özdemir vd 1998, Şahin 2013).

Kuşburnu, C vitamini başta olmak üzere içerdiği bileşikler sayesinde vücudun savunma sistemini güçlendirmekte, enfeksiyonlara ve soğuk algınlıklarına karşı direnç sağlamaktadır. Ayrıca kısmen müshil ve idrar söktürücü etkisi ile kabızlık, böbrek ve mesane rahatsızlıklarında iyileştirici etki sağlamaktadır. Meyvenin bu iyileştirici etkisi bileşiminde bulunan C vitamini ve biyoaktif bileşenlerle ilişkilendirilmektedir.

Günümüzde kuşburnu çayı geleneksel yöntemle ve endüstriyel yöntemle olmak üzere iki farklı şekilde hazırlanmaktadır. Geleneksel yöntemde taze ya da kurutulmuş haldeki meyveler su içerisinde uzun süre kaynatılarak hazırlanmakta ve tüketilmektedir. Endüstriyel yöntemde ise kuşburnu çayı kurutulmuş haldeki meyvelerin boyutlarının küçültülmesi ve içindeki tohum ve tüycüklerin ayrılmasını takiben hibiskus taç ve çanak yaprakları ile karıştırılarak süzen poşetlerde tüketime sunulmaktadır. Ancak bu iki yöntemle de kuşburnu bileşiminde bulunan biyoaktif bileşenlerden etkin bir şekilde yararlanılamamaktadır. Geleneksel yöntemle hazırlanan kuşburnu çaylarında, uzun ekstraksiyon süresi ve yüksek ekstraksiyon sıcaklığından dolayı, meyve bileşimindeki en önemli biyoaktif bileşen olan C vitamini miktarında önemli düzeyde kayıplar meydana gelmektedir. Endüstriyel yöntemle üretilen kuşburnu çaylarında ise meyvelerin parçalanması işlemi takiben C vitamininin degradasyon hızı artmakta ve büyük ölçüde kayıplar gözlenmektedir. Bununla birlikte, süzen poşetlerle kuşburnu çayının demlenmesi sırasında meyve bileşimindeki biyoaktif bileşenler yeterince ekstrakte edilememekte ve posada kalmaktadır. Ayrıca her iki hazırlama yönteminde de atık problemi oluşmaktadır.

Bu çalışmada kuşburnu meyvesinin çay olarak kullanımındaki belirtilen problemlerin giderilmesi ve meyvenin biyoaktif bileşenlerinden en etkin şekilde yararlanabilmek amacıyla çözünür formda kuşburnu çayı geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla ilk olarak meyve bileşimindeki biyoaktif bileşenlerin en uygun şartlarda ekstrakte edilebilmesi için ekstraksiyon işleminin optimizasyonu araştırılmıştır. Ekstraksiyon işleminin optimizasyonunda değişken olarak hammaddede/su oranı ile

ekstraksiyon süre ve sıcaklığı dikkate alınmıştır. Ekstraksiyon işleminde suya geçen çözünür kurumadde, askorbik asit ve toplam monomerik antosiyanin miktarının en fazla olduğu şartlar optimum şartlar olarak belirlenmiştir. Bir sonraki aşamada optimum şartlarda üretilen ekstraktlar püskürterek kurutma işlem verimini arttırmak için döner buharlaştırıcı yardımı ile 5-6°Bx suda çözünür kurumadde değerine kadar konsantre edilmiştir.

Optimum şartlarda üretilen ekstraktlar maltodekstrin ile farklı oranlarda (%0, %15, %30) karıştırılarak homojenize edilmiş ve püskürterek kurutucu yardımı ile en uygun şartlarda çözünür kuşburnu çayına dönüştürülmüştür. Püskürterek kurutma işleminin optimizasyonunda değişken olarak giriş sıcaklığı, çıkış sıcaklığı ve maltodekstrin oranı cevap olarak ise püskürterek kurutma verimi ile askorbik asit ve toplam monomerik antosiyanin miktarındaki kayıplar dikkate alınmıştır. Kurutma işlemi sonucunda işlem veriminin en yüksek, askorbik asit ve toplam monomerik antosiyanin kaybının ise en düşük olduğu şartlar dikkate alınarak kurutma işleminin optimum şartları belirlenmiştir.

Optimum şartlarda üretilen çözünür kuşburnu çayının kalitesini belirlemek amacıyla ürüne özgü fiziksel, kimyasal ve duyuşsal analizler gerçekleştirilmiştir. Ayrıca üretilen bu ürünlerin depolama stabilitesinin belirlenmesi amacıyla ürünler üç ay boyunca 4°C ve 20°C'de depolanarak depolama stabilite analizleri gerçekleştirilmiştir.

## 2. KURAMSAL BİLGİLER VE KAYNAK TARAMASI

### 2.1. Kuşburnu

Ülkemizde 17'si Doğu Karadeniz bölgesinde olmak üzere 27 farklı *Rosa* türü yetişmektedir (Anşin 1996). Bu türler içinde en yaygın bulunanı yabani kuşburnu olarak da bilinen *Rosa canina* L.'dir. *Rosa canina* haziran ayında çiçek açmakta ve yılda bir kez (Ağustos-Eylül) meyve vermektedir (Yamankaradeniz 1983).

Kuşburnu bitkisi 0.5-4.0 m kadar boylanabilen, dik veya sarkık formu, gövde ve dalları genellikle dikenli bir bitkidir. Kökleri 4 m derine kadar gittiğinden genellikle kuraklıktan etkilenmez. Kötü iklim şartlarına oldukça dayanıklı bir meyve türüdür. Meyve türü ve yetiştiği bölgeye göre ağırlığı 0.41-7.72 g meyve etinin meyveye oranı %51-74 arasında değişmektedir (Ekincialp ve Kazankaya 2012). Bitkinin çiçekleri beyaz ya da pembe renkli olabilmektedir. Meyveleri yuvarlak ya da eliptik şekilli, meyve rengi ise sarı, turuncu veya kırmızı renkte olabilmektedir (Şekil 2.1). Meyve içi tüylü olup çok sayıda çekirdek içermektedir (Demir ve Ozcan 2001).



Şekil 2.1 Kuşburnu bitkisinin çiçek ve meyvesinin görünüşü

Kuşburnu meyvesi doğal fitokimyasal bileşiklerce zengin bir meyvedir. Meyvenin askorbik asit (AA), fenolik bileşikler, karotenoidler, tokoferoller, flavonoidler, pektin, amino asitler, yağ asitleri, organik asitler, şekerler, fosfolipidler, galaktolipidler, yağ asitleri ve terpenoid bileşikler açısından zengin bir kaynak olduğu belirtilmiştir (Ercisli 2007, İlbay vd 2013). Kuşburnu içerdiği bu bileşikler nedeniyle sağlık açısından önemli bir meyve konumundadır.

Doğadaki diğer tüm meyvelerden daha fazla AA içeren kuşburnu meyvesi, tatlı ve mayhoştur. Kuşburnunun AA içeriği iklimik koşullara, meyve türüne ve yıllara göre değişiklik gösterebilmektedir (Demir ve Ozcan 2001). Meyvenin tür ve olgunluk durumuna göre değişmekle beraber 2122-3158 mg/100 g AA içerdiği bildirilmiştir (Özdemir vd 1997, Özdemir vd 1998, Cemeroglu 2009). Meyvenin tatlılığı glikozdan, ekşiliği ise sitrik ve malik asitten kaynaklanmaktadır. Kuşburnu meyvesi B1, B2, E ve K vitaminleri (Kilicgun ve Altiner 2010) ile  $\beta$ -karoten,  $\beta$ -kriptoksantin, rubiksantin, zeaksantin ve lutein gibi karotenoid bileşikleri de içermektedir (Kadalkal vd 2002, Böhm vd 2003, Koca vd 2008). Kuşburnu meyvesinde hidrokisisinamik asit, kateşin, kuersetin ve kamferol gibi fenolik maddeler de bulunmaktadır (Koca vd 2008). Bu meyvede toplam fenoliklerin 59.21-122.9 mg/g, toplam flavonoidlerin ise 4.00 mg/g düzeyinde olduğu

rapor edilmiştir (Gao vd 2000, Yoo vd 2008). Ayrıca kuşburnu mineral madde bakımından da zengindir. Kuşburnunun mineral kompozisyonunu potasyum, sodyum, kalsiyum, magnezyum, demir, mangan, fosfor, bakır, çinko gibi katyonlar ve sülfat, klorür, nitrat gibi anyonlar oluşturmaktadır (Kilicgun ve Altiner 2010).

Kuşburnu içerdiği bileşikler sayesinde bedenin bağışıklık sistemini güçlendirmekte, enfeksiyonlara ve soğuk algınlıklarına karşı direnç sağlamaktadır. Kısmen müshil ve idrar söktürücü özellikleri ile kabızlık, böbrek ve mesane rahatsızlıklarında iyileştirici etki göstermektedir. Bunlara ilave olarak böbreküstü bezlerini olumlu etkileyerek önemli hormonların üretimine katkıda bulunduğu bildirilmektedir. Ayrıca kuşburnu meyvesinin yara iyileştirici ve kan temizleyici özellikleri olduğu, vücuttaki taş ve kum kaynaklı rahatsızlıklar gibi pek çok rahatsızlığın giderilmesine katkı sağladığı yönünde bilgiler bulunmaktadır (Ercisli 2007, Karasakal 2007, Ilbay vd 2013, Karasakal ve Gurkan 2013, Roman vd 2013).

Kuşburnu gıda sanayinde marmelat, şarap, likör, komposto, jöle, salata, nektar ve meyve suyu gibi ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca yüksek C vitamini sebebiyle diğer meyve ve sebze sularının C vitaminince zenginleştirilmesinde de kullanılmaktadır (Özdemir vd 1998, Şahin 2013). Kuşburnu meyvesi gıda sanayisi dışında ilaç sanayinde AA ve proantosiyanın kaynağı olarak da kullanılmaktadır (Oszmianski ve Chomin 1993). Bununla birlikte meyvenin kozmetik sanayinde (güneş kremi, şampuan, nemlendirici, gülsuyu, gülyağı), deri sanayinde (sepi maddesi olarak) ve yem sanayinde (çekirdeklerinden balık yemi, kuşyemi ve at yemi) kullanıldığı da bildirilmektedir. Kuşburnu bitkisi kırmızı meyveleri, beyaz ve uçuk pembe çiçekleri ile peyzaj çalışmalarında ve kuvvetli kök yapısı sayesinde erozyonla mücadelede de kullanılmaktadır (Karasakal 2007).

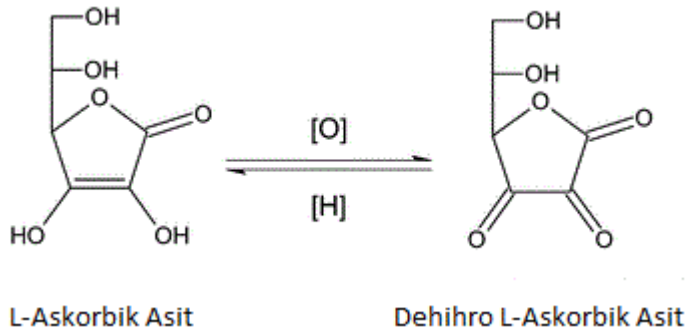
Kuşburnu çayı, kuşburnu meyvesinin önemli tüketim şekillerinden birisidir. Bu çay evlerde geleneksel olarak bütün haldeki meyvelerin su içerisinde uzun süre kaynatılmasıyla elde edilirken, endüstriyel olarak meyve eti ayrıldıktan sonra hibiskus ile karışım halinde süzen poşetlerde tüketicilere pazarlanmaktadır. Çaya işlenecek kuşburnu meyvesinin tercihen olgunlaşmanın dolayısıyla da renk dönümünün tamamen tamamlandığı aşamada olması arzu edilmektedir. Nitekim olgunlaşmış kuşburnu meyvelerinden elde edilen ürünün renk ve lezzet açısından aşırı olgunlaşmış kuşburnu meyvelerinden elde edilene nazaran daha üstün olduğu belirtilmektedir (Gleb 1976).

Günümüzde kuşburnu çayı ticari olarak yaklaşık %40 oranında hibiskus ile karıştırılarak pazarlanmaktadır. Bu nedenle tüketiciler normal şartlarda sarı-turuncu renkli olan kuşburnu ekstraktını hibiskus ilavesi ile kırmızı bir renkte ve kendine has aroması ile tüketmeye alışmıştır. Dolayısıyla kuşburnu çayı ve bu çaydan üretilmesi planlanan ürünler hibiskustan ayrı düşünülmemelidir.

Kurutulmuş kuşburnu meyvesinin çay olarak tüketime hazırlanması sırasında ekstraksiyon sıcaklığının etkisi ile AA miktarında %31.5-71.0 arasında değişen kayıpların görüldüğü belirtilmiştir (Akyüz vd 1996). Kuşburnu çayında L-askorbik asit ekstraksiyon kinetiği üzerinde yapılan çalışmalarda, ekstraksiyon hızının parçacık boyutunun artmasıyla azaldığı, ancak sıcaklık ve pH'dan etkilenmediği bildirilmiştir (Spiro ve Chen 1993).

İngiltere’de gerçekleştirilen bir çalışmada öğütülmüş kuşburnu örneklerinin (3 g) distile ve oksijeni alınmamış su ile 80°C’de 30 dakika süreyle ekstraksiyonu sonucunda 200 mL’deki AA miktarları 7.40-16.96 mg olarak tespit edilmiştir. Ayrıca aynı çalışmada ticari kuşburnu paketlerinde (hibiskus ilaveli) AA oranının ağırlıkça % 0.15 olduğu belirtilmiştir (Yıldız 2005). Başka bir araştırmada, Acar ve Demir (2001) sadece kuşburnu içeren örneklerin AA içeriklerinin 1.45-4.99 mg/100 mL, kuşburnu ve hibiskus içeren örneklerin ise 0.33-4.74 mg/100 mL arasında değiştiğini tespit etmişlerdir.

Kuşburnu meyveleri bileşiminde birçok biyoaktif bileşen ihtiva etmesine rağmen, AA ve fenolik bileşikler, kuşburnu meyvesinin yapısında bulunan en önemli biyoaktif bileşenlerdir. Bu bileşenlerden AA suda çözünebilir bir antioksidan olup önemi ilk kez 1747’de keşfedilmiştir (Nojavan vd 2008). Asidik ve indirgen özellik gösteren bu vitaminin doğal formu L-izomer olup, vücutta D-izomer L-izomerin % 10’u kadar aktivite gösterebilmektedir. L-askorbik asit, dehidro L-askorbik asit (Şekil 2.2) ve L-askorbik asit tuzları (sodyum, potasyum ve kalsiyum L-askorbat) için genel olarak C vitamini terimi kullanılmaktadır. Gıdalarda C vitaminin çoğunluğunu (% 80-90) L-askorbik asit oluşturmaktadır (Ameye ve Chee 2006, Saldamlı 2007).



Şekil 2.2 L-Askorbik asit ve dehidro L-askorbik asidin yapısı (Saldamlı 2007)

AA, stabilitesi oldukça düşük bir bileşiktir. Aerobik ve anaerobik yollarla, oksijen, ısı, ışık ve depolama süre ve sıcaklığı gibi etkenlere bağlı olarak degradasyona uğramaktadır (Burdurlu vd 2006, Saldamlı 2007).

Kuşburnu meyvesi doğada bileşiminde en fazla miktarda C vitamini bulunduran gıdadır. C vitamini, kuşburnu dışında Turunçgiller başta olmak üzere çeşitli meyve ve sebzelerde de bol miktarda bulunmaktadır (Çizelge 2.1). Güçlü bir antioksidan özellik gösteren AA insan sağlığı için elzem bir vitamindir (Kalt vd 1999, Cemeroğlu 2009).

Çizelge 2.1 Bazı Meyve ve Sebzelerin C vitamini içerikleri (Cemeroğlu 2009)

Meyve ve Sebzeler	C vitamini ( mg/100 g YA)
Kuşburnu	2122 - 3158
Çilek	60
Limon	45 - 55
Mandalina	40 - 50
Portakal	40 - 55
Biber	100 - 130
Karnabahar	70 - 80
Ispanak	40 - 50
Bezelye	10 - 50

Birçok hayvan, enzim sistemleri sayesinde D-glikoz üzerinden gerçekleşen tepkimeler ile AA sentezleyebilmektedir (Nishikimi vd 1994). Ancak C vitamininin insanlar tarafından sentezlenememesi ve vücutta depolanamaması sebebi ile günlük diyetle alınması zorunludur (Şahin 2013).

Gıdalardaki C vitamini genellikle vücuda alındıktan birkaç saat sonra ince bağırsaklarda emilerek dolaşım sistemi ile dokulara taşınmakta, fazlası ise böbreklerden idrarla dışarı atılmaktadır. Bir insanın günlük C vitamini ihtiyacı yaşa ve cinsiyete bağlı olarak 35-100 mg düzeyinde değişmekle birlikte önerilen miktar 60 mg/gün'dür. Vücutta C vitamini yetersizlik derecesine göre hafif veya şiddetli semptomlar görülebilmekte, uzun süre eksikliği ise skorbüt hastalığına yol açmaktadır (Saldamlı 2007).

Fenolik bileşikler kuşburnu meyvesinin yapısında bulunan bir başka önemli bileşen grubudur. Genel olarak bir ya da daha fazla hidroksil grubunun bağlanmış olduğu bir benzen halkası içeren bileşiklere fenolik bileşikler (polifenoller) denmektedir. Hemen hemen bütün bitkisel ürünlerde az veya çok miktarda bulunan polifenoller, bulunduğu gıdaya acı-buruk bir tat vermektedir. Polifenol grubu bileşikler tat dışında birçok meyvenin rengi üzerinde de çeşitli etkilere sahiptir. Fenolik bileşikler kendi içerisinde fenolik asitler ve flavonoidler olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır (Saldamlı 2007, Cemeroğlu 2009).

Flavan türevleri olarak da adlandırılan flavonoidler bitkisel fenoliklerin en büyük grubunu oluşturmaktadır. Flavonoidler kendi içerisinde antosiyanidinler, flavonlar ve flavonoller, flavononlar, kateşinler ve löykoantosiyanidinler ve son olarak proantosiyanidinler olmak üzere beş farklı gruba ayrılmaktadırlar. Fenolik asitler ise hidrokisinnamik asitler ve hidrokisibenzoik asitlerden oluşmaktadır. Fenolik asitler doğada genellikle serbest halde bulunmamakta, karboksil asit grupları üzerinden karbonhidratlar, glikozitler, aminoasitler, proteinler ve bazı diğer bileşiklerle esterleşmiş halde bulunmaktadırlar. Meyve ve sebzelerin işlenmesi sırasında ise bu bileşikler hidrolize uğrayarak fenolik asitler ortaya çıkmaktadırlar. Fenolik bileşikler genel olarak bitkinin dış yüzeyindeki hücre duvarlarında bulunmakta ve bitkiyi dış etkilere karşı korumaktadır (Saldamlı 2007, Cemeroğlu 2009).

Fenolik bileşikler her ne kadar enzimatik ve enzimatik olmayan yollarla kolayca okside olabilen maddelerse de, oksidasyona olan eğilimleri farklılık göstermektedir. Özellikle enzimatik yollarla gerçekleşen esmerleşme reaksiyonları meyve ve sebzelerin

işlenmesi açısından önem arz etmektedir. Çeşitli sebeplerle meyve ve sebzelerin dokularında meydana gelen zedelenmeler sonucu, polifenol oksidaz (PPO) enzimi ile fenolik bileşiklerin etkileşimi olası hale gelmekte ve esmerleşme reaksiyonları gerçekleşmektedir. Bu esmerleşme reaksiyonları sonrasında meyve ve sebzelerin hem rengi, hem de tadında değişimler meydana gelerek ürünün kalitesi düşmektedir (Saldamlı 2007, Cemeroğlu 2009).

## 2.2. Hibiskus

Hibiskus, Malvaceae familyasında yer alan ve Afrika ve Asya'da yaygın olarak yetiştirilen bir bitkidir. Hibiskus geleneksel olarak bitki çaylarında ve sıcak ve soğuk meşrubatlarda aroma verme amacıyla (Da-Costa-Rocha vd 2014) ve yüksek pigment içeriğinden dolayı gıda renklendiricisi (Gonzalez-Palomares vd 2009) olarak kullanılmaktadır. Bunun dışında bitkinin çiçeklerinin etli, kırmızı renkli ve ekşi lezzetteki çanak yapraklarının dondurma, fermente içecekler, kek, marmelat, jöle, puding ve şarap yapımında kullanıldığı bildirilmiştir (Da-Costa-Rocha vd 2014).

Gıda ve medikal alanında farklı amaçlar için kullanımıyla birlikte, hibiskus bitkisinin dünya çapında önemli bir konumda olmasının temel sebebi; endüstriyel olarak üretilen çay ve meşrubat ürünlerinde kullanılan bir katkı olmasından kaynaklanmaktadır. Hibiskus bitkisinin 300'den fazla farklı türü olmakla beraber, çaylara katılanan hibiskus çiçek yaprakları, genellikle *Hibiscus sabdariffa* spp. *edulis* L. bitkisinden elde edilmektedir (Spiro ve Chen 1993, Da-Costa-Rocha vd 2014).

Hibiskus bitkisinin çiçekleri antosiyaninler, flavonoidler ve polifenollerce zengin bir içeriğe sahiptir (Lin vd 2007). Bitkinin fenolik içeriği başlıca delfinidin-3-glikozit ve siyanidin-3-sambiosit gibi antosiyaninlerden kaynaklanmaktadır. İçerdiği bu bileşiklerden dolayı hibiskus yaprakları aynı zamanda antioksidan özellik de göstermektedir (Aurelio vd 2008, Da-Costa-Rocha vd 2014). Hibiskus çayının ekşi tadı %15-30 oranında değişen asit içeriğinden ( sitrik, malik, tartarik asit ve hibiscin), şarap kırmızısı rengi ise yaklaşık %1.5 oranındaki antosiyanin içeriğinden kaynaklanmaktadır (Anonymous 2000). Hibiskus taç ve çanak yapraklarının kimyasal kompozisyonu Çizelge 2.2 de verilmiştir.

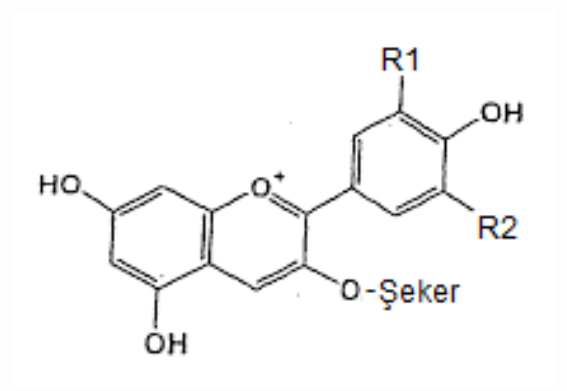
Çizelge 2.2 Hibiskus taç ve çanak yapraklarının kimyasal kompozisyonu (Da-Costa-Rocha vd 2014)

Protein (g/100 g)	3.3
Karbonhidrat (g/100 g)	9.2
Yağ (g/100 g)	0.3
Riboflavin (mg/100 g)	0.45
Tiamin (mg/100 g)	0.45
Askorbik asit (mg/100 g)	54
Kalsiyum (mg/100 g)	1.72
Fosfor (mg/100 g)	214
Demir (mg/100 g)	4.8

Hibiskus yaprakları bazı bitki ve meyve çaylarına özellikle renk geliştirici olarak katılanmaktadır. Bu renk, hibiskus yapraklarının içeriğinde bulunan antosiyaninlerden

kaynaklanmaktadır. Hibiskus antosiyaninlerinin antioksidan ve antikanserojenik etkilerinin olduğu da bildirilmiş, ancak bu antosiyaninlerin ısı işleme karşı oldukça hassas olduğu belirtilmiştir (Gonzalez-Palomares vd 2009).

Çilek, üzüm, erik, nar ve kırmızılahana gibi daha birçok meyve ve sebzenin pembeden mora kadar değişen renkleri antosiyanin grubu pigmentlerden kaynaklanmaktadır. Antosiyaninler suda çözünen glikozit yapısındaki bileşiklerdir. Antosiyaninlerin aglikon olarak adlandırılan, şeker olmayan kısımları fenolik bileşikler olan antosiyanidinlerden oluşmaktadır. Antosiyanidinler doğada serbest halde bulunmamaktadır. Aglikon olarak adlandırılan bu gruplar glikoz, galaktoz, ramnoz, ksiloz ve arabinoz gibi çeşitli şekerler ile bağlanarak antosiyaninleri oluşmaktadır. Bir antosiyaninin temel yapısı Şekil 2.3'te gösterilmiştir (Saldamlı 2007, Cemeroglu 2009).



Şekil 2.3 Antosiyanin pigmentinin genel yapısı (Cemeroglu 2009)

Doğada yaklaşık 20 farklı antosiyanidin bulunduğu bilinmekle beraber, gıdalarda genellikle pelargonidin, siyanidin, peonidin, delfinidin, petunidin ve malvinidin adı verilen antosiyanidinler bulunmaktadır. Bu altı antosiyanidin arasındaki farklılık Şekil 2.3'te gösterilen R1 ve R2 gruplarına bağlanan moleküllerden kaynaklanmaktadır. Doğada yaygın olarak bulunan bu antosiyanidinlerin yapısal farklılıkları Çizelge 2.3'te verilmiştir (Saldamlı 2007, Cemeroglu 2009).

Çizelge 2.3 Doğada yaygın olarak bulunan antosiyanidinler ve yapıları

Antosiyanidin	R1	R2
Pelargonidin	H	H
Siyanidin	OH	H
Peonidin	OCH <sub>3</sub>	H
Delfinidin	OH	OH
Petunidin	OCH <sub>3</sub>	OH
Malvinidin	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>

Antosiyaninlerde renk antosiyanidin grubu ve bağlı olan şekerlerin türü, pH, şeker dışı grupların yapıya bağlanma durumu gibi faktörlere bağlı olarak değişmektedir. Antosiyanidin grubuna bağlı olan hidroksil grubu sayısı arttıkça molekül mavi, hidrojen sayısı arttıkça ise kırmızı renkte olmaktadır. Antosiyaninlerin rengi üzerinde en önemli



olan faktör ise pH değeridir. Antosiyaninli çözeltiler düşük pH değerlerinde mor-kırmızı, daha yüksek pH değerlerinde ise yeşil-mavi renk vermektedir (Saldamlı 2007, Cemeroglu 2009).

### **2.3. Ekstraksiyon**

Bitkisel materyallerden çözünen toz formda ürün eldesinin ilk aşamasını katı sıvı ekstraksiyonu oluşturmaktadır. Ekstraksiyon kısaca bir ayırma yöntemi olarak tanımlanabilmektedir. Bir karışımdan istenen veya istenmeyen bir bileşiğin uygun bir çözücü yardımıyla ayrılması işlemine ekstraksiyon denilmektedir. Gıda sanayinde ekstraksiyon sıvı-sıvı ekstraksiyonu ve katı-sıvı ekstraksiyonu olmak üzere iki şekilde yapılmaktadır.

Katı-sıvı ekstraksiyonu, bir katının içinde bulunan çözünen özellikteki bileşenin, sıvı bir çözücü yardımıyla bu katıdan uzaklaştırılması olarak tanımlanmaktadır. Bu işlem genellikle sıcak su veya uygun çözücü karışımları ile gerçekleştirilmektedir (Handa vd 2008). Katı-sıvı ekstraksiyonunun hızı ve verimi; ekstraksiyon sıcaklığı, çözücü polaritesi, katı/sıvı oranı, ekstraksiyon süresi, seçilen katı maddenin çözücüye ne ölçüde temas ettiği ve katının kullanılan çözücü içerisindeki çözünürlük derecesi gibi çeşitli işlem parametrelerinden etkilenmektedir. Gıdaların yapısındaki bileşenler çoğunlukla ısıya hassas oldukları için en önemli parametre genellikle ekstraksiyon sıcaklığıdır. Yüksek ekstraksiyon sıcaklıklarının uygulanması örnekte bulunan aktif bileşenlerin degradasyonuna yol açabilmektedir (Earle 1966, Crank 1975, Tzia ve Liadakis 2003, Pin vd 2011).

#### **2.3.1. Ekstraksiyonu etkileyen faktörler**

##### **2.3.1.1. Partikül büyüklüğü**

Partikül boyutu bir ekstraksiyona iki şekilde etki etmektedir. Küçük boyutlu partiküller, çözücünün katı ile temas eden yüzeyini arttırmakta, bu sayede ekstraksiyon hızı sabiti ve difüzyon katsayısı, dolayısıyla ekstraksiyon hızı da artmaktadır (Torun vd 2014). Ancak partikül boyutunun çok fazla küçültülmesi durumunda, çözücünün tüm partiküllerin arasına homojen dağılması güçleştiği ve ekstraksiyon veriminin düştüğü belirtilmektedir. Bununla birlikte, partikül boyutunun çok küçük olması, ekstraksiyon sonrasında çözücünden katı partiküllerin ayrılmasını güçleştirmektedir (Foust vd 1960).

##### **2.3.1.2. Çözücünün cinsi**

Katı-sıvı ekstraksiyonunda çözücü seçimi de partikül boyutu kadar önemli bir unsur olduğu belirtilmektedir. Literatürde bu kapsamda çeşitli araştırmalara dair sonuçlar mevcuttur. Spigno vd (2007) tarafından gerçekleştirilen bir optimizasyon çalışmasında, üzüm posasındaki fenolik bileşiklerin ekstraksiyon verimi üzerine süre, sıcaklık ve çözünen bileşiminin etkisi araştırılmıştır. Bu çalışmada fenolik bileşik miktarının etanol içerisindeki su oranını %10'dan %30'a kadar artırma ile doğru orantılı, %60 ve üzerinde ise ters orantılı olarak etkilediği belirtilmiştir. %30-60 arasındaki su oranında ise fenolik bileşen miktarının sabit kaldığı bildirilmiştir.

Gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise, su ve %50, %70 ve %90 oranında metanol, etanol ve aseton içeren çözeltiler ile ananas, muz ve guava meyvelerinden elde edilen ekstraktların antioksidan aktiviteleri incelenmiştir. Çalışma sonuçlarına göre; ananas için %90 aseton, muz için %70 etanol, guava meyvesi için ise %90 aseton içeren çözücü sistemlerin en yüksek antioksidan özellik gösterdiği bildirilmiştir. Aynı çalışmada su ile elde edilen ekstraktların DPPH inhibisyonu ise ananas için %12, muz için %36, guava için %82 olduğu belirtilmiştir (Alothman vd 2009).

Ekstrakte edilecek meyveye göre değişmekle beraber, çözücü seçiminde özellikle dikkat edilmesi gereken üç noktadan bahsedilmektedir. Bunlar; çözücünün ekstrakte edilecek olan çözülebilir bileşeni iyi çözmesi, viskozitesinin mümkün olduğunca düşük olması ve işlemin sonraki aşamalarına uygunluğudur (Foust vd 1960, Crank 1975). Bunların dışında çözücünün çevreye olan etkisi, sağlığa olan etkisi gibi faktörler de çözücü seçiminde dikkat edilmesi gereken diğer hususlardır.

### **2.3.1.3. Sıcaklık**

Çözünürlük genellikle sıcaklıkla doğru orantılı bir faktör olduğundan, ekstraksiyonun gerçekleştirildiği sıcaklık artırıldığında, çözücünün partikül içindeki difüzyon katsayısının ve buna bağlı olarak ekstraksiyon debisinin artması beklenmektedir (Foust vd 1960, Crank 1975). Literatürde çeşitli çalışmalarda bu hipotezi destekler nitelikte sonuçlar mevcuttur. Örneğin, buğday kepeğinden fenolik bileşiklerin optimum şartlarda ekstraksiyonu üzerine gerçekleştirilen bir çalışmada, çözücü konsantrasyonu, ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin etkileri araştırılmıştır. Bu çalışmada 25-75°C sıcaklık aralığında denemeler yapılmış ve 65°C 'de ekstraktlardaki fenolik madde bileşiminin maksimum seviyeye çıktığı, sıcaklığın daha da artırılmasının ise işlem üzerine önemli düzeyde bir etkisinin olmadığı belirtilmiştir (Wang vd 2008). Literatürde fenolik maddelerin ekstraksiyonu üzerine gerçekleştirilen diğer çalışmalarda da benzer şekilde ekstraksiyon sıcaklığının ekstrakte edilen bileşenler üzerine önemli düzeyde etkisinin olduğu tespit edilmiştir. Silva vd (2007) tarafından gerçekleştirilen çalışmada 65.2°C, Pompeu vd (2009) tarafından geliştirilen çalışmada ise 55°C sıcaklığına kadar sıcaklıktaki artışın ekstraksiyon verimini arttırdığı, bu sıcaklıklardan daha yüksek değerlerde ise ekstraksiyon veriminin düştüğü bildirilmiştir.

Isıya karşı hassas bileşenlerin ekstraksiyonunda ise sıcaklık ekstraksiyon hızını ve verimini arttırdığı gibi, bileşenlerin degradasyonuna da yol açabilmektedir. Bu sebeple sıcaklığın ekstraksiyon üzerine olumlu etkileri olduğu gibi, olumsuz etkileri de gözlenmektedir. Spiro ve Chen (1993) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ekstraksiyon sıcaklığının belli bir seviyeye kadar artması ile AA miktarında bir artış olduğu bildirilmiştir. Ancak sıcaklık değerinin daha yüksek seviyelere çıkması sonucunda ise, AA miktarında azalmalar gözlemlendiği belirtilmiştir.

### **2.3.1.4. Karıştırma**

Karıştırma, katı-sıvı ekstraksiyonunda difüzyonun artmasını ve partikül yüzeyinde kütle transferine karşı direncin azalmasını sağlamaktadır. Belirli bir karıştırma hızından sonra ise karıştırma hızının artırılması ekstraksiyon debisini etkilememektedir. Çünkü sıvının karıştırılmasının etkisi, ekstraksiyon debisinin katıdaki çözülebilir maddelerin difüzyon hızı ile kontrol edilmeye başlandığı noktaya kadardır. Bu noktadan

itibaren difüzyon hızı diğer değişkenler (sıcaklık, partikül boyutu) sabit olduğundan değişmemekte ve karıştırma hızından etkilenmemektedir (Foust vd 1960, Crank 1975).

## **2.4. Çözünür Formda Çay Üretimi**

Endüstride çözünür özellikte ürün üretiminde genellikle ya dondurarak ya da püskürterek kurutma yöntemleri uygulanmaktadır. Dondurarak kurutma yönteminde enerji tüketiminin, dolayısıyla maliyetin püskürterek kurutma işlemine göre 50 kat daha fazla olduğu bildirilmektedir (Gharsallaoui vd 2007, Koç vd 2010). Bu sebeple dondurarak kurutma genellikle ısıl işleme karşı hassas olan bileşenler içeren gıdaların kurutulmasında kullanılmaktadır. Diğer ekstraktların kurutulmasında ise püskürterek kurutma yöntemi tercih edilmektedir.

### **2.4.1. Dondurarak kurutma**

Dondurarak kurutma gıdanın yapısında bulunan suyun uzaklaştırılması için gıda kalitesine zarar vermeden uygulanabilecek en iyi yöntemdir. Bu kurutma yönteminin ilkesi, ekstraktın içeriğinde bulunan suyun önce dondurulması, daha sonra uygulanan vakum ile yapıdaki buzun süblimasyonu ile gaz haline geçirilerek uzaklaştırılması şeklindedir (Ratti 2001, Cemeroğlu 2009).

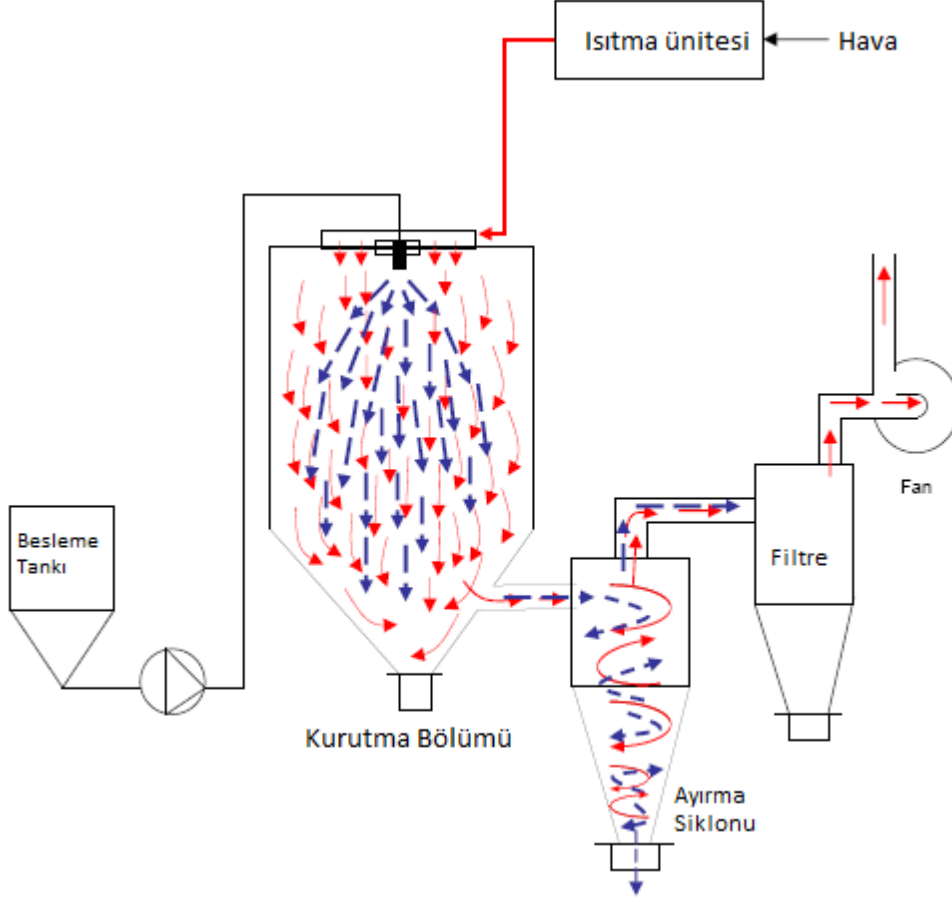
Bu yöntemde, uygulama sırasında sıvı formda suyun bulunmaması ve düşük sıcaklıklarda çalışılmasından dolayı birçok bozulma ve mikrobiyal faaliyetler ya durmakta, ya da çok düşük hızlarda gerçekleşmektedir. Ayrıca suyun yapıdan gaz formunda uzaklaşmasından dolayı suyun gıdadan ayrılması sırasında gıdanın yapısına zarar verilmemekte ve bu sebeple gıda şekilsel ve tekstürel özelliklerini en iyi seviyede muhafaza etmektedir. Tüm bu etkilerden dolayı dondurarak kurutma işleminde ürün kalitesi diğer kurutma yöntemlerine kıyasla çok daha iyi korunabilmektedir. Ancak kalite üzerindeki bu olumlu etkilerine rağmen, yüksek maliyeti sebebiyle genellikle tercih edilmeyen bir yöntem konumundadır (Ratti 2001, Kirmaci vd 2008).

### **2.4.2. Püskürterek kurutma**

Sıvı halde bulunan, ısıya karşı stabilitesi yüksek olan ve kurutularak toz haline getirilmesi hedeflenen ürünlerde uygulanacak en ideal yöntemlerden birisi püskürterek kurutmadır. İlk kez 1900'lerde sütün kurutulması ve ardından 1930'larda kahvenin kurutulması için denenmiş olan bu kurutma yöntemi, ısıya dayanıklı maddelerin kurutulması için oldukça uygundur. Bu yöntemi diğer kurutma yöntemlerinden ayıran temel özellikler; kurutma işleminin hızlı, ürünün kurutma esnasında sıcak hava ile temasının çok kısa ve elde edilen kuru toz ürünün paketlemeye hazır halde olmasıdır. Bu yöntemde dikkat çeken diğer üstün özellikler ise ürünün toplam kurutma süresinin 3-10 s arasında olması ve ürün partiküllerinin hiçbir zaman kurutmada kullanılan havanın yaş termometre sıcaklığından daha yüksek değerlere çıkmamasıdır. Bu özellik sayesinde kurutucu bölmesi girişinde, ürüne hiçbir zarar vermeden, oldukça yüksek sıcaklıkların kullanılabilmesi mümkün olmaktadır (Marshall 1954).

Püskürterek kurutma ünitesi temel olarak besleme tankı, ısıtma ünitesi, kurutma silindiri, ayırma siklonu ve hava filtresinden oluşmaktadır (Şekil 2.4). Püskürterek kurutma işlemi için ilk adım uygun taşıyıcı materyalin seçilmesidir. Seçilen taşıyıcı materyal

uygun çözücü içinde belirli bir süre rehidrate edildikten sonra kurutulacak olan materyal ile karıştırılarak homojenize edilmektedir. Homojenize edilen karışım sıcak hava bulunan kurutma bölümüne atomize edilerek beslenmekte ve gıdanın yapısında bulunan serbest su sıcaklığın etkisiyle hızla buharlaştırılarak kurutulmaktadır (Tontul 2011).



Şekil 2.4 Püskürterek kurutma sistemi (kırmızı çizgiler hava, mavi çizgiler ise ürün akışını göstermektedir) (Tontul 2011)

Püskürterek kurutma işleminde ürün kalitesi üzerine birçok faktör etkilidir. Literatürde çeşitli araştırmalarda püskürterek kurutma işleminde son ürün kalitesi üzerine; hava giriş ve çıkış sıcaklıkları, hava akış hızı, kullanılan havanın nemi, örneğin besleme sıcaklığı ve hızı, su ya da başka bir çözücü sistem kullanımı, örneğin konsantrasyonu, vb. faktörlerin etkisi olduğu bildirilmiştir (Cal ve Sollohub 2010, Koç vd 2014).

## 2.5. Optimizasyon

Optimizasyon herhangi bir prosesin belirlenen hedefler (yanıtlar) doğrultusunda, bağımsız değişkenlerin birbiriyle olan etkileşimleri ve bu bağımsız değişkenlerin yanıtı olan etkileri de göz önüne alınarak en uygun şartlarda bir araya getirilerek uygulanması işlemidir. Proseslerin optimizasyonunda genellikle cevap olarak sistem performansı veya kalite kriterlerini belirleyen birçok etken ile çalışılmaktadır. Optimizasyon işlemi için bu

yanıtların bazılarının maksimum seviyede olması istenirken, bazılarının ise minimum seviyede olması arzu edilmektedir.

Optimizasyon işlemi proses üzerine süresini kısaltma, enerji tasarrufu sağlama, istenilen kalitede ürün elde edebilme vb. gibi çeşitli avantajlar sağlamaktadır. Optimizasyon işlemlerinde yanıtlar uygulanmakta olan procese göre değişmekle beraber genellikle sistemin performansı veya üretilen ürünün kalite kriterlerini belirleyen çok sayıda değişkenle eş zamanlı olarak çalışılmaktadır (Koç 2008). Birçok durumda tanımlanan yanıtlar birbiri ile rekabet halinde, bir başka deyişle bir yanıtın geliştirilmesi diğer yanıt üzerinde ters etki oluşturabilmektedir. Bu sebepten dolayı optimizasyon çalışmalarında sistemi karakterize eden bütün yanıtların hep birlikte değerlendirilmesi gerekmekte, ancak bu durumda optimizasyon işlemi oldukça karmaşık bir hal almaktadır (Eren 2004).

Optimizasyon işlemindeki bu karmaşıklığı gidermek amacıyla; çok yanıtli optimizasyon problemlerinin kısıtlanmış optimizasyon problemi olarak ele alınması, izohips eğrilerinin çizilerek üst üste yerleştirilmesi ve istenebilirlik fonksiyonu gibi farklı yaklaşımlar denenmiştir. Çok yanıtli optimizasyon problemlerinin kısıtlanmış optimizasyon problemi olarak ele alınmasında, cevapları etkileyen bazı faktörlere sınırlama konulması sebebiyle en iyi dengenin sağlanması mümkün olmamaktadır. İzohips eğrilerinin üst üste çizilmesi yaklaşımında ise optimum sonuçlar elde edilebilmektedir. Ancak çok sayıda bağımsız değişkenin bir arada incelendiği durumlar için izohips eğrilerinin çiziminde zorluklarla karşılaşılması sebebiyle bu yaklaşım kullanılabilirliğini kaybetmektedir (Myers ve Montgomery 1995). Diğer bir yaklaşımda ise tüm cevaplar istenebilirlik fonksiyonu olarak adlandırılan tek bir fonksiyon altında toplanmakta ve bu fonksiyonun istenen sonuçları verecek şekilde maksimize edilmesini içermektedir (Eren 2004).

### **2.5.1. Cevap yüzey metodu**

İlk olarak 1951 yılında Box ve Wilson tarafından yapılan bir çalışmada geliştirilen cevap yüzey metodu (Response Surface Methodology) istatistiksel ve matematiksel analiz tekniklerinin birlikte kullanıldığı; mevcut proseslerin iyileştirilmesi, optimize edilmesi ve yeni proseslerin geliştirilmesi gibi uygulamalarda kullanımı yaygın bir analiz metodudur. Bu çalışmada Box ve Wilson metodunun temelini oluşturan eleme, bölge araştırma işleminin/ürününün karakterize edilmesi ve optimizasyonu kapsayan bir seri deneme felsefesini ortaya koymuşlardır (Box ve Wilson 1951).

Cevap yüzey metodunun temelini bir dizi istatistiksel ve matematiksel hesaplama oluşturmaktadır. Bu metotla gerekli hesaplamaların yapılabilmesi için öncelikle sistemi karakterize edebilecek cevaplar ve bu cevapların üzerinde etkili olabilecek değişkenlerin (faktörlerin) belirlenmesi gerekmektedir. Birçok processte çok sayıda değişkenin olabilmesi uygulamada çeşitli zorluklarla karşılaşılmasına sebep olmaktadır. Bu sebeple araştırmacının proses hakkındaki teknolojik bilgisi ve bir takım ön denemeler, belirlenecek olan bu değişkenlerin seçiminde büyük kolaylıklar sağlayabilmektedir. Belirlenen değişkenler ile elde edilen deneme planında, bağımsız değişkenlerin farklı seviyelerine karşı alınan cevaplar üzerinden analiz gerçekleştirilebilmektedir. Bu sayede daha az sayıda deneme ile gerçekte test edilmesi oldukça zor olan değerlerin ve bunların kombinasyonlarının cevaplar üzerine olan etkisi belirlenebilir ve uygulanmakta olan

prosesin hedefleri için en uygun şartlar kolaylıkta ortaya konabilmektedir (Myers ve Montgomery 1995, Khuri 2006).

## 2.6. Çözünabilir formda ürün üretimini konu alan çalışmalar

Al-Kahtani ve Hassan (1990) tarafından pilot ölçekli bir püskürterek kurutucu ile hibiskus ekstraktının kurutulması üzerine yapılan bir çalışmada, elde edilen ürünün nem, protein, pH, parçacık boyutu, yığın yoğunluğu, çözünürlük ve mikrobiyolojik özellikleri açısından en verimli sonuçların 198.5°C'de gerçekleştirilen kurutma işleminde elde edildiğini belirtmişlerdir. Ayrıca ürünün yüksek sıcaklıklarda kurutma silindirine yapıştığı, bu sebeple sıcaklık artışına paralel olarak ürün veriminin azaldığı bildirilmiştir.

Püskürterek kurutma işleminin hibiskus bileşiminde bulunan aroma maddelerine etkisinin araştırıldığı bir çalışmada, hibiskus ekstraktları farklı giriş sıcaklıklarında (150-210°C) kurutulmuş ve ürünün aroma bileşimi incelenmiştir. Çalışma sonuçlarına göre toz üründe, hibiskus ekstraktlarında bulunan bazı bileşenlerin tespit edilemediği, ayrıca ekstraktlarda bulunmayan yeni bileşenlerin de oluştuğu belirlenmiştir (Gonzalez-Palomares vd 2009).

Şahin-Nadeem vd (2011) tarafından dağ çayı ile gerçekleştirilen bir çalışmada ise püskürterek kurutma işleminde ürün veriminin ve özelliklerinin giriş sıcaklığı ve farklı taşıyıcı madde kombinasyonlarından önemli düzeyde etkilendiği tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre ürün veriminin taşıyıcı madde artışına paralel olarak arttığı ancak, giriş sıcaklığındaki artışla azaldığı belirtilmiştir.

Şahin-Nadeem vd (2013) tarafından adaçayı ile gerçekleştirilen bir başka çalışmada püskürterek kurutma şartlarının ürünün nem içeriği, su aktivitesi, yığın yoğunluğu ve çözünürlüğü üzerine etkileri araştırılmıştır. Çalışma sonuçlarına göre püskürterek kurutucunun giriş sıcaklığı, kullanılan taşıyıcı madde ve taşıyıcı madde konsantrasyonunun ürünün fizikokimyasal özellikleri üzerine önemli düzeyde etkisi olduğu tespit edilmiştir.

Someswararao ve Srivastav (2012) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada çözünür formda çay üretimi için ilk olarak soldurma işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra soldurulan çay yapraklarının bileşiminde bulunan özüt preslenerek yapraklardan ayrılmış ve fermantasyona tabi tutulmuştur. Ekstrakt daha sonra ısıtılarak santrifüj edilmiş ve vakum altında kurutularak çözünür çay üretilmiştir. Presleme sonrası kalan çay yaprakları ise vakum altında sıcak hava ile kurutularak düşük kaliteli çay olarak kullanılmıştır. Uygulanan proses sonucunda 1 kg yeşil çay yaprağından 20±2 g çözünür çay ve 220±20 g preslenmiş düşük kaliteli çay üretilebilmiştir. Ayrıca çalışmada çözünür çayın ve preslenmiş düşük kaliteli çayın teaflavin miktarının tearubijin miktarına oranı (TF:TR) sırasıyla 0.084 ve 0.140 olarak hesaplandığı bildirilmiştir.

Yüksek aroma içerikli çözünür çay üretimi için gerçekleştirilen bir çalışmada sıcak su ekstraksiyonu, soğuk ekstraksiyon ve vurgulu elektrik alan altında ekstraksiyon denenmiş, daha sonra ekstraktlar dondurarak konsantre edilmiş ve yine dondurarak kurutularak çözünür çaya dönüştürülmüştür. Araştırma sonuçlarına göre analiz edilen temel bileşenler açısından en yüksek verimin (%22.7) optimum şartlarda vurgulu elektrik alan altında ekstrakte edilen (hammadde/su oranı: 1/20, elektriksel alan gücü: 20 kV/cm

ve vurgu frekansı: 125 Hz) ve çözünür çaya dönüştürülen ekstraktlardan elde edildiği bildirilmiştir (Ye vd 2014).

Yeşil çaydan minimum ve maksimum kafein içeren çözünebilir çay üretimi üzerine gerçekleştirilen bir araştırmada, ekstraksiyon ve püskürterek kurutma prosesleri optimize edilmiştir. Optimum şartlar ekstraksiyon işlemi için 100°C sıcaklık, 4 dk süre ve 1/20 hammadde/su oranı, püskürterek kurutma işlemi içinse 180°C giriş sıcaklığı ve 115°C çıkış sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Belirlenen bu şartlarda çözünür yeşil çayın kafein bileşiminin %83 oranında azaltılarak 7 mg/g kafein içerdiği bildirilmiştir (Vuong vd 2013).

Alasalvar vd (2013) tarafından gerçekleştirilen bir araştırmada düşük ve yüksek kaliteli siyah çaylar kullanılarak üretilen iki farklı çözünür çayın kimyasal bileşimi araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre çözünür çaylarda 56.68-59.84 g/100 g karbonhidrat, 19.31-19.86 g/100 g protein ve 17.35-17,82 g GAE/100 g toplam fenolik madde bulunduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte çözünür çayın bileşiminde 13 mineral madde, 6 flavonol, 4 suda çözünür vitamin, 2 alkaloid, 1 karotenoid ve 1 fenolik asidin tanımlanabildiği bildirilmiştir.

Farklı kahve hazırlama yöntemleri ile üretilen kahvelerin antioksidan özelliklerinin karşılaştırıldığı bir çalışmada, çözünür formdaki kahveler ile hazırlanan kahvelerin daha yüksek antioksidan özellik gösterdiği tespit edilmiştir. Kahvelerdeki bu antioksidan özelliğin yüksek miktarda içerdiği fenolik bileşiklerden kaynaklandığı bildirilmiştir (Niseteo vd 2012).

Rodríguez-Hernández vd (2005) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada kaktüs meyvelerinden elde edilen ekstraktın püskürterek kurutulmasında işlem koşullarının ürün üzerine etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla püskürterek kurutucu sisteminin giriş sıcaklığı (205°C ve 225°C), kurutma işlemi sırasındaki hava basıncı ( 0.1 ve 0.2 MPa) ve taşıyıcı olarak kullanılan maltodekstrin çeşidinin (DE10 ve DE20) ürünün nem miktarı, C vitamini ve toplam renk değişimi üzerine etkisi incelenmiştir. Araştırma sonuçlarına göre AA miktarı üzerine taşıyıcı madde olarak kullanılan maltodekstrin çeşidinin ve giriş sıcaklığı ile hava basıncı etkileşiminin önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) etkisinin olduğu belirtilmiştir. Püskürterek kurutma işlemi içinse en uygun şartların 215°C, 0.15 MPa %20.5 maltodekstrin miktarı olduğu bildirilmiştir.

Hint dutu meyvesinin sıcak su ekstraksiyonu ile elde edilen ekstraktlarının püskürterek kurutulmasında taşıyıcı olarak *K*-karragenan kullanılmış ve işlem sıcaklığı ile taşıyıcı madde oranının ürün kalitesi üzerine etkisi araştırılmıştır. Araştırma sonuçlarına göre püskürterek kurutuma sıcaklığı ve kullanılan taşıyıcı madde oranı ürünün nem miktarı, antioksidan madde miktarı, toplam fenolik madde miktarı ve toplam flavonoid madde miktarı üzerine önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) etkili bulunmuştur. Ayrıca püskürterek kurutuma işlemi için optimum şartların 90°C sıcaklık ve %60 taşıyıcı madde oranı olduğu bildirilmiştir (Krishnaiah vd 2011).

Püskürterek kurutma işleminde giriş sıcaklığı, taşıyıcı olarak kullanılan maltodekstrin çeşidi ve maltodekstrin miktarının kurutulmuş portakal suyunun özelliklerine etkisinin araştırıldığı bir çalışmada; üretilen ürünlerin nem miktarı, yığın yoğunluğu, rehidrasyon yeteneği ve yapışkanlık ve kekleşme derecesi incelenmiştir.

Çalışma sonuçlarına göre giriş sıcaklığındaki artışa ve maltodekstrin oranındaki düşüğe paralel olarak ürünün nem miktarının azaldığı tespit edilmiştir. Yığın yoğunluğunun ise kullanılan maltodekstrinin dekstroz eşdeğerindeki artış ve giriş sıcaklığı ile kullanılan maltodekstrin oranındaki düşüğe birlikte arttığı belirtilmiştir. Yapışkanlık ve kekleşme derecesinin ise giriş sıcaklığı ve maltodekstrin konsantrasyonundaki artışa, maltodekstrinin dekstroz eşdeğerindeki düşüğe paralel olarak azaldığı bildirilmiştir (Goula ve Adamopoulos 2010)



### **3. MATERYAL VE METOT**

#### **3.1. Materyal**

Arařtırmada kullanılan kuřburnu meyveleri Balıkesir ilinden taze olarak temin edilmiřtir. Kuřburnu aylarının renk aısından zenginleřtirilmesi amacıyla kullanılan yeni sezona ait hibiskus ta ve anak yaprakları ise Antalya’da bulunan yerel bir firmadan temin edilmiřtir. Puskürterek kurutma iřleminde tařıyıcı madde olarak Maltodekstrin DE 18 (Maldex 180, Amylum Slovakia, Slovakya) kullanılmıřtır. Analizlerde kullanılan kimyasal sarf malzemeleri Sigma-Aldrich ve Merck firmalarından temin edilmiřtir.

#### **3.2. Metot**

##### **3.2.1. rneklerin kurutulması**

Balıkesir ilinden bir hafta arayla hasat edilen olgun ve taze kuřburnu meyveleri hasat edildiđi gn iinde kargo ile Antalya’ya gnderilmiř ve bir sonraki gnn sabahında laboratuvara ulařtırılmıřtır. Laboratuvara getirilen her bir partideki meyveler kızıřma ihtimaline karřı oda sıcaklıđında bir gn boyunca bekletilmiřtir. Daha sonra kuřburnu meyveleri (her biri 20 kg) iki partiye ayrıldıktan sonra 2 farklı yntemle kurutulmuřtur. Dođal konveksiyonla kurutma iřlemi glge kořullarda ve oda sıcaklıđında denge nispi nemine kadar gerekleřtirilmiřtir. Bu iřlem yaklařık 30 gn srede gerekleřmiř ve rnlerdeki nem ieriđi %5-10 seviyesine kadar dřrlmřtir. Zorlamalı konveksiyonla kurutma iřlemi ise tepsili kurutucuda 60°C sıcaklık ve 1.25 m/s hava hızında gerekleřtirilmiřtir. Bu iřleminde de yine rnler %5-10 su ieriđine kadar kurutulmuř ve iřlem sresi yaklařık 9 saat olarak gerekleřmiřtir.

Dođal ve zorlamalı konveksiyonla kurutulan meyveler optimizasyon alıřmalarında ve znr kuřburnu ayı retimlerinde kullanılmak zere -20°C’de dondurularak muhafaza edilmiřtir. Ayrıca bu rnekler dıřında her hasat zamanına ait rneklerden 5 kg alınarak taze meyve bileřim analizlerini gerekleřtirmek zere -20°C dondurularak depolanmıřtır.

##### **3.2.2. rneklerin ekstraksiyona hazırlanması**

Kuřburnu meyvesinden ve hibiskus ta ve anak yapraklarından zgene ktle geiř hızını arttırmak amacıyla ekstraksiyon iřlemi ncesinde boyut kltme iřlemi uygulanmıřtır. Kurutulmuř kuřburnu meyveleri ekstraksiyon iřlemi ncesi hibiskus ta ve anak yaprakları ile ktlece 4/1 oranında (ticari kořullarda szen pořetlerdeki kuřburnu-hibiskus oranı) karıřtırılarak đtlmř, đtme iřleminin sonrasından sonra meyvelerin ty ve ekirdekleri iin herhangi bir ayırma iřlemi yapılmamıřtır. đtme iřleminin tm rnekler iin eřdeđer olmasına zen gsterilmiřtir. đtlmř materyalin partikl byklk dađılımları izelge 3.1’de verilmiřtir. alıřmalarda AA oksidasyonunu nlemek amacıyla her seferinde taze đtlmř rnek kullanılmıřtır.

Çizelge 3.1 Öğütülmüş kuşburnu-hibiskus karışımının elek analizi sonuçları (%)

6.3 mm üstü	4.75 mm üstü	3.35 mm üstü	2.0 mm üstü	1.0 mm üstü	500 µm üstü	180 µm üstü	125 µm üstü	125 µm altı
0.22	0.54	0.65	26.48	15.50	19.56	28.85	7.19	1.00

### 3.2.3. Ekstraksiyon işlemi

Ekstraksiyon işlemi öncesi ön denemeler gerçekleştirilerek optimizasyon işlem parametrelerinin alt ve üst sınırları 60-90°C sıcaklık, 5-30 dk ekstraksiyon süresi ve %5-15 hammadde/su oranı olarak belirlenmiştir. Ekstraksiyon işlemi etkili parametreler için belirlenen alt ve üst sınır değerlerine göre oluşturulan deneme planında, öğütülerek hazırlanan örnekler ile çalkalamalı su banyosunda (WiseBath, Wisd Laboratory Instruments), 150 d/dk çalkalama hızıyla gerçekleştirilmiştir. Belirtilen şartlara göre hazırlanan örnekler kaba filtre kâğıdı yardımı ile süzülerek soğutulmuş ve analizler gerçekleştirilene kadar 4°C’de muhafaza edilmiştir.

### 3.2.4. Ekstraktların konsantrasyonu

Optimum koşullarda elde edilen ekstraktlar püskürterek kurutma sırasında enerji sarfiyatını ve kalite kaybını düşürmek ve ürün verimini arttırmak amacıyla ön konsantrasyon işlemine tabi tutulmuştur. Bu amaçla örnekler döner buharlaştırıcı (Laborota 4000, Heidolph) yardımı ile 50°C sıcaklıkta 5-6° Bx değerine kadar konsantre edilmiştir. Konsantre edilen ekstraktlar püskürterek kurutma işleminden önce ekstrakt kurumaddesi üzerinden %0-30 maltodekstrin ile karıştırılarak manyetik karıştırıcı yardımı ile homojenize edilmiştir.

### 3.2.5. Çözünür kuşburnu çayı üretimi

Konsantre edilen ekstraktlar püskürterek kurutma ünitesinde (Büchi Mini Spray Dryer B-290) kurutularak çözünür kuşburnu çayına dönüştürülmüştür. Püskürterek kurutma işlemi 130-160°C giriş sıcaklığı, 65-85°C çıkış sıcaklığı ve kurumadde üzerinden %0-30 taşıyıcı (maltodekstrin) oranı sınır değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Kurutma performansını etkileyen hava hızı ise püskürterek kurutma cihazının %100 aspirasyon gücü ile sağlanmıştır. Optimum şartlarda hazırlanan ekstraktlar belirlenen hava çıkış sıcaklıklarını sağlayacak hızda (100-500 mL/sa) peristaltik pompa yardımı ile atomizere beslenmiştir. Homojen bir besleme yapabilmek amacıyla ekstraktlar oda sıcaklığında manyetik karıştırıcı yardımıyla sürekli karıştırılmıştır. Püskürterek kurutucuya beslenen bu ekstraktlar 5 barlık sabit hava basıncı (yaklaşık 500 L/sa hava hızı) ile döndürülen atomizer yardımıyla kurutma silindirene püskürtülerek kurutulmuş ve kuruyan çözünür kuşburnu çayı siklon seperatörde ayrıldıktan sonra ürün toplama kabına toplanmıştır. Çözünür kuşburnu çayının üretim aşamaları Şekil 3.1’de gösterilmiştir. Elde edilen ürünler nem almayacak şekilde amber renkli örnek şişelerine doldurulmuş ve analizler gerçekleştirilene kadar -18°C’de muhafaza edilmiştir.

Depolama testlerine tabi tutulacak örnekler ise üretimin hemen sonrasında 30 mL hacimli amber renkli, sızdırmaz özellikteki şişelere eşit miktarda (her biri 10 g) doldurularak kapatılmıştır. Bu örnekler iki farklı sıcaklıkta (4°C ve 20°C) ve %55-65

bağlı nem değerinde (her sıcaklık için 10'ar şişe olmak üzere toplam 20 farklı örnek) 90 gün süreyle depolanmıştır. Depolama süresince 0, 10, 30, 60 ve 90. günlerde her sıcaklığa ait iki farklı örnekten homojen bir şekilde örnekleme yapılarak depolama analizleri gerçekleştirilmiştir.



(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 3.1 Çözünür kuşburnu çayı üretim aşamaları (a: ekstraksiyon, b: konsantrasyon, c: püskürterek kurutma, d: çözünür kuşburnu çayı)

### 3.2.6. Analizler

#### 3.2.6.1. Suda çözümlü kurumadde analizi

Suda çözümlü kuru madde değerleri refraktometre (Hanna Digital H10, ABD) kullanılarak belirlenmiştir. Ölçümler 25±1°C’de gerçekleştirilmiştir.

#### 3.2.6.2. Renk analizi

Çözünür kuşburnu çayı örneklerinin rengi, bu örneklerle hazırlanan çaylarda (2 g/100 mL) Hunter L.a.b. renk ölçme cihazı (Conica-Minolta, CR 400, Sensing, Inc, Japan) kullanılarak ölçülmüştür. Ölçümler öncesinde cihaz magnezyum oksit beyaz plaka kullanılarak (L = 95.24, a = -0.32, b = 3.01) kalibre edilmiştir. Analiz sonucunda elde edilen L, a, b değerleri kullanılarak örneklerin Hue açısı ( $h^\circ$ ) ve Chroma ( $C^*$ ) değerleri aşağıdaki eşitlikler (2.1 ve 2.2) yardımı ile hesaplanmıştır (Caner ve Aday 2009).

$$h^\circ = \frac{180}{\pi} \times \tan^{-1}(b/a) \quad (2.1)$$

$$C^* = \sqrt{(a^2 + b^2)} \quad (2.2)$$

#### 3.2.6.3. pH analizi

pH analizleri pH ölçüm cihazı (FE20 - Five easy, Mettler-Toledo, Ohio, ABD) kullanılarak oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Analizlerden önce pH metre standart tampon çözeltiler (pH: 4.01 ve pH: 7.00) ile kalibre edilmiştir.

#### 3.2.6.4. Bulanıklık analizi

Çözünür kuşburnu çayı örneklerinin saf su ile hazırlanan çözeltilerinin bulanıklığı turbidimetre (Hach 2100 N, Loveland, Co, USA) kullanılarak Tajchakavit vd (2001)’e göre ölçülmüştür. Hach turbidimetrenin örnekleme hücreğine sınır çizgisine kadar örnek koyularak gerçekleştirilen analiz sonunda sonuçlar Nefelometrik Bulanıklık Ünitesi (Nephelometric Turbidity Unit, NTU) olarak ifade edilmiştir.

#### 3.2.6.5. Verim

Çözünür kuşburnu çayının tüm işlem hattına ait genel verimleri ve püskürterek kurutma işleminin verimi gravimetrik yöntemle belirlenmiştir. Genel verim, 1 kg hammaddeden (kurutulmuş haldeki kuşburnu ile hibiskus yaprak karışımı) elde edilen ürün miktarı olarak; püskürterek kurutma işleminin verimi ise elde edilen çözünür kuşburnu çayının kurumadde miktarının atomizere yüklenen kurumadde miktarına oranı olarak hesaplanmış ve sonuçlar % olarak verilmiştir.

### 3.2.6.6. Nem miktarı ve su aktivitesi

Kuşburnu ekstraktının nem miktarı ile çözünür kuşburnu çayının nem miktarı gravimetrik olarak kuru madde tayin cihazında (Kern DBS 60-3, Balingen, Almanya) belirlenmiştir. Çözünür kuşburnu çayının su aktivitesi ise su aktivitesi ölçüm cihazı (AquaLab 4TE, USA) kullanılarak 25°C’de ölçülmüştür.

### 3.2.6.7. Yiğın yoğunluğu analizi

Çözünür kuşburnu çayının yiğın yoğunluğu Beristain vd (2001)’e göre belirlenmiştir. Bu amaçla püskürterek kurutulmuş 2 g örnek ölçülü silindire tartılmış ve bu silindir, yiğın yoğunluğu ölçme cihazına yerleştirilmiştir. İçerisinde örnek bulunan silindir 30 mm mesafeden 10 kez serbest düşmeye bırakılmış ve örneğin son hacmi kaydedilmiştir. Örnek ağırlığının kaydedilen hacme bölünmesi ve gerekli birim dönüştürmesinden sonra da yiğın yoğunluğu kg/m<sup>3</sup> olarak verilmiştir.

### 3.2.6.8. Çözünürlük analizi

Çözünür kuşburnu çayı örneklerinin çözünme oranı Cano-Chauca vd (2005) tarafından bildirilen metoda göre belirlenmiştir. Bu amaçla 0.1 g örnek, oda sıcaklığındaki 50 mL saf su içerisinde manyetik karıştırıcıda (VWR Stirrer, ABD) 600 d/dk’da 5 dk süreyle karıştırılarak çözündürülmüştür. Elde edilen çözelti santrifüj tüplerine aktararak, 3000 g’de 5 dk santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrasında üstte kalan sıvı kısımdan alınan 20 mL örnek, önceden darası alınmış cam petri kaplarına aktarılmış ve 70°C’de sabit tartıma gelene kadar kurutulmuştur. Ağırlık farkından hesaplanan yüzde çözünme oranı örneklerin kuru maddesi üzerinden verilmiştir.

### 3.2.6.9. Parçacık boyutu analizi

Çözünür kuşburnu çayı örneklerinde parçacık boyut analizleri lazer difraksiyon prensibi ile çalışan parçacık boyut analiz cihazı (Malvern, Mastersizer 2000SR, İngiltere) ve bu cihaza bağlanan toz modülü (Malvern Hydro 2000S, İngiltere) kullanılarak Fuchs vd (2006)’a göre yapılmıştır. Analiz örneklerin 2-propanol içerisinde disperse edilmesiyle 3 paralelli olarak gerçekleştirilmiş, sonuçlar cihazın yazılımı (Malvern Application Ver. 5.60) yardımıyla hacim ağırlıklı ortalama (HAO), yüzey ağırlıklı ortalama (YAO), D<sub>10</sub>, D<sub>50</sub> ve D<sub>90</sub> değeri (µm) olarak hesaplanmıştır.

HAO genellikle parçacık sayısının önemsiz olduğu durumlarda kullanılmakta ve aşağıdaki eşitlikte (2.3) verilen formül ile hesaplanmaktadır (Tontul ve Topuz 2013). Aynı zamanda Sauter ortalama çapı olarak da bilinen YAO ise aktif yüzeylere sahip veya yüzey alanının önemli olduğu durumlarda kullanılmaktadır. Sauter ortalama çapı parçacık hacminin küpünün, yüzey alanının karesine bölümü ile aşağıdaki eşitlikte (2.4) verildiği gibi hesaplanmıştır (Tontul ve Topuz 2013).

$$D_{43} = \frac{\sum n_i d_i^4}{\sum n_i d_i^3} \quad (2.3)$$

$$D_{32} = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2} \quad (2.4)$$

Parçacık büyüklüğünü ifade etmek için kullanılan diğer bir değer  $D_x$  değeridir.  $D_x$  değerini temsil eden  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  ve  $D_{90}$  değerleri parçacıkların sırasıyla %10, %50 ve %90'ının kendisinden küçük olduğu değerdir.

### 3.2.6.10. Askorbik asit analizi

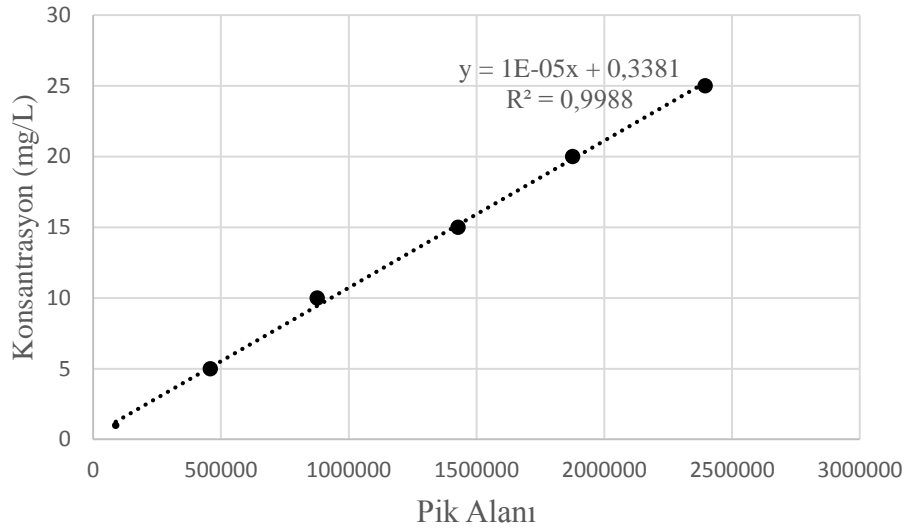
Örneklerin AA içerikleri Asami vd (2003) tarafından uygulanan metoda göre HPLC ile tespit edilmiştir. Uygulanan yöntemde meyve örnekleri 10 g'lık partiler halinde tartılarak 100 mL *m*-fosforik asit çözeltisinde (%4.5) blender yardımı ile parçalanarak, ekstraktlar *m*-fosforik asit çözeltisi (%4.5) ile 10 kat seyreltilerek, tozlar ise 0.2 g tartıldıktan sonra 10 mL *m*-fosforik asit çözeltisi içinde çözündürülerek elde edilen çözeltiler membran filtreden (0.45 µm) süzülerek HPLC'ye enjekte edilmiştir. Örnekler DGU-20A5 degaz ünitesi, LC-20AD pompa ünitesi, SIL-20AD otomatik örnekleyici, CTO-20AC kolon fırını, SPD-20M20A diode array detektörden oluşan HPLC sisteminde analiz edilmiştir.

*m*-Fosforik asit ile farklı konsantrasyonlarda hazırlanan standart AA çözeltileri örnek analiz koşullarında yürütülmüş ve tutunma zamanı belirlenmiştir. Örnek pikleri ile standart pikinin tutunma zamanı, UV spektrumları ve benzerlik indeksleri dikkate alınarak tanımlama yapılmıştır. Ayrıca örneklere standart L-askorbik asit ilave edilerek pik alanlarındaki değişimler dikkate alınarak doğrulanmıştır.

Örneklerdeki AA miktarı, örneklerle aynı koşullarda cihaza enjekte edilen 5 farklı konsantrasyondaki L-askorbik asit standart çözeltileri ile oluşturulan kurve yardımıyla hesaplanmıştır. Kromatografi koşulları Çizelge 3.2, AA standart kurvesi ise Şekil 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2 Askorbik asit analizi HPLC şartları

Kolon	Nucleosil 5 C 18
Kolon sıcaklığı	35°C
Hareketli faz	Su, pH 2.2 (Sülfürik asit ile ayarlanmış)
Akış hızı	0.5 mL/dk
Dedektör	Diode Array, 245 nm.
Enjeksiyon miktarı	20 µL
Analiz süresi	35 dk



Şekil 3.2 Askorbik asit standart kurvesi

### 3.2.6.11. Toplam monomerik antosiyanin analizi

TMA analizi, antosiyaninlerin ortamın pH değerine göre renk değiştirmesinden yararlanılarak pH diferansiyel metoduyla spektrofotometrik olarak gerçekleştirilmiştir (Cemeroğlu 2010). Analiz için örnekler potasyum klorür (pH 1.0) tampon çözeltisi ile farklı oranlarda seyreltilerek analiz sonucunda absorbans değerinin 0.4-0.6 arasında olmasını sağlayan seyreltme faktörü belirlenmiştir. Daha sonra örnekler potasyum klorür ve sodyum asetat (pH 4.5) tampon çözeltileri kullanılarak belirlenen oranda seyreltilmiş, seyreltme işleminden sonra örnekler karanlık ortamda 15 dk bekletilerek en yüksek absorbans ( $A_{max}$ ) verdiği dalga boyu ve 700 nm'deki absorbans değerleri spektrofotometre (Shimadzu UV 1800, Kyoto, Japan) yardımıyla belirlenmiştir. Örneklerin TMA içerikleri aşağıda verilen eşitlikler (2.5 ve 2.6) yardımı ile hesaplanmıştır.

$$A = (A_{max} - A_{700})_{pH1} - (A_{max} - A_{700})_{pH 4.5} \quad (2.5)$$

$$TMA \text{ (mg/L)} = \frac{A \times MW \times S_f \times 1000}{\epsilon \times l} \quad (2.6)$$

- A : Düzeltilecek hesaplanmış absorbans farkı
- MW : Baz alınacak antosiyanin molekül ağırlığı (g/mol)
- $S_f$  : Seyreltme faktörü
- $\epsilon$  : Absorpsiyon katsayısı
- L : Spektrofotometre küveti katman kalınlığı (1 cm)

### 3.2.6.12. Fenolik madde kompozisyonu analizi

Örneklerin fenolik madde kompozisyonu Proestos vd (2008) tarafından uygulanan metoda göre HPLC ile tespit edilmiştir. Uygulanan yöntemde  $0.5 \pm 0.01$  g örnek 500 mL'lik balon içerisine konularak üzerine 40 mL BHT'li (1 g/L) metanol çözeltisi (%62.5'lik) ve 10 mL HCl çözeltisi (6 M) ilave edilmiştir. Karışım çalkalandıktan sonra önce 60 saniye azot gazı ile daha sonra da 15 dk ultrasonik banyoda muamele edilmiş ve geri soğutucu altında 2 saat kaynatılmıştır. Elde edilen karışım filtre edildikten sonra metanol ile 100 mL'ye tamamlanarak,  $0.45 \mu\text{m}$ 'lik membran filtreden süzölmüş ve HPLC'ye enjekte edilerek analiz gerçekleştirilmiştir. Kromatografi şartları (Çizelge 3.3 ve Çizelge 3.4) aşağıda verilmiştir.

Çizelge 3.3 Fenolik madde analizi HPLC şartları

Kolon	Nucleosil 5 C 18 (250x4 mm)
Kolon sıcaklığı	35°C
Dedektör	Diode array, 260, 280, 320 nm
Enjeksiyon miktarı	10 $\mu\text{L}$
Analiz süresi	60 dk
Hareketli faz akış hızı	0.9 mL/dk
Hareketli faz (gradient elüsyon)	A: Su: Asetik Asit: Metanol (88:2:10) B: Metanol: Asetik Asit: Su (90:2:8)

Çizelge 3.4 Fenolik madde analizinde uygulanan gradient elüsyon programı

Süre (dk)	A (%)	B (%)
0	100	0
15	85	15
25	50	50
35	30	70
50	25	75
55	100	0

Araştırma kapsamında örneklerde literatürde rapor edilen ve standartları mevcut olan fenolik maddeler aynı analiz şartlarında önce bireysel olarak, daha sonra da karma halde yürütülmüştür. Analiz sonucunda her bir fenolik madde standardının tutulma zamanları, maksimum absorpsiyon verdiği dedeksiyon dalga boyu, kalibrasyon kurvelerinden elde edilen regresyon eşitlikleri ve katsayıları Çizelge 3.5'te verilmiştir.



Çizelge 3.5 Fenolik maddelerin tutulma zamanları, dedeksiyon dalga boyu ve kalibrasyon kurvelerinden elde edilen regresyon eşitlikleri

Fenolik bileşik	Tutulma zamanı (dk)	Dalga Boyu (nm)	Regresyon eşitliği	Regresyon katsayısı (R <sup>2</sup> )
Gallik asit	4.555	280	3E - 05x + 1.9691	0.9939
Vanilik asit	13.68	260	4E - 06x + 0.3705	0.9998
Klorojenik asit	14.791	320	3E - 05x + 0.6054	1
<i>P</i> -Kumarik asit	17.82	320	1E - 05x - 0.0788	0.9974
Taksifolin	20.907	280	4E - 05x + 2.8374	1
3-Hidroksisinnamik asit	21.868	280	9E - 06x + 0.3485	0.999
Ferulik asit	22.304	320	1E - 05x + 0.5614	0.9994
<i>O</i> -Kumarik asit	23.488	280	1E - 05x + 0.4557	0.9977
Eridiktol	26.547	280	2E - 05x + 0.2098	0.9993
Kuersetin	29.879	260	2E - 05x + 7.9799	0.998

### 3.2.6.13. Şeker analizi

Taze kuşburnu meyvesi, iki farklı yöntemle kurutulmuş kuşburnu meyvesi, optimum ekstrakt ve optimum şartlarda kurutulmuş çözünür kuşburnu çaylarının şeker bileşiminin belirlenmesinde Tetik vd (2011) tarafından uygulanan kromatografik yöntem kullanılmıştır. Örnekler LC 20A model pompa ünitesi, SIL-20A model otomatik örnekleyici, RID-10A model refraktif indeks dedektör ve CTO-20A model kolon fırınından oluşan kromatografi sisteminde (Shimadzu, Japonya) analiz edilmiştir. Analiz şartları aşağıda belirtilmiştir (Çizelge 3.6). Analizler Akdeniz Üniversitesi Gıda Güvenliği ve Tarımsal Araştırmalar Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.6 Şeker analizi HPLC şartları

Kolon	Nucleogel 87P (300x7.8 mm ID, 20x4.0 mm ID)
Kolon sıcaklığı	85°C
Dedektör	Refraktif indeks dedektör (RID)
Enjeksiyon miktarı	20 µL,
Analiz süresi	30 dk
Akış hızı	0.6 mL/dk
Hareketli faz	Ultra saf su (izokratik akış), 0.6 mL/dk

### 3.2.6.14. Duyusal analizler

Tüm optimizasyon çalışmaları sonucunda belirlenen optimum koşullarda üretilen ve depolama testlerine tabi tutulan örneklerde, depolama sürecinin başında ve sonunda puanlama testi uygulanarak duyusal analizler gerçekleştirilmiştir (Altuğ ve Elmacı 2005). Duyusal analizlerde ticari olarak kuşburnu çayı satışı yapan 2 farklı firmaya ait kuşburnu ve hibiskus içerikli ürünler ile bu çaylarla aynı oranda SÇKM içecek şekilde hazırlanan, iki farklı sıcaklıkta depolanmış ve taze çözünür kuşburnu çayı karşılaştırılmıştır. Bu çaylar 90°C suda hazırlandıktan hemen sonra cam bardaklar içerisinde panelistlere

sunulmuş ve panelistlerden hazırlanan çayların görünüş (renk ve bulanıklık), koku/aroma ve tat/lezzet özelliklerini 1 (en az beğenilen) ile 5 (en çok beğenilen) arasında puan vererek değerlendirmeleri istenmiştir. Bu duyuşal değerlendirme 20 kişilik panel tarafından gerçekleştirilmiştir. Duyusal analizlerde kullanılan değerlendirme formu Çizelge 3.7’de verilmiş ve duyuşal analizde hazırlanan örnekler Şekil 3.3’te verilmiştir.

Çizelge 3.7 Duyusal değerlendirme formu

Adı / Soyadı :					
Örnek kodu					
Renk					
Bulanıklık					
Tat					
Aroma					
Belirtilen özellikleri beğeni derecesine göre 1-5 arasında puanlayınız. 1: çok kötü, 2 kötü, 3: orta, 4: iyi, 5: çok iyi					



Şekil 3.3 Duyusal panelde sunulan örnekler

### 3.2.6.15. İstatistiksel analizler

Ekstraksiyon ve püskürterek kurutma işlemleri için optimum koşullar Design Expert 7.0 (Stat-Ease Co., Mineapolis, ABD) paket programı kullanılarak Box-Behnken deneme desenine göre yanıt yüzey metodu ile belirlenmiştir. Elde edilen ürünlerle gerçekleştirilen analizlerin sonuçları SAS 9.0 (Statistical Analysis System) paket programı kullanılarak varyans analizine tabi tutulmuş ve önemli bulunan farklılıklar Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi ile ortaya koyulmuştur.

## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

### 4.1. Hammadde Özellikleri

Çalışmalarda kullanılan taze ve kurutulmuş kuşburnu meyvelerinin araştırma hedefine esas teşkil eden AA içeriği ile destekleyici materyal olan hibiskus taç ve çanak yapraklarının TMA içeriği analiz edilmiş, elde edilen sonuçlar Çizelge 4.1’de verilmiştir. Bu sonuçlar çalışmanın ileriki aşamalarında gerçekleştirilen hesaplamalarda kullanılmıştır.

Çizelge 4.1 Hammaddelerin kuru ağırlık bazındaki bileşimleri

Örnek	AA (mg/100 g)	TMA* (g/100 g)
Taze kuşburnu	2240.98±80.74	ae
Doğal konveksiyonla kurutulmuş kuşburnu	1492.20±63.18	ae
Zorlamalı konveksiyonla kurutulmuş kuşburnu	1804.92±37.44	ae
Hibiskus	378.12±9.51	1.77±0.004

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir.

ae: analiz edilmemiştir.

\* Hibiskus taç ve çanak yapraklarının TMA içeriği delfinidin-3-glikozit eşdeğeri olarak verilmiştir.

Cemeroğlu (2009) ve Özdemir vd (1998) tarafından tür ve olgunluk derecesine göre değişmekle beraber, kuşburnu meyvelerinin AA içeriğinin 2122-3158 mg/100 g olduğu belirtilmiştir. Da-Costa-Rocha vd (2014) tarafından yapılan bir çalışmada hibiskusun TMA içeriği 1.5 g/100 g (deffinidin-3-sambiosit) olarak bildirilmiştir. Yapılan bir başka çalışmada ise hibiskusun TMA içeriği 5.86 g/100 g (siyanidin-3-glikozit) olarak bildirilmiştir (Sindi vd 2014). Araştırmada elde edilen sonuçlar ile literatür bilgilerinin uyumlu olduğu görülmüştür.

Kuşburnu meyvesi ülkemiz iklim koşullarında Ağustos-Ekim aylarında olgunlaşmakta ve hasat edilmektedir. Hasat edilen meyveler gölge koşullarda doğal konveksiyonla (geleneksel) kurutulurken farklı amaçlarla tüketilmektedir. Araştırma kapsamında çözünür kuşburnu çayı eldesi amacıyla geleneksel olarak kurutulan bu materyal ile kurutmadaki muhtemel kayıpları azaltmak amacıyla zorlamalı konveksiyonla (firında kurutulmuş) kurutma karşılaştırılmalı olarak çalışılmış ve zorlamalı konveksiyonla kurutma yöntemi geleneksel kurutmaya kıyasla AA içeriği açısından avantajlı bulunmuştur (Çizelge 4.1). Ayrıca zorlamalı konveksiyon ile kurutma işlemi daha kısa sürede ve hijyenik koşullarda gerçekleştirilebilmektedir. Bu nedenle araştırmada hammadde olarak zorlamalı konveksiyon yöntemiyle kurutulmuş örnekler kullanılmıştır.

### 4.2. Ekstraksiyon Optimizasyonu

Kuşburnu-hibiskus karışımından hedef bileşenlerin (kuşburnu meyvesindeki AA ile hibiskus yapraklarındaki TMA içeriği) en yüksek verimle ekstrakte edilebilmesi için ekstraksiyon optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen ön denemeler ve literatür bilgileri doğrultusunda hedef bileşenlerin çözücüye transferinde en etkili faktörler olarak öngörülen hammadde/su oranı (%5-15), ekstraksiyon sıcaklığı (60-90°C) ve ekstraksiyon süresi (5-30 dk) bağımsız değişkenler olarak belirlenmiştir. Ekstraksiyon optimizasyonu çalışması kuşburnu ve hibiskus karışımından suya geçen, başta AA olmak

üzere SÇKM ve TMA miktarları dikkate alınmıştır. Deneme deseni ve analiz parametrelerine ait sonuçlar Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2 Box-Behnken deneme desenine göre elde edilen sonuçlar

Desen No	Hammadde oranı* (%)	Ekstraksiyon sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	SÇKM (° Bx)	AA (mg/100 mL)	TMA** (mg/100 mL)
1	10	60	5	2.88	48.54	11.91
2	10	90	30	4.45	45.04	6.90
3	10	60	30	3.43	45.29	13.43
4	5	60	17.5	2.2	90.82	5.526
5	15	60	17.5	6.40	33.08	16.39
6	15	75	5	6.38	34.67	20.56
7	10	90	5	1.63	45.19	6.240
8	10	75	17.5	4.23	45.66	8.248
9	10	75	17.5	4.28	45.15	7.996
10	5	75	5	2.18	92.15	6.593
11	5	90	17.5	2.4	89.12	4.024
12	10	75	17.5	4.65	45.01	11.30
13	5	75	30	2.18	88.99	6.095
14	15	75	30	7.53	30.26	16.73
15	15	90	17.5	7.58	31.76	19.69

\* Hammadde bütün haldeki kuşburnu ağırlığının %40 kadar hibiskus taç ve çanak yaprakları içermektedir

\*\* TMA içeriği delfinidin-3-glikozit olarak verilmiştir

Analizlerde elde edilen AA, SÇKM, TMA ve tanen verileri kullanılarak bu parametrelerin her biri için belirlenen en uyumlu modelin regresyon eşitliği (4.1, 4.2 ve 4.3) cevap yüzey metodu ile oluşturulmuştur.

$$SÇKM = \beta_0 + \beta_1H + \beta_2S + \beta_3E + \beta_{11}H^2 + \beta_{22}S^2 + \beta_{33}E^2 + \beta_{12}HS + \beta_{13}HE + \beta_{23}SE + \alpha \quad (4.1)$$

$$AA = \beta_0 + \beta_1H + \beta_2S + \beta_3E + \beta_{11}H^2 + \beta_{22}S^2 + \beta_{33}E^2 + \beta_{12}HS + \beta_{13}HE + \beta_{23}SE + \alpha \quad (4.2)$$

$$TMA = \beta_0 + \beta_1H + \beta_2S + \beta_3E + \alpha \quad (4.3)$$

Bu eşitliklerde;

SÇKM: Suda çözünür kurumadde (° Bx)

AA : Askorbik asit miktarı (mg/100 mL)

TMA : Toplam monomerik antosiyanin miktarı (mg/100 mL)

H : Hammadde oranı (%)

S : Sıcaklık (°C)

E : Ekstraksiyon süresi (dk)

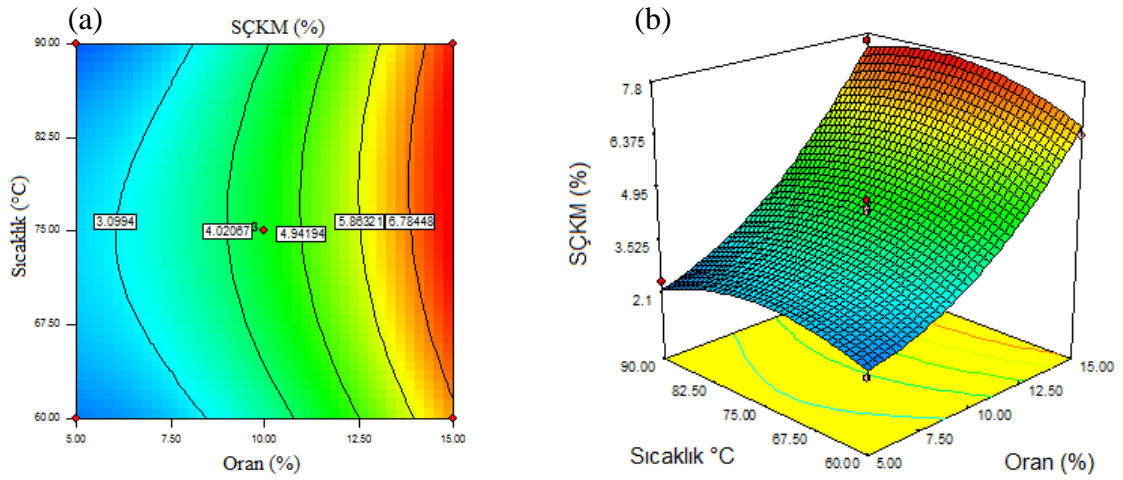
$\alpha$  : Hata'yı ifade etmektedir.

Oluşturulan bu eşitliğin istatistiksel olarak önemli bulunan değişkenlerine ait regresyon katsayıları ( $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \beta_3, \beta_{11}, \beta_{22}, \beta_{33}, \beta_{12}, \beta_{13}$  ve  $\beta_{23}$ ) ve modelin deneysel verilerle uyumluluğu ( $R^2$ ) Çizelge 4.3'te verilmiştir. Ayrıca Box-Behnken deneme desenindeki değişkenlerden bir tanesi orta noktada sabit tutularak, diğer değişkenlere bağlı olan SÇKM, AA ve TMA miktarlarına ait izdüşüm gösterimi ve yüzey fonksiyonu grafikleri Şekil 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8 ve 4.9'da gösterilmiştir.

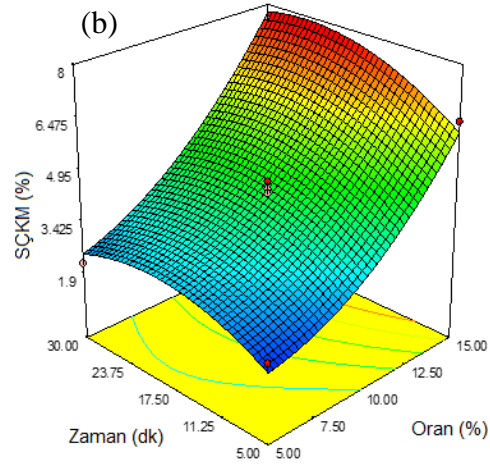
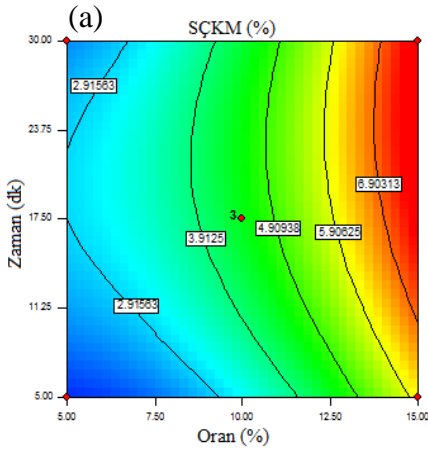
Çizelge 4.3 Ekstraksiyon optimizasyonu için Box-Behnken eşitlik katsayıları

Semboller		Bx		AA		TMA	
		Kuadratik model		Kuadratik model		Lineer model	
		Katsayı	P	Katsayı	P	Katsayı	P
$\beta_0$	Sabit	4.45	0.0008	452.72	<0.0001	10.78	0.0002
$\beta_1$	Hammadde oranı	2.37	<0.0001*	-289.13	<0.0001*	6.39	<0.0001*
$\beta_2$	Sıcaklık	0.14	0.4080	-8.26	0.0229*	-1.30	0.1784
$\beta_3$	Süre	0.57	0.0163*	-13.70	0.0030*	-0.27	0.7724
$\beta_{11}$	Hammadde oranı * Hammadde oranı	0.24	0.3284	0.96	0.8006		
$\beta_{22}$	Sıcaklık * Sıcaklık	0.29	0.2577	-3.12	0.4266		
$\beta_{33}$	Süre * Süre	0.57	0.0528	7.74	0.0846		
$\beta_{12}$	Hammadde oranı * Sıcaklık	0.83	0.0164*	157.13	<0.0001*		
$\beta_{13}$	Hammadde oranı * Süre	-0.64	0.0418*	2.12	0.5956		
$\beta_{23}$	Sıcaklık * Süre	-0.72	0.0279*	5.32	0.2153		
$R^2$	(Düzeltilmiş $R^2$ )	0.9821	0.9500	0.9997	0.9990	0.8254	0.7778

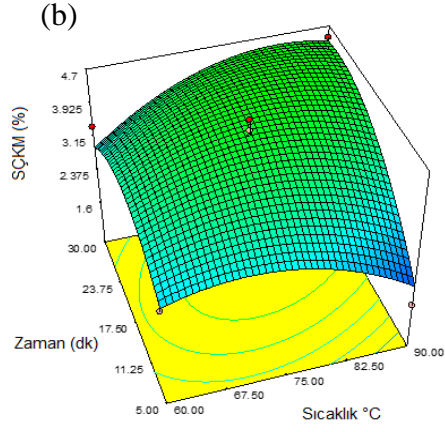
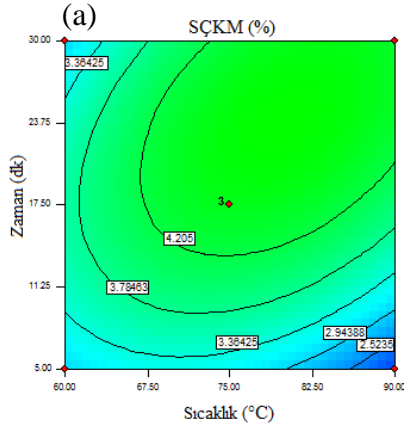
\* İstatistiksel olarak önemlidir ( $P < 0.05$ ).



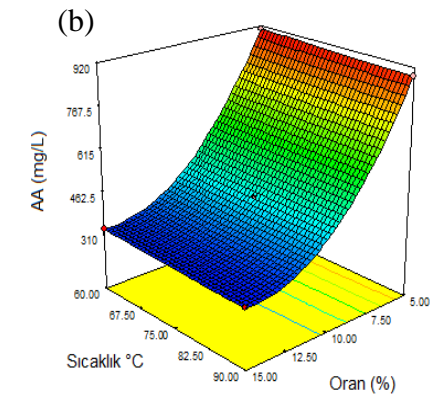
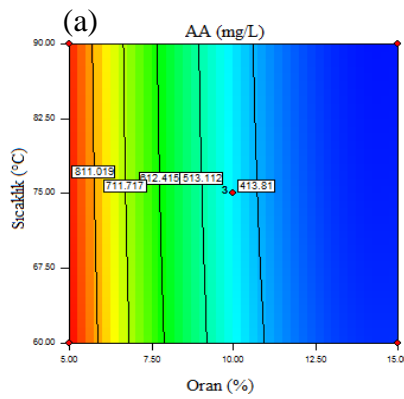
Şekil 4.1 Sabit sürede (17.5 dk) hammadde oranı ve sıcaklığı SÇKM üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



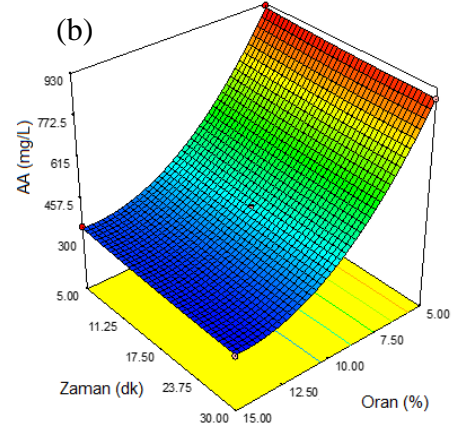
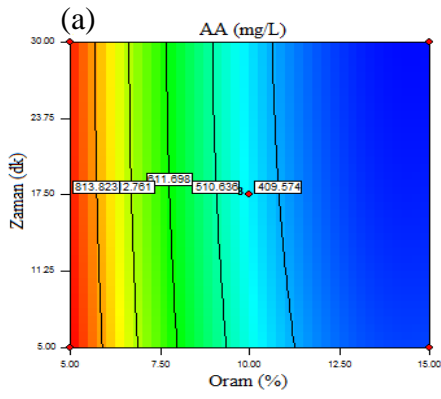
Şekil 4.2 Sabit sıcaklıkta ( $75^{\circ}\text{C}$ ) zaman ve hammadde oranının SÇKM üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



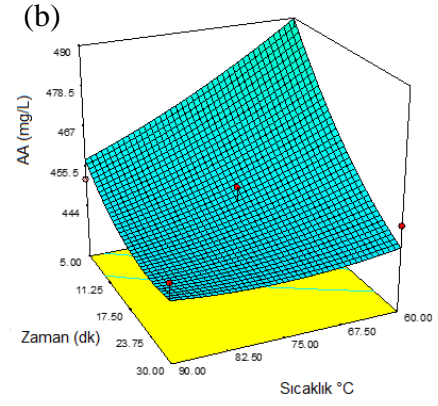
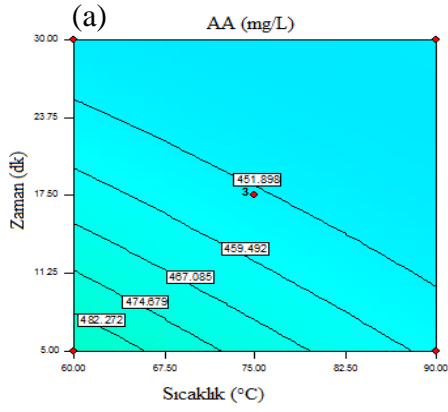
Şekil 4.3 Sabit hammadde oranında (%10) sıcaklık ve sürenin SÇKM üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



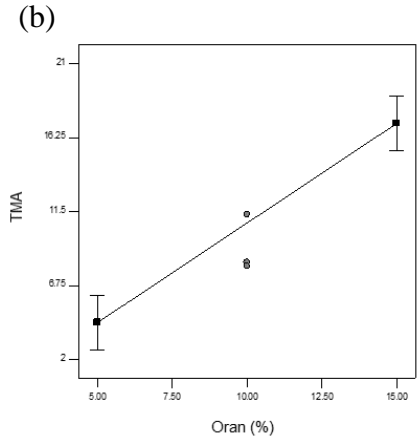
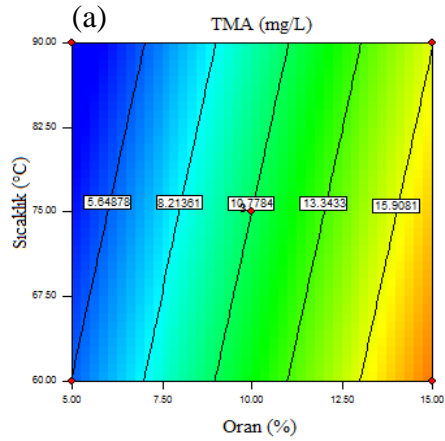
Şekil 4.4 Sabit ekstraksiyon süresinde (17.5 dk) hammadde oranı ve sıcaklığı AA üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



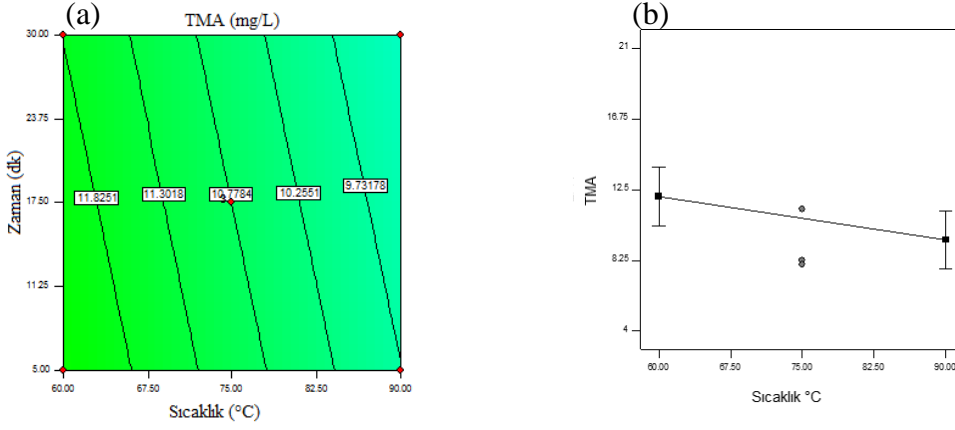
Şekil 4.5 Sabit sıcaklıkta (75°C) hammadde oranı ve sürenin AA miktarına etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



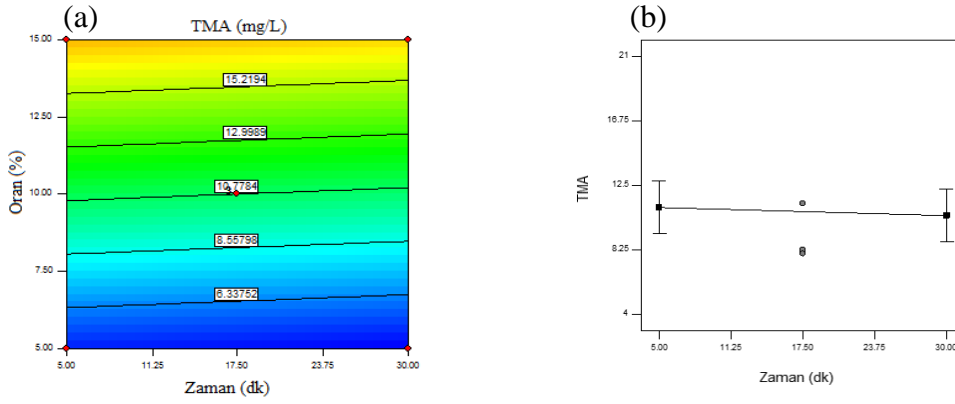
Şekil 4.6 Sabit hammadde oranında (%10) zaman ve sıcaklığı AA üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



Şekil 4.7 Hammadde oranının TMA üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



Şekil 4.8 Sıcaklığın TMA üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



Şekil 4.9 Sürenin TMA üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)

#### 4.2.1. Hammadde/su oranının ekstraksiyon üzerine etkisi

Ekstraksiyon optimizasyonu için yapılan denemelerin sonucuna göre hammadde/su oranının tek başına SÇKM, AA ve TMA miktarları üzerine etkisi istatistiki açıdan önemli ( $P < 0.01$ ) bulunmuş ve ekstraksiyon işleminde hammadde oranının artırılmasının suya geçen SÇKM ve TMA miktarını artırıcı ( $\beta_1 > 0$ ), AA miktarını ise azaltıcı ( $\beta_1 < 0$ ) etki gösterdiği tespit edilmiştir. Ancak hammadde oranındaki artışın kuadratik etkisinin analiz edilen parametreler üzerine etkisi istatistiki açıdan önemsiz ( $P > 0.05$ ) bulunmuştur (Çizelge 4.3). Hammadde/su oranındaki artışın ekstrakte olan bileşen miktarı üzerindeki artırıcı etkisi, katı ve çözücü arasındaki konsantrasyon farkının yüksek olması ve sistemin bu farkı dengelemek için çözünebilen katı materyalin sıvı fazına geçme eğilimiyle ilişkilendirilmiştir (Torun vd 2014).

Torun vd (2014) tarafından yapılan bir çalışmada da ekstraksiyon işleminde suya eklenen adaçayı miktarındaki artış ile doğrusal olarak, suya geçen bileşenlerin konsantrasyonunun arttığı ( $P < 0.05$ ), ancak bu işlemin ekstraksiyon hızını önemli düzeyde etkilemediği ( $P > 0.05$ ) belirtilmiştir.

Üzüm çekirdeği polifenollerinin ekstraksiyon kinetiği üzerine yapılan bir çalışmada, altı farklı sıcaklık derecesi ve dört farklı katı/sıvı oranı denenmiş, çalışmada ekstraksiyon işleminde kullanılan üzüm çekirdeği miktarı arttıkça sıvı faza geçen



polifenol miktarının da önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) arttığı tespit edilmiştir (Bucić-Kojić vd 2007). Benzer şekilde ekstraksiyonda kullanılan hammadde oranının artırılmasının ekstrakte edilen bileşen miktarını da arttırdığı, dut meyvesinden polifenollerin ekstraksiyonunda (Cacace ve Mazza 2003), adaçayıdan fenolik bileşikler ve esansiyel yağların ekstraksiyonunda (Durling vd 2007) ve protopin alkaloidinin ekstraksiyonunda da (Rakotondramasy-Rabesiaka vd 2008) bildirilmiştir.

#### 4.2.2. Sıcaklığın ekstraksiyon üzerine etkisi

Ekstraksiyon sıcaklığı hedef bileşenlerden sadece AA miktarı üzerine önemli ( $P<0.05$ ) düzeyde etkili bulunmuş ve sıcaklık artışının AA miktarını olumsuz yönde etkilediği ( $\beta_2<0$ ) tespit edilmiştir. Buna karşın sıcaklığın kuadratik etkisinin analiz edilen parametreler üzerine etkisi istatistiki açıdan önemsiz ( $P>0.05$ ) bulunmuştur (Çizelge 4.3).

Yapılan bir araştırmada kuşburnu meyvesinden AA ekstraksiyonunda sıcaklık artışının AA difüzyon hızını arttırdığı tespit edilmiştir. Aynı çalışmada ayrıca sıcaklığın  $70^{\circ}\text{C}$ 'den  $90^{\circ}\text{C}$ 'ye çıkarılmasının degradasyon sonucu AA konsantrasyonunu azalttığı, dolayısıyla belirtilen sıcaklık aralığında AA miktarındaki değişimin istatistiksel açıdan önemsiz ( $P>0.05$ ) olduğu belirtilmiştir. Sıcaklığın artışı ile difüzyon hızındaki artışa rağmen AA miktarındaki azalma, sıcaklık arttıkça AA degradasyonunun da artması ile ilişkilendirilmiştir (Spiro ve Chen 1993).

Benzer sonuçlar buğday biyoaktif bileşenlerinin ekstraksiyonunun optimizasyonu üzerine gerçekleştirilen bir çalışmada da bildirilmiştir. Bu çalışmada toplam antioksidan aktivite incelenmiş ve  $60^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar sıcaklık artışı ile antioksidan aktivitenin doğru orantılı olarak değiştiği belirlenmiş, ancak daha yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen ekstraksiyonlarda degradasyon sonucu ekstraktın toplam antioksidan aktivitesinde düşüş tespit edilmiştir (Liyana-Pathirana ve Shahidi 2005).

Al-Farsi (2008) tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise hurma çekirdeklerinden fenolik maddelerin ekstraksiyonunda sıcaklık artışının farklı çözen kombinasyonlarında ekstraksiyon verimliliğini farklı şekilde etkilediği bildirilmiştir. Aynı çalışmada çözen olarak suyun kullanıldığı denemelerde sıcaklık artışı ile ekstraksiyon verimliliğinin doğrusal olarak arttığı, ancak çözen olarak aseton kullanıldığı durumlarda ise sıcaklık artışı ile ekstraksiyon verimliliğinin ters orantılı olarak değiştiği belirtilmiştir.

#### 4.2.3. Sürenin ekstraksiyon üzerine etkisi

Ekstraksiyon süresinin tek başına SÇKM ( $P<0.05$ ) ve AA miktarı ( $P<0.01$ ) üzerine etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuştur. Ekstraksiyon işleminde süredeki artışının SÇKM miktarını artırıcı etkide ( $\beta_3>0$ ) bulunduğu, ancak aynı zamanda AA miktarını olumsuz olarak etkilediği ( $\beta_3<0$ ) tespit edilmiştir. Buna karşın ekstraksiyon süresinin kuadratik etkisinin analiz edilen parametreler üzerine etkisi istatistiki açıdan önemsiz ( $P>0.05$ ) bulunmuştur (Çizelge 4.3). Ekstraksiyon süresi boyunca; SÇKM miktarındaki artış difüzyonun proses boyunca devam etmesine, AA miktarındaki azalma ise zamanla AA difüzyonunun azalması sonucu degradasyon hızının difüzyon hızından daha fazla olmasıyla ilişkilendirilmiştir (Spiro ve Chen 1993).

Spiro ve Chen (1993) tarafından kuşburnu meyvesinden AA ekstraksiyonu üzerine yapılan bir çalışmada, meyve türüne göre değişmekle birlikte 5 dakika sonunda suya geçen AA miktarının maksimum noktaya (15 mg/L) ulaştığı tespit edilmiştir. Ekstraksiyon süresinin daha da uzatılması durumunda ise AA konsantrasyonunun degradasyon sonucu azaldığı ve 25 dakika sonunda 2 mg/L değerine düştüğü bildirilmiştir.

Üzüm ve siyah ve kırmızı kuş üzümü üzerinde yapılan bir araştırmada farklı çözücüler kullanarak ve farklı ekstraksiyon süreleri uygulayarak çözücüye geçen polifenol ve antosiyanin miktarları incelenmiştir. Çalışma sonuçlarına göre kullanılan hammadde, çözücü ve işlem süresinin çözücüye geçen polifenol ve antosiyanin miktarı üzerinde etkili olduğu belirtilmiştir. Çalışmada çözücü olarak su kullanılması durumunda, kuşüzümü örneklerinde ekstraksiyon süresindeki artışla çözücüye geçen polifenol ve antosiyanin miktarının azaldığı belirtilmiştir. Buna karşın üzümlerde süre ile polifenol ve antosiyanin içeriğinin doğru orantılı olarak değiştiği bildirilmiştir (Lapornik vd 2005).

Literatürde, kullanılan hammadde ve çözücü çeşidine göre ekstraksiyon süresinin, ekstrakte edilen materyallerin verimi üzerine farklı etkilerinin olduğu belirtilmiştir.

#### 4.2.4. Cevap yüzey metodu ile belirlenen optimum ekstraksiyon şartları

Araştırmada ekstraksiyon optimizasyon çalışmalarında maksimum SÇKM, AA ve TMA miktarının sağlandığı koşulların belirlenmesi hedeflenmiştir. Ancak gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasında araştırmacının hedef bileşenleri olan AA ve TMA'nın en yüksek miktarda ekstrakte edilebildiği koşullar belirlenmiştir. Optimizasyon işlemlerinde SÇKM'nin de maksimize edildiği koşullarda hedef bileşenlerde degradasyonun arttığı, dolayısıyla miktarlarında azalmaların olduğu saptanmıştır. Cevap yüzey metodu kullanılarak elde edilen optimum ekstraksiyon koşulları Çizelge 4.4'de verilmiştir.

Çizelge 4.4 Optimum ekstraksiyon şartları

	Hammadde oranı* (%)	Ekstraksiyon sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	SÇKM (%)	AA (mg/100 mL)	TMA** (mg/ 100 mL)
Teorik	5.3	64	5.4	2.13	89.2	5.98
Deneysel	5.3	64	5.4	2.1	87.12	6.86
Hata (%)				1.41	2.33	14.7

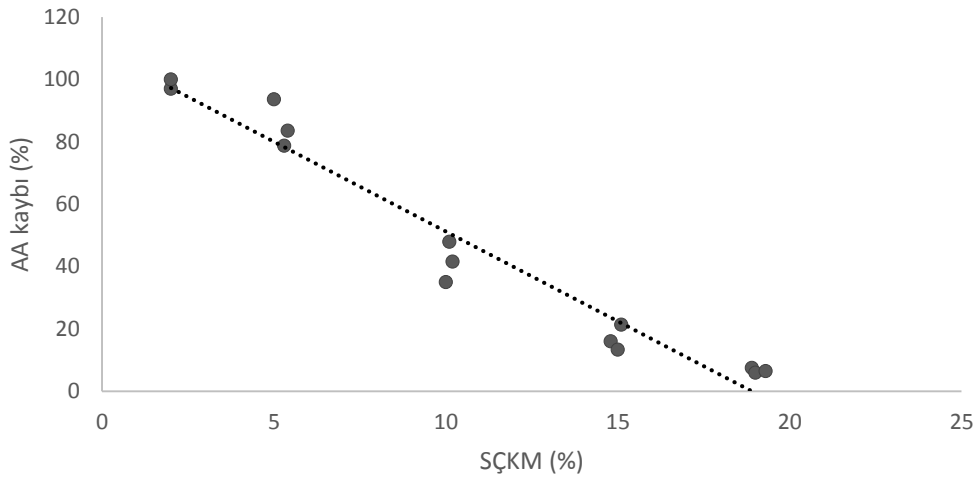
\* Hammadde kuşburnu ve bütün kuşburnu ağırlığının %40'ı kadar hibiskus taç ve çanak yapraklarından oluşmaktadır

\*\* Delfinidin-3-glikozit eşdeğeri olarak verilmiştir.

Optimum şartlarda elde edilen ekstraktların bileşimi aynı hammadde oranı ile geleneksel bir yöntem olan bir gece beklemeli ekstraksiyon (pasif difüzyon) örneği ile karşılaştırılmıştır. Optimum şartlarda elde edilen ekstraktlardaki teorik ve deneysel AA miktarları pasif difüzyonla (3.48 mg/100 mL) gerçekleştirilen ekstraktların AA miktarına kıyasla yaklaşık yirmi kat daha fazla bulunmuştur.

### 4.3. Ekstraktların Konsantre Edilmesi

Püskürterek kurutma işleminde kurutma etkinliği ve verimini arttırmak için ekstraktların konsantre edilmesi yaygın bir uygulamadır (Shabde ve Hoo 2008). Bu nedenle optimum şartlarda elde edilen ekstraktlar ilk olarak döner buharlaştırıcıda yaklaşık 5, 10, 15 ve 19° Bx SÇKM içerecek şekilde konsantre edilmiş, konsantrasyon işleminden sonra tekrar 2° Bx SÇKM değerine seyreltilmiş ve AA miktarları belirlenmiştir. Konsantre örneklerden hazırlanan, aynı orana seyreltilmiş çözeltilerin (%2 SÇKM) AA içeriği Şekil 4.10'da verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre konsantrasyon artışına paralel olarak, AA kaybının arttığı tespit edilmiştir. Bu nedenle örnekler, işlem süresini ve enerji sarfiyatını azaltmak, aynı zamanda hedef bileşenlerdeki kayıp miktarını da en az seviyede tutmak amacıyla 5-6°Bx aralığına konsantre edilmiştir.



Şekil 4.10 Konsantrasyon işlemi ile AA kaybının değişimi

### 4.4. Püskürterek Kurutma Optimizasyonu

Optimum şartlarda hazırlanan ve 5-6°Bx'e konsantre edilen kuşburnu ekstraktlarının en yüksek verim ve hedef bileşenlerde en az kayıpla çözünür kuşburnu çayına dönüştürülebilmesi için püskürterek kurutma optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen ön denemeler ve literatür bilgileri doğrultusunda püskürterek kurutma işleminde giriş sıcaklığı (130-160°C), çıkış sıcaklığı (65-85°C) ve taşıyıcı oranı (maltodekstrin) (%0-30) bağımsız değişkenler olarak seçilmiştir. Optimizasyon işleminde püskürterek kurutma veriminin maksimum, AA ve TMA kaybının ise minimum olduğu şartlar hesaplanmıştır. AA ve TMA bileşimindeki kayıpların hesaplanması, ekstraktlara ilave edilen maltodekstrin miktarı dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Deneme deseni ve analiz sonuçları Çizelge 4.5'te verilmiştir.

Çizelge 4.5 Box-Behnken deneme deseni ve analiz sonuçları

Deneme deseni	Giriş sıcaklığı (°C)	Çıkış sıcaklığı (°C)	Maltodekstrin oranı (%)	Verim (%)	AA kaybı (%)	TMA kaybı (%)
1	160	75	30	51.90	42.30	10.54
2	145	75	15	61.46	46.97	13.90
3	145	85	30	61.41	43.42	14.67
4	145	65	30	56.69	8.90	24.91
5	145	65	0	45.46	48.90	7.13
6	160	75	0	54.54	50.06	41.86
7	130	85	15	81.96	22.18	35.66
8	160	85	15	56.83	26.71	18.68
9	130	75	30	71.38	17.57	19.73
10	130	65	15	62.73	32.67	23.65
11	145	75	15	66.40	31.32	23.07
12	160	65	15	52.38	29.70	21.36
13	145	75	15	62.45	28.95	18.02
14	145	85	0	59.72	34.84	6.51
15	130	75	0	62.50	43.77	9.91

Analizlerde elde edilen verim, AA kaybı ve TMA kaybı verileri kullanılarak bu verilere en uyumlu modelin regresyon eşitliği (4.4, 4.5 ve 4.6) cevap yüzey metodu ile oluşturulmuştur.

$$\text{Verim} = \beta_0 + \beta_1 T_i + \beta_2 T_o + \beta_3 MD + \beta_{11} T_i^2 + \beta_{22} T_o^2 + \beta_{33} MD^2 + \beta_{12} T_i T_o + \beta_{13} T_i MD + \beta_{23} T_o MD + \alpha \quad (4.4)$$

$$\text{AA kaybı} = \beta_0 + \beta_1 T_i + \beta_2 T_o + \beta_3 MD + \beta_{12} T_i T_o + \beta_{13} T_i MD + \beta_{23} T_o MD + \alpha \quad (4.5)$$

$$\text{TMA kaybı} = \beta_0 + \beta_1 T_i + \beta_2 T_o + \beta_3 MD + \beta_{11} T_i^2 + \beta_{22} T_o^2 + \beta_{33} MD^2 + \beta_{12} T_i T_o + \beta_{13} T_i MD + \beta_{23} T_o MD + \alpha \quad (4.6)$$

Bu eşitlikte;

$T_i$  : Püskürterek kurutucu giriş sıcaklığını (°C)

$T_o$  : Püskürterek kurutucu çıkış sıcaklığını (°C)

MD : Maltodekstrin oranını (%)

$\alpha$  : Hata'yı ifade etmektedir.

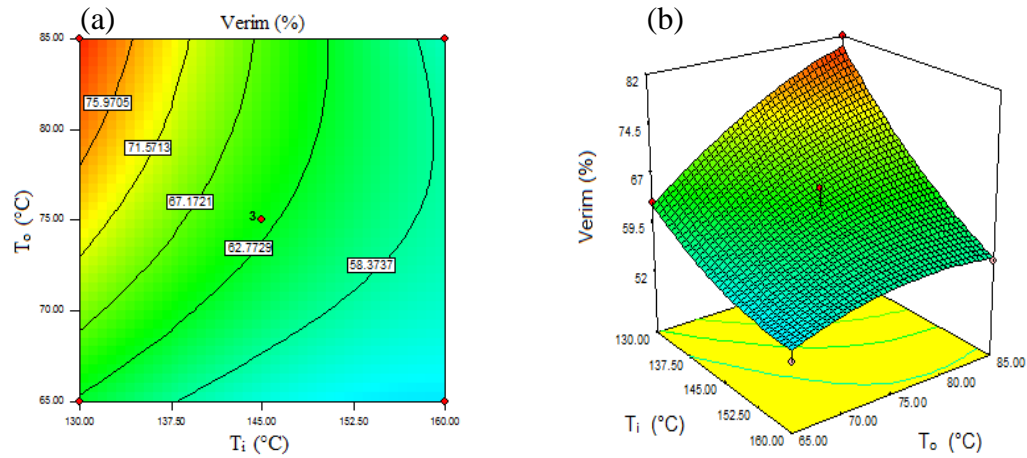
Oluşturulan bu eşitliğin istatistiksel olarak önemli bulunan değişkenlerine ait regresyon katsayıları ( $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \beta_3, \beta_{11}, \beta_{22}, \beta_{33}, \beta_{12}, \beta_{13}$  ve  $\beta_{23}$ ) ve modelin deneysel verilerle uyumluluğu ( $R^2$ ) Çizelge 4.6'da verilmiştir. Ayrıca Box-Behnken deneme desenindeki değişkenlerden bir tanesi orta noktada sabit tutularak, diğer değişkenlere

bağlı olarak verim değeri ve AA kaybının  $T_o$  \* MD interaksiyonuna dair izdüşüm gösterimi ve yüzey fonksiyonu grafikleri sırasıyla Şekil 4.11, 4.12, 4.13 ve 4.14'te verilmiştir. Bunun dışındaki etkileşimlere dair grafiklere, istatistiki açıdan önemsiz ( $P>0.05$ ) bulunmaları sebebiyle yer verilmemiştir.

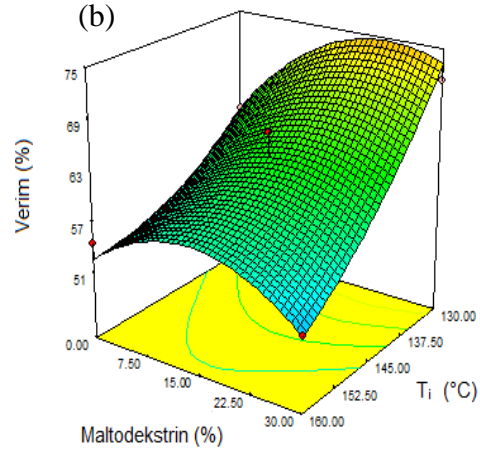
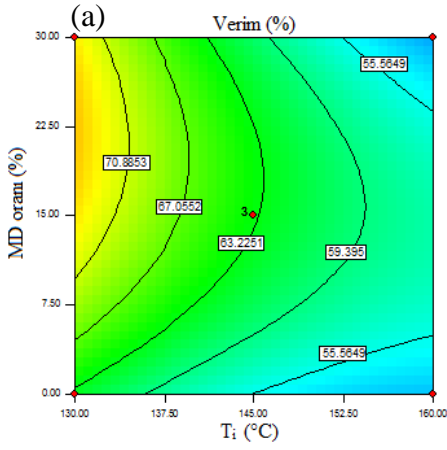
Çizelge 4.6 Püskürterek kurutma optimizasyonu Box-Behnken eşitlik katsayıları

Semboller	Verim		AA kaybı		TMA kaybı		
	Kuadratik model		2FI model		Kuadratik model		
	Katsayı	<i>P</i>	Katsayı	<i>P</i>	Katsayı	<i>P</i>	
$\beta_0$	Sabit	63.44	0.0024	33.89	0.1015	18.33	0.6811
$\beta_1$	$T_i$	-7.86	0.0003*	4.07	0.2484	0.44	0.9144
$\beta_2$	$T_o$	5.33	0.0017*	0.87	0.7967	-0.19	0.9627
$\beta_3$	MD	2.39	0.0399*	-8.17	0.0371*	0.56	0.8911
$\beta_{11}$	$T_i * T_i$	-3.69	0.0297*			-3.67	0.5308
$\beta_{22}$	$T_o * T_o$	-2.88	0.0658			-10.28	0.1181
$\beta_{33}$	MD * MD	-2.39	0.1092			-2.40	0.6781
$\beta_{12}$	$T_i * T_o$	2.15	0.1533	1.87	0.6960	6.86	0.2813
$\beta_{13}$	$T_i * MD$	-2.11	0.1589	4.61	0.3481	-0.35	0.9534
$\beta_{23}$	$T_o * MD$	-5.51	0.076	12.14	0.0305*	-4.68	0.4478
$R^2$	(Düzeltilmiş $R^2$ )	0.9716	0.9204	0.6653	0.4142	0.5659	-0.2126

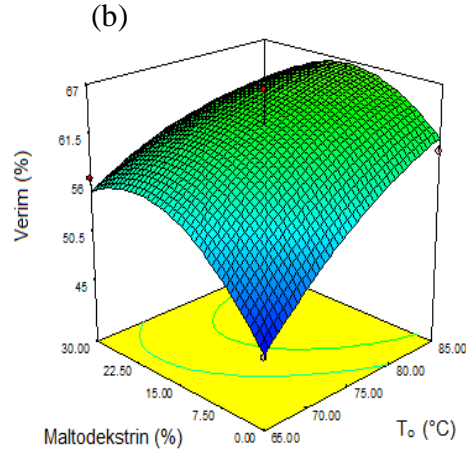
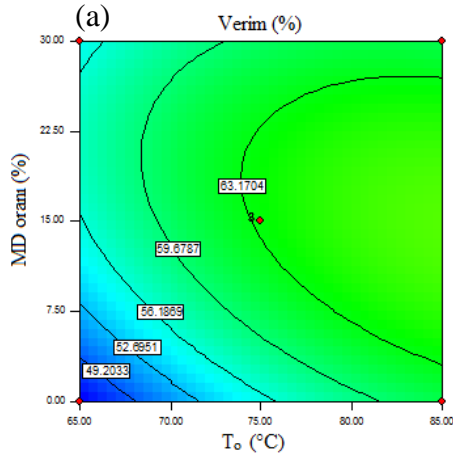
\* İstatistiksel olarak önemlidir ( $P<0.05$ )



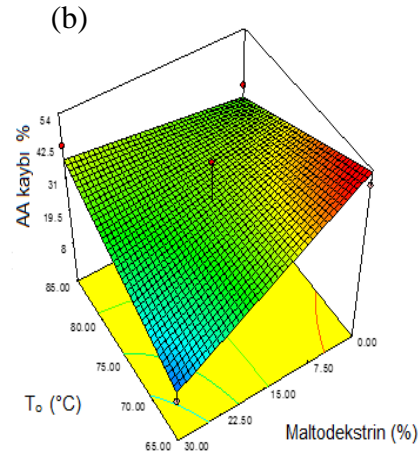
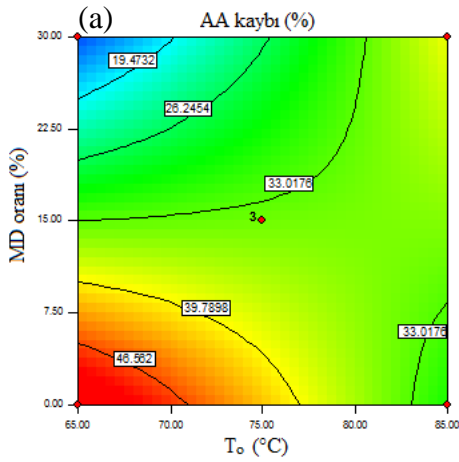
Şekil 4.11 Sabit maltodekstrin oranında giriş ve çıkış sıcaklıklarının verim üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



Şekil 4.12 Sabit çıkış sıcaklığında ( $75^{\circ}\text{C}$ ) giriş sıcaklığı ve maltodekstrin oranının verim üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



Şekil 4.13 Sabit giriş sıcaklığında ( $145^{\circ}\text{C}$ ) çıkış sıcaklığı ve maltodekstrin oranının verim üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)



Şekil 4.14 Sabit giriş sıcaklığında ( $145^{\circ}\text{C}$ ) çıkış sıcaklığı ve maltodekstrin oranının AA kaybı üzerine etkisi (a: izdüşüm gösterimi, b: yüzey fonksiyonu)

#### 4.4.1. Giriş sıcaklığının püskürterek kurutma işlemine etkisi

Püskürterek kurutma işleminin optimizasyonu için yapılan denemelerin sonucuna göre giriş sıcaklığının hem lineer ( $P<0.01$ ) hem de kuadratik ( $P<0.05$ ) olarak kurutma verimini önemli düzeyde etkilediği, ancak bu etkinin negatif yönlü ( $\beta_1<0$ ) olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 4.6). Giriş sıcaklığının artması kurumakta olan partiküllerin kurutma silindirinin çeperine yapışmasını arttırmaktadır. Bu nedenle giriş sıcaklığın belirli bir düzeyin üstünde olması ürün verimini düşürebilmektedir (Şahin Nadeem vd 2011). Buna karşın kurutma işleminde giriş sıcaklığının AA ve TMA bileşenlerindeki kayıp üzerine istatistiki açıdan önemli bir etkisinin olmadığı ( $P>0.05$ ) belirlenmiştir. Püskürterek kurutma işleminde AA miktarında yüksek oranlarda kayıpların açığa çıkmasının temel sebebi olarak ise yüksek sıcaklıklarda AA molekülünün stabil olmaması ve bu sebeple işlem sırasında degradasyona uğramasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Nitekim, literatürde de kurutma sırasında AA degradasyonunun temel sebeplerinin ısı ve ışık olduğu belirtilmiştir (Lin ve Agalloco 1979).

Dağ çayı ve ada çayı ekstraktlarının püskürterek kurutulması üzerine yapılan bir çalışmada elde edilen sonuçlar benzer şekilde giriş sıcaklığındaki artışın püskürterek kurutma verimi üzerinde önemli düzeyde etkili olduğu ( $P<0.05$ ) ve sıcaklık artışının işlem verimini düşürücü etki gösterdiği belirlenmiştir (Şahin Nadeem vd 2011, Şahin-Nadeem vd 2013).

Kaktüs meyve suyunun püskürterek kurutulması üzerine gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise AA'nın ısıya karşı oldukça duyarlı olduğu belirtilmiştir. Bu çalışmada püskürterek kurutma işlemi ile meyve suyunun bileşiminde bulunan AA miktarında %28-51 oranında kayıp olduğu bildirilmiştir. Aynı çalışmada sıcaklık ile birlikte örneğin pH'nın da AA degradasyonunda önemli bir rol oynadığı, pH değerinin 2.5-3.0 arasında olması durumunda AA degradasyonunun minimum seviyede gerçekleştiği, pH artışıyla birlikte AA kaybının da arttığı bildirilmiştir (Rodríguez-Hernández vd 2005).

#### 4.4.2. Çıkış sıcaklığının püskürterek kurutma işlemine etkisi

Püskürterek kurutma işleminin optimizasyonu için yapılan denemelerin sonucuna göre çıkış sıcaklığının sadece kurutma verimi üzerine istatistiki açıdan önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) bir etki gösterdiği tespit edilmiştir. Kuadratik etki ise istatistiki açıdan hiçbir parametre üzerinde önemli bulunmamıştır (Çizelge 4.6). Kullanılan püskürterek kurutucu sisteminde çıkış sıcaklığının doğrudan bir kontrol mekanizması bulunmamakta, bu sebeple çıkış sıcaklığı kurutulacak ekstraktın besleme hızı ile kontrol edilmektedir. Ekstraktın besleme hızındaki artış, çıkış sıcaklığını düşürücü etki göstermektedir. Analiz sonuçlarına göre çıkış sıcaklığındaki artış, dolayısıyla besleme hızındaki düşüşün ürün verimini artırdığı ( $\beta_2>0$ ) belirlenmiştir.

Ståhl vd (2002) tarafından gerçekleştirilen bir araştırmada insülinin püskürterek kurutulması üzerine proses şartlarının etkisi araştırılmıştır. Araştırma sonuçlarına göre kurutma işleminde, örneğin besleme hızının azaltılması sonucu ürün veriminin arttığı tespit edilmiştir. Aynı çalışmada bu artış, besleme hızının azaltılması sonucu ekstraktın daha büyük partiküller halinde kuruması ve bu partiküllerin daha kolay toplanabilmesi ile ilişkilendirilmiştir.

#### 4.4.3. Taşıyıcı madde oranının püskürterek kurutma işlemine etkisi

Taşıyıcı olarak kullanılan maltodekstrin miktarının kurutma verimini ( $\beta_3 > 0$ ) ve AA kaybını ( $\beta_3 < 0$ ) istatistiki açıdan önemli ( $P < 0.05$ ) düzeyde ve olumlu yönde etkilediği belirlenmiştir. Kuadratik etkinin ise istatistiki açıdan hiçbir parametre üzerinde etkisinin olmadığı ( $P > 0.05$ ) tespit edilmiştir (Çizelge 4.6).

Taşıyıcı madde miktarının artmasıyla verimin artışı, kurutma bölümündeki silindire yapışan örnek miktarının azalarak ürünün artması, AA kaybındaki azalma ise maltodekstrin moleküllerinin diğer molekülleri dış etkenlere karşı (ısı, ışık, oksijen, vb.) korumasıyla ilişkilendirilmiştir. Kaktüs meyvesi suyunun püskürterek kurutulması üzerine gerçekleştirilen bir çalışmada, benzer şekilde taşıyıcı olarak kullanılan maltodekstrin oranının artırılması verim üzerinde artırıcı, AA kaybında ise azaltıcı bir etki göstermiştir. Aynı çalışmada ayrıca düşük molekül ağırlıklı maltodekstrin kullanımının AA moleküllerinin korumada daha etkili olduğu belirtilmiştir (Rodríguez-Hernández vd 2005).

#### 4.4.4. Cevap yüzey metodu ile belirlenen optimum işlem koşulları

Gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasına göre belirlenen işlem şartlarında istatistiki açıdan TMA kaybının hiçbir parametreden etkilenmediği ( $P > 0.05$ ), AA kaybında ise sadece maltodekstrin miktarının ile  $T_o * MD$  etkileşiminin önemli bir etkisinin olduğu ( $P < 0.05$ ) tespit edilmiştir. Püskürterek kurutma işlem veriminin ise giriş sıcaklığı ( $T_i$ ), çıkış sıcaklığı ( $T_o$ ), maltodekstrin miktarı,  $T_i * T_i$  ve  $T_o * T_o$  interaksiyonlarından önemli düzeyde etkilendiği ( $P < 0.05$ ) tespit edilmiştir.

Bu bilgiler ışığında püskürterek kurutma optimizasyonunda püskürterek kurutma verimi temel alınarak değerlendirme yapılmıştır. Gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasına göre elde edilen en uygun işlem şartları Çizelge 4.7'de verilmiştir. Optimizasyon çalışmaları sonunda çözünür kuşburnu çaylarının AA içeriği 0.92 g/100 g kuru ağırlık, TMA içeriği ise 1.11 g/100 g KM olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4.7 Püskürterek kurutma işlemi için belirlenen optimum şartlar

	$T_i$ (°C)	$T_o$ (°C)	MD (%)	Verim (%)	AA kaybı (%)	TMA kaybı (%)
Teorik	130	85	18.44	80.74	26.67	29.58
Deneysel	130	85	18.44	80.39	26.97	28.91
Hata (%)				0.43	1.11	2.27

Gerçekleştirilen optimizasyon çalışmaları sonucunda, kullanılan hammaddenin bileşimindeki AA ve TMA içeriğinin (1.80 g ve 1.76 g/100 g KM) sırasıyla %50.79 ve %63.07 oranında son ürüne aktarılabilirdiği tespit edilmiştir.



## 4.5. Depolama Stabilite Analizleri

### 4.5.1. Renk

Optimum şartlarda üretilen çözünür kuşburnu çaylarının depolama süresine bağlı renk değişimleri bu ürünlerle hazırlanan çaylarda L,a,b olarak ölçülmüş ve bu değerlerden örneklerin hue açısı ve chroma değerleri hesaplanmıştır. Depolama boyunca örneklerin L değeri 19.6-20.1, hue açısı 23.8°-25.8°, chroma değeri ise 6.9-10.1 aralığında değiştiği belirlenmiştir (Çizelge 4.8). Depolama boyunca örneklerin ölçülen/hesaplanan renk değerlerin genel olarak stabil olduğu, ancak 60. gün ve sonrasında örneklerin renginde değişimin başladığı özellikle örneklerin chroma değerlerinde önemli düzeyde bir değişim olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.8 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin renk değerleri

Depolama Süresi (gün)	Depolama sıcaklığı 4°C			20°C		
	L	h°	C*	L	h°	C*
0	20.0 <sup>aA</sup> ±0.0	23.8 <sup>aA</sup> ±0.3	9.8 <sup>aA</sup> ±0.2	20.0 <sup>aA</sup> ±0.0	23.8 <sup>aA</sup> ±0.3	9.8 <sup>aA</sup> ±0.2
10	20.0 <sup>aA</sup> ±0.1	24.6 <sup>aA</sup> ±0.2	9.8 <sup>aA</sup> ±0.0	20.0 <sup>aA</sup> ±0.0	24.1 <sup>aA</sup> ±0.0	10.1 <sup>aA</sup> ±0.1
30	20.0 <sup>aA</sup> ±0.0	24.5 <sup>aA</sup> ±0.1	9.9 <sup>aA</sup> ±0.1	20.1 <sup>aA</sup> ±0.1	24.5 <sup>aA</sup> ±0.4	9.9 <sup>aA</sup> ±0.2
60	19.7 <sup>aA</sup> ±0.5	25.2 <sup>aA</sup> ±0.3	8.1 <sup>bA</sup> ±0.2	19.9 <sup>aA</sup> ±0.2	24.6 <sup>aA</sup> ±0.0	8.2 <sup>bA</sup> ±0.1
90	19.6 <sup>aA</sup> ±0.5	25.8 <sup>aA</sup> ±0.3	6.9 <sup>cA</sup> ±0.1	19.9 <sup>aA</sup> ±0.0	25.2 <sup>aA</sup> ±0.1	7.3 <sup>cA</sup> ±0.1

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

Küçük harfler aynı örneğin farklı günlerdeki, büyük harfler ise aynı gündeki farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin istatistiksel analiz sonuçlarını ifade etmektedir

### 4.5.2. Çözünürlük

Optimum şartlarda üretilen ve depolama testlerine tabi tutulan tüm örneklerde çözünürlük değeri araştırma hedefinin (en az %90) üzerinde bulunmuştur (Çizelge 4.9). Örneklerin çözünebilirlik değerlerinde depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak kayda değer bir farklılık görülmemiştir.

Çizelge 4.9 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin çözünebilirlik değerleri (%)

Depolama Süresi (gün)	Depolama sıcaklığı	
	4°C	20°C
0	96.5 <sup>aA</sup> ±1.8	96.8 <sup>bA</sup> ±0.8
10	99.4 <sup>aA</sup> ±0.6	99.7 <sup>aA</sup> ±0.2
30	95.1 <sup>aA</sup> ±0.9	93.9 <sup>cA</sup> ±0.2
60	98.8 <sup>aA</sup> ±0.3	97.6 <sup>bA</sup> ±0.6
90	97.8 <sup>aA</sup> ±0.1	98.6 <sup>abA</sup> ±0.2

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

Küçük harfler aynı örneğin farklı günlerdeki, büyük harfler ise aynı gündeki farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin istatistiksel analiz sonuçlarını ifade etmektedir

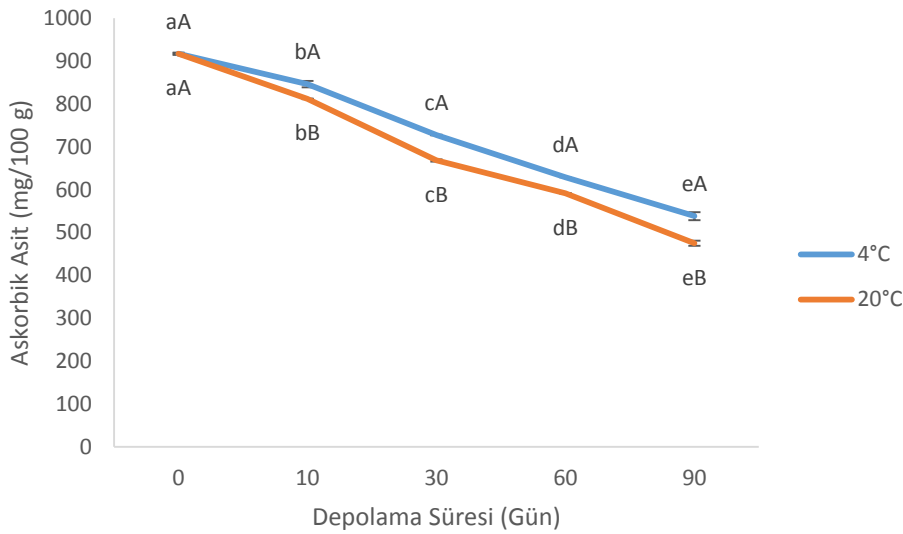
Üretilen çözünür kuşburnu çaylarının biyoaktif bileşiminden tam olarak yararlanılabilmesi için örneklerin suda tam olarak çözünebilmesi gerekmektedir. Bu

sebeple çözünebilirlik değeri üretilen çözünür çaylar için önemli bir kalite kriteri olarak test edilmiştir.

Örneklerin çözünebilirlik değeri kurutulacak olan ekstraktın yapısı, kurutma işleminde kullanılan taşıyıcı madde, atomizeri çalıştıran havanın basıncı, besleme hızı, giriş sıcaklığı, vb. birçok faktörden etkilenebilmektedir (Goula ve Adamopoulos 2005, Kha vd 2010). Literatürde rekonstitüye edilerek kullanılan ürünler için %90 ve üzerindeki bir çözünme oranı başarılı bir sonuç olarak kabul edilmektedir (Cano-Chauca vd 2005).

#### 4.5.3. Askorbik asit

Çözünür kuşburnu çayları iki farklı sıcaklıkta 90 gün boyunca depolanmış ve AA içeriği izlenmiştir (Şekil 4.15). Bu süre içinde örneklerin 90 gün sonunda başlangıca göre AA kayıp yüzdeleri 4°C ve 20°C için sırasıyla %41.4 ve % 48.2 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.10). Depolama süresince örneklerin AA içerikleri günlere ve depolama sıcaklığına göre önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) değişiklik göstermiştir. Farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin AA içerikleri dikkate alındığında, 4°C’de depolamanın daha uygun olacağı kanaatine varılmıştır.



Şekil 4.15 Çözünür kuşburnu çayının depolama süresine bağlı AA miktarı değişimi

Çizelge 4.10 Farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin askorbik asit kayıpları (%)

Depolama süresi (gün)	Depolama sıcaklığı	
	4°C	20°C
0	-	-
10	7.8	11.5
30	20.7	27.2
60	31.5	35.2
90	41.4	48.2

Literatürde çözünür formdaki ürünlerde AA'in depolama stabilitesine dair herhangi bir çalışmaya rastlanmamakla birlikte, çeşitli mikroenkapsülasyon çalışmalarında askorbik asidin depolama stabilitesine dair çalışmalara ulaşılmıştır. Trindade ve Grosso (2000) tarafından saf AA kristalleri ile çeşitli oranlarda arabik gum, nişasta ve jelatin kullanılarak hazırlanan mikrokapsüllerde 21°C'de, %60-65 nem değerinde 90 gün boyunca AA miktarlarındaki değişim izlenmiştir. Bu araştırma sonuçlarına göre arabik gum ve AA karışımı (70:30) ile hazırlanan mikrokapsüllerde 90 gün sonunda AA miktarında herhangi bir kayıp olmadan muhafaza edilebildiği, diğer örneklerde ise en fazla %18.7 oranında bir kayıp gözlemlendiği bildirilmiştir.

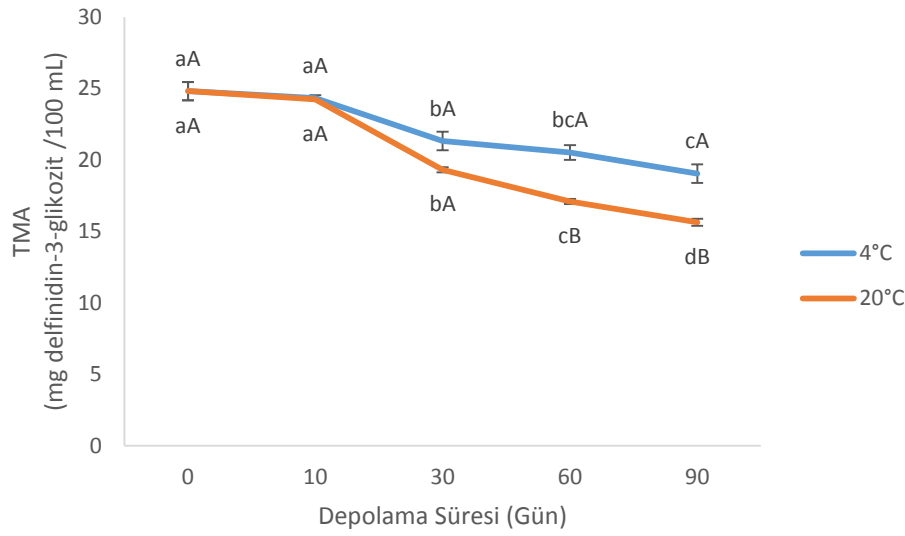
Askorbik asit mikroenkapsülasyonu üzerine gerçekleştirilen bir başka araştırmada ise doğal pirinç nişastası ile modifiye edilmiş pirinç, mısır ve patates nişastaları taşıyıcı madde olarak kullanılmış ve üretilen mikrokapsüllerin depolama stabilitesi incelenmiştir. Araştırma sonuçlarına göre 4 haftalık depolama süresi sonunda, AA kayıp oranları taşıyıcı madde olarak sırasıyla doğal pirinç nişastası ile modifiye edilmiş, mısır, patates ve pirinç nişastaları kullanılan ürünlerde %2.6, %19.9, %38.6 ve %55.4, olarak bildirilmiştir (Palma-Rodriguez vd 2013).

Mevcut çalışmalar ile literatür arasındaki bu farklılıkların taşıyıcı madde çeşidi ve konsantrasyonu ile kuşburnu çayındaki mevcut katalizör özellikli bileşenlerden (metaller vs.) kaynaklandığı düşünülmektedir.

#### **4.5.4. Toplam monomerik antosiyanin**

Çözünür kuşburnu çaylarının TMA içeriğinin depolama süresince değişimi Şekil 4.16'da gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre 4°C'de depolanan örneklerin antosiyanin stabilitesinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Nitekim 90 gün boyunca 4°C'de depolanan çözünür çaylarda TMA kaybı %23.3 iken 25°C'de depolanan çözünür çaylarda %37.0 olarak hesaplanmıştır (Çizelge 4.11). Literatürde püskürterek kurutma çalışmalarında antosiyaninlerin stabilitesi üzerinde ürünün su aktivitesi, depolama şartları (sıcaklık ve nem) vb. etkili olduğu belirtilmiştir (Ersus ve Yurdagel 2007, Idham vd 2012, Villacrez vd 2014).

Araştırma kapsamında elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur. Nitekim Ersus ve Yurdagel (2007) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada antosiyanin mikrokapsüllerinde TMA degradasyonu 4 ve 25°C'de 64 gün boyunca izlenmiş ve sırasıyla %11 ve %33 olarak bulunmuştur. Başka bir çalışmada ise maltodekstrin ve arabik gum kullanılarak enkapsüle edilen antosiyaninler 35°C 10 hafta boyunca depolanması ile elde edilen sonuçlara göre kontrol örneklerinde %31 oranında bir degradasyon gerçekleşirken, mikrokapsüllerin antosiyanin içeriğinde bir önemli bir azalma ( $P>0.05$ ) tespit edilememiştir (Mahdavee Khazaei vd 2014). Bu farklılığın kullanılan taşıyıcı madde, üretim şartları ile antosiyanin kaynağı ve çeşidinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 4.16 Depolama süresince TMA miktarındaki değişim

Çizelge 4.11 Farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin TMA kayıpları (%)

Depolama süresi (Gün)	Depolama sıcaklığı	
	4°C	20°C
0	-	-
10	1.9	2.3
30	14.1	22.2
60	17.3	31.1
90	23.3	37.0

## 4.6. Optimum Şartlarda Üretilen Çözünür Kuşburnu Çaylarının Karakterizasyonu

### 4.6.1. Verim

Araştırma sonucunda kurutulmuş haldeki 1000 g kuşburnu meyvesinden 316.92 g çözünür kuşburnu çayı elde edilebildiği tespit edilmiş olup, prosesin genel verimi %31.69 olarak hesaplanmıştır.

### 4.6.2. Nem ve su aktivitesi

Optimum şartlarda üretilen ve depolama testlerine tabi tutulan örneklerin nem miktarları ve su aktivitesi değerleri Çizelge 4.12'de verilmiştir. Buna göre üretilen çözünür kuşburnu çayı örneklerinin depolama boyunca nem içeriklerinin %4.24-5.72, su aktivitesi değerlerinin ise 0.216-0.311 arasında değiştiği görülmektedir. Nitekim literatürde püskürterek kurutulan çeşitli çay örneklerinin nem içeriklerin kurutma şartlarına göre değişmekle birlikte %2-10 arasında olduğu (Rodriguez-Hernandez vd 2005, Leon-Martinez vd 2010, Şahin-Nadeem vd 2013), su aktivitesi değerlerinin ise taşıyıcı madde özelliklerine bağlı olarak 0.253-0.402 arasında değiştiği bildirilmiştir (Şahin Nadeem vd 2011).

Çizelge 4.12 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin nem içerikleri ve su aktivitesi değerleri

Depolama Süresi (gün)	Nem içeriği (g/100 g)		Su aktivitesi	
	4°C	20°C	4°C	20°C
0	4.79 <sup>bA</sup> ±0.28	4.79 <sup>bA</sup> ±0.28	0.216 <sup>aA</sup> ±0.005	0.216 <sup>aA</sup> ±0.005
10	4.24 <sup>bA</sup> ±0.68	5.09 <sup>abA</sup> ±0.24	0.256 <sup>aA</sup> ±0.003	0.265 <sup>aA</sup> ±0.001
30	5.24 <sup>aA</sup> ±0.20	5.44 <sup>aA</sup> ±1.33	0.251 <sup>aA</sup> ±0.015	0.311 <sup>aA</sup> ±0.054
60	5.73 <sup>aA</sup> ±0.23	5.37 <sup>aA</sup> ±0.26	0.285 <sup>aA</sup> ±0.046	0.258 <sup>aA</sup> ±0.002
90	5.18 <sup>aA</sup> ±0.11	5.40 <sup>aA</sup> ±0.27	0.267 <sup>aA</sup> ±0.005	0.258 <sup>aA</sup> ±0.001

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

Küçük harfler aynı örneğin farklı günlerdeki, büyük harfler ise aynı gündeki farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin istatistiksel analiz sonuçlarını ifade etmektedir

Nem miktarı gıda sisteminde mevcut olan serbest su miktarını, su aktivitesi ise gıda sisteminde suyun yapıya bağlanma şeklini ve biyokimyasal reaksiyonlarda kullanılabilirliğini ifade etmektedir. Su aktivitesi değerinin 0.6'dan küçük olması durumunda gıdaların genellikle mikrobiyolojik bozulmalara karşı stabil olduğu ve bu şartlardaki bozulmaların daha çok kimyasal kaynaklı olabileceği bildirilmektedir (Laroche vd 2005, Quek vd 2007, Saldamlı 2007). Bu bilgiler doğrultusunda elde edilen çözümler kuşburnu çayının depolama boyunca mikrobiyolojik olarak daha stabil kalacağı öngörülmektedir. Ancak ürünün kimyasal özelliklerinde depolamaya bağlı olarak bazı değişimler olabileceği değerlendirilmiş ve bu değişimler iki farklı sıcaklıkta test edilmiştir.

#### 4.6.3. Yığın yoğunluğu

Toz formdaki ürünlerin önemli kalite kriterlerinden birisi yığın yoğunluğudur. Elde edilen kuşburnu tozlarında depolama süresince yığın yoğunluğu değerinin 449.1-525.7 kg/m<sup>3</sup> arasında değişmiş ve bu değerlerin depolamaya bağlı artış gösterdiği kaydedilmiştir (Çizelge 4.13). Yığın yoğunluğunda tespit edilen artışın kuşburnu tozlarında depolamaya süresine bağlı gözlenen kekleşme problemi ile ilişkili olduğu düşünülmüştür.

Çizelge 4.13 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin yığın yoğunluğu değerleri

Depolama Süresi (gün)	Yığın yoğunluğu (kg/m <sup>3</sup> )	
	4°C	20°C
0	449.1 <sup>cA</sup> ±2.9	449.1 <sup>aA</sup> ±2.9
10	486.5 <sup>bA</sup> ±8.5	493.9 <sup>aA</sup> ±1.2
30	518.0 <sup>aA</sup> ±7.8	491.6 <sup>aA</sup> ±1.8
60	486.4 <sup>bA</sup> ±13.6	525.7 <sup>aA</sup> ±28.1
90	488.4 <sup>bA</sup> ±1.9	492.9 <sup>aA</sup> ±11.8

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

Küçük harfler aynı örneğin farklı günlerdeki, büyük harfler ise aynı gündeki farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin istatistiksel analiz sonuçlarını ifade etmektedir

Literatürde benzer ürünlerle yapılan çalışmalarda çözümler formadaki toz ürünlerin yığın yoğunluğu, adaçayı için 298-450 kg/m<sup>3</sup> (Şahin Nadeem vd 2011), soya sütü için

210-220 (Jinapong vd 2008), domates suyu tozu için 199-365 (Goula ve Adamopoulos 2005), ağaç yaprak ekstraktlarının tozu için ise 500-741 kg/m<sup>3</sup> (Soares vd 2005) bulunmuştur. Elde edilen sonuçlar literatürde yığın yoğunluğu için bildirilen değişim aralıkları ile uyumluluk göstermektedir.

#### 4.6.4. Parçacık boyutu

Optimum şartlarda üretilen çözünür çaylarının parçacık boyutları ile ilgili veriler Çizelge 4.14'te verilmiş, parçacık boyutlarının dağılımı ise Şekil 4.17'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.14 Optimum şartlarda üretilen çözünür çayların parçacık büyüklükleri (µm)

HAO	YAO	D <sub>10</sub>	D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>
5.86±0.09	2.56±0.11	0.87±0.06	5.74±0.13	10.60±0.21

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

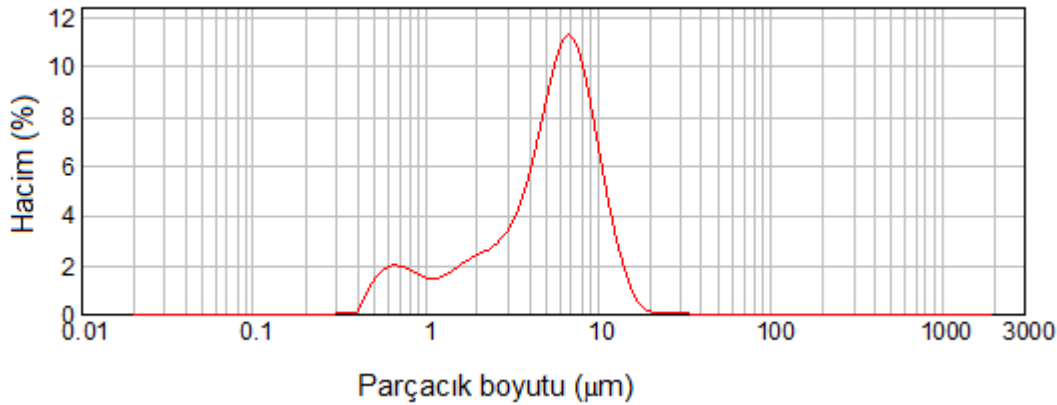
HAO: Hacim ağırlıklı ortalama

YAO: Yüzey ağırlıklı ortalama

D<sub>10</sub>: Partiküllerin %10'u belirtilen değerden küçüktür

D<sub>50</sub>: Partiküllerin %50'si belirtilen değerden küçüktür

D<sub>90</sub>: Partiküllerin %90'ı belirtilen değerden küçüktür



Şekil 4.17 Optimum şartlarda üretilen çözünür çayların parçacık boyutunun dağılımı

Analiz sonuçlarına göre üretilen çözünür çayların parçacık boyutu yaklaşık 0.4-50 µm arasında değişim göstermiş ve bu parçacıkların ortalama büyüklüğü (D<sub>50</sub>) 5.74 µm olarak belirlenmiştir.

#### 4.6.5. pH

Optimum şartlarda üretilen çözünür kuşburnu çaylarının pH analizleri toz örneklerin su içinde %2 SÇKM içerecek şekilde hazırlanan çaylarında gerçekleştirilmiştir. Ayrıca elde edilen değerler ticari şartlarda satışı yapılan kuşburnu çaylarının pH değerleri ile karşılaştırılmıştır.

Depolama süresince örneklerin pH değerlerinin 3.13-3.26 arasında değiştiği ve bu süre içerisinde depolamaya bağlı olarak kayda değer bir fark olmadığı tespit edilmiştir. Ticari olarak piyasada satışı yapılan kuşburnu çayların pH değerinin de 2.9-3.1 arasında değiştiği tespit edilmiştir.

Yapılan bir çalışmada AA degradasyonunun düşük pH değerlerinde daha yavaş gerçekleştiği bildirilmiştir. Aynı çalışmada pH 4.5 dolaylarında AA degradasyon hızının en yüksek olduğu belirtilmiştir (İmer vd 2009).

Yuan ve Chen (1998) tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise farklı sıcaklık ve pH değerinin AA degradasyonu üzerine etkisi araştırılmıştır. Bu çalışmada farklı pH değerlerinde AA içeren çözeltiler 100°C’de kaynatılmış ve oluşan degradasyon ürünleri belirlenmeye çalışılmıştır. Çalışmada pH değerinin 2’den düşük ve 4’den büyük olduğu şartlarda furfural, 2-furoik asit ve 3-hidroksi-2-piron ve bazı tanımlanamayan degradasyon ürünlerinin oluştuğu, pH 2-4 aralığında ise askorbik asidin daha stabil olduğu belirtilmiştir.

Cabrita vd (2000) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada farklı pH değerlerinde antosiyaninlerin stabilitesinin farklılık gösterdiği bildirilmiştir. Yapılan çalışmada 6 farklı antosiyanin çeşidi farklı pH değerlerinde 60 gün boyunca depolanmış, çalışma sonucunda antosiyanin stabilitesinin pH 1-3 aralığında en yüksek seviyede olduğu, bununla birlikte sıcaklık ve pH değeri arttıkça antosiyaninlerde degradasyon hızının arttığı belirtilmiştir.

Yukarıdaki literatür bilgileri doğrultusunda elde edilen çözünür kuşburnu çayının AA ve TMA içeriğinin tüketim sırasında da stabil kalacağı değerlendirilmiştir.

#### 4.6.6. Bulanıklık

Optimum şartlarda üretilen çözünür kuşburnu çaylarının bulanıklık analizleri toz örneklerin su ile %2 SÇKM içecek şekilde rekonstitüye edilmesiyle hazırlanan çaylarda gerçekleştirilmiştir. Ayrıca elde edilen değerler ticari şartlarda satışı yapılan kuşburnu çaylarının bulanıklık değerleri ile karşılaştırılmıştır.

Bulanıklık değeri genellikle sıvı faz içerisinde tam olarak çözünmeyen kolloidal maddelerin bulunup bulunmaması ile değişmektedir (Collado-Fernandez vd 2000). Analizler sonucu elde edilen bulanıklık değerleri Çizelge 4.15’te verilmiştir. Örneklerin bulanıklık değerlerinin 371-392 NTU arasında değiştiği tespit edilmiştir. Ticari olarak satışı yapılan çaylarda ise bulanıklık değeri iki farklı firmanın çayında sırasıyla 45-48 ve 65-69 NTU olarak bulunmuştur. Çözünür kuşburnu ve ticari kuşburnu çayları arasında belirlenen bu farkın temel olarak çözünür tozda yaklaşık %19 civarında bulunan maltodekstrinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.15 Farklı sıcaklıklarda depolanmış örneklerin bulanıklık değerleri (NTU)

Depolama Süresi (gün)	Depolama sıcaklığı	
	4°C	20°C
0	386.0 <sup>aA</sup> ±3.0	386.0 <sup>abA</sup> ±3.0
10	392.3 <sup>aA</sup> ±6.3	390.0 <sup>aA</sup> ±2.5
30	373.3 <sup>aA</sup> ±7.3	381.0 <sup>bA</sup> ±1.5
60	375.3 <sup>aA</sup> ±9.0	371.5 <sup>cA</sup> ±0.5
90	373.5 <sup>aA</sup> ±8.0	369.5 <sup>cA</sup> ±1.0

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

Küçük harfler aynı örneğin farklı günlerdeki, büyük harfler ise aynı günde farklı sıcaklıklarda depolanan örneklerin istatistiksel analiz sonuçlarını ifade etmektedir

#### 4.7. Örneklerin Fenolik Madde Kompozisyonu

Taze ve iki farklı yöntemle kurutulmuş kuşburnu meyveleri ile araştırma kapsamında üretilmiş olan çözünür kuşburnu çaylarının fenolik madde kompozisyonu, kuşburnu meyvesi için literatürde rapor edilen ve elde mevcut olan standartlar kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tanımlanamayan diğer pikler ise göz ardı edilmiştir.

Analiz sonucunda çözünür kuşburnu çaylarının fenolik madde kompozisyonunun gallik, vanilik, klorojenik, 3-hidroksisinnamik ve ferulik asitten oluştuğu tespit edilmiştir. Buna ilaveten taze ve kurutulmuş meyvelerde kuersetin, sadece taze meyvelerde ise *o*-kumarik asitte tespit edilmiştir. Örneklerde tanımlanan standartların konsantrasyonları harici standart metoduyla belirlenmiştir (Çizelge 4.16).

Çizelge 4.16 Örneklerin fenolik madde kompozisyonu

Fenolik bileşik mg/100 g KM	Taze meyve	Doğal kurutma	Zorlamalı konveksiyonla kurutma	Çözünür kuşburnu çayı
Gallik asit	7.40 <sup>a</sup> ±0.05	2.75 <sup>b</sup> ±0.01	2.41 <sup>c</sup> ±0.01	2.14 <sup>d</sup> ±0.01
Vanilik asit	2.83 <sup>a</sup> ±0.01	1.49 <sup>c</sup> ±0.01	1.13 <sup>d</sup> ±0.01	2.39 <sup>b</sup> ±0.01
Klorojenik asit	1.28 <sup>a</sup> ±0.01	0.72 <sup>b</sup> ±0.01	0.53 <sup>c</sup> ±0.01	0.55 <sup>c</sup> ±0.01
3-Hidroksisinnamik asit	0.19 <sup>b</sup> ±0.00	0.15 <sup>c</sup> ±0.00	0.26 <sup>a</sup> ±0.01	0.15 <sup>c</sup> ±0.01
<i>P</i> -Kumarik asit	te	te	te	te
<i>O</i> -Kumarik asit	0.55±0.00	te	te	te
Ferulik asit	0.23 <sup>a</sup> ±0.1	0.13 <sup>c</sup> ±0.00	0.16 <sup>b</sup> ±0.01	0.16 <sup>b</sup> ±0.01
Kuersetin	2.07 <sup>a</sup> ±0.15	2.32 <sup>a</sup> ±0.09	2.43 <sup>a</sup> ±0.03	te
Eridiktol	te	te	te	te
Taksifolin	te	te	te	te

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

te: tespit edilemedi

Literatürde kuşburnu meyvelerinin fenolik madde bileşiminin tür, toprak, iklim, olgunluk düzeyi, yetiştirme şartları, işleme sırasındaki proses şartları vb. etkenlere göre değişmekle birlikte geniş aralıklarda değiştiği tespit edilmiştir (Mattila vd 2006, Novak ve Grawlik-Dziki 2006, Türkben vd 2010). Elde edilen sonuçlara göre uygulanan kurutma yöntemlerinin tümünde fenolik asitlerin miktarında azalma tespit edilmiş, ancak sadece zorlamalı konveksiyonla kurutma işleminde 3-hidroksisinnamik asit miktarında artış olduğu gözlenmiştir. Ayrıca kuersetin miktarının meyvelerin kurutulması sonucu arttığı, ancak çözünür kuşburnu çayının bileşiminde bulunmadığı tespit edilmiştir. Ayrıca taze meyvede belirlenen *O*-kumarik asit kurutulmuş meyvelerde, kuersetin ise sadece çözünür çaylarda belirlenememiştir. Eridiktol, taksifolin ve *P*-kumarik asit ise hiçbir örnekte tespit edilememiştir.

Elde edilen araştırma sonuçlarına göre kuşburnu meyvelerinin fenolik madde bileşimi literatürle uyumluluk göstermektedir. Araştırma kapsamında kurutulmuş meyvelere uygulanan ekstraksiyon, konsantrasyon ve püskürterek kurutma işlemlerine rağmen çözünür tozda bulunan fenolik madde miktarları kurutulmuş meyvelerin ekstraktlarındakine yakın düzeyde bulunmuştur.



Literatürde kurutma prosesi sonucu fenolik bileşiklerin miktarını araştırma sonuçlarına benzer şekilde azaldığı ya da arttığına dair çeşitli çalışmalar mevcuttur. Piga vd (2003) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada erik meyvesinin fenolik bileşikleri üzerine farklı kurutma şartlarının etkisi araştırılmıştır. Araştırma sonuçlarına göre 60°C’de gerçekleştirilen kurutma prosesi sonucunda klorojenik asit miktarının önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) azaldığı, ancak 85°C’de gerçekleştirilen kurutma prosesi sonucunda ise istatistiksel açıdan önemsiz ( $P>0.05$ ) bulunmasına rağmen klorojenik asit miktarının arttığı tespit edilmiştir. Aynı çalışmada ayrıca rutin ve bazı antosiyaninlerin kurutma prosesi sonucu önemli düzeyde ( $P<0.05$ ) azaldığı bildirilmiştir.

Torres vd (2010) tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise üzüm aroma bileşenleri ve fenolik maddeler üzerine dondurarak ve sıcak hava ile kurutmanın etkisi araştırılmıştır. Araştırma sonuçlarına göre kurutma prosesi sonrası analiz edilen tüm antosiyanin ve flavonol bileşiklerin miktarının azaldığı belirtilmiş, ancak malvinidin kafeyat-3-glukozit miktarının ise arttığı tespit edilmiştir.

#### 4.8. Örneklerin Şeker Bileşimi

Taze kuşburnu, iki farklı yöntemle kurutulmuş kuşburnu ve çözünür kuşburnu çayının HPLC ile analiz edilen şeker içerikleri Çizelge 4.17’de verilmiştir.

Çizelge 4.17 Kuşburnu meyveleri ile optimum şartlarda üretilen ekstrakt ve çözünür kuşburnu çayının şeker bileşimi (g/100 g KM)

Örnekler	Sakaroz	Glikoz	Früktöz	Toplam şeker*
Taze kuşburnu	5.414 <sup>b</sup> ±0.036	16.203 <sup>a</sup> ±0.086	17.009 <sup>b</sup> ±0.045	38.626 <sup>a</sup> ±0.167
Doğal konveksiyonla kurutulmuş kuşburnu	5.911 <sup>a</sup> ±0.008	8.575 <sup>d</sup> ±0.019	10.014 <sup>c</sup> ±0.104	24.501 <sup>c</sup> ±0.077
Zorlamalı konveksiyonla kurutulmuş kuşburnu	3.609 <sup>c</sup> ±0.234	9.452 <sup>c</sup> ±0.106	10.366 <sup>c</sup> ±0.226	23.427 <sup>d</sup> ±0.353
Optimum ekstrakt	5.992 <sup>a</sup> ±0.036	15.241 <sup>b</sup> ±0.112	18.598 <sup>a</sup> ±0.260	39.831 <sup>a</sup> ±0.112
Çözünür kuşburnu çayı	2.833 <sup>d</sup> ±0.018	14.690 <sup>b</sup> ±0.013	18.372 <sup>a</sup> ±0.302	35.895 <sup>b</sup> ±0.270

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir.

Farklı harfler ortalamanın  $P<0.01$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir.

\* Toplam şeker sakaroz, glikoz ve früktoz toplamını göstermektedir.

Örneklerin kurutulmasına paralel olarak şeker içeriği istatistiksel olarak önemli ( $P<0.05$ ) düzeyde azalmıştır. Şeker miktarındaki bu azalmanın örneklerin kuruma periyodu boyunca başta solunum olmak üzere metabolik faaliyetlerin devam etmesinden ve enzimatik olmayan esmerleşme tepkimelerinden kaynaklanmış olabileceği tahmin edilmiştir. Optimum şartlarda üretilen ekstraktların şeker miktarı, hibiskus taç ve çanak yapraklarının bileşimindeki şekerlerin de ekstrakte edilmesi sebebi ile kuşburnu meyvesindeki bileşimden daha fazla bulunmuştur. Nitekim hibiskus ekstraktlarının kimyasal bileşiminin araştırıldığı bir çalışmada ekstraktların bileşiminde 8.24 g/100 g indirgen şeker, 14.03 g/100 g toplam şeker bulunduğu bildirilmiştir (Bechoff vd 2014). Kurutma prosesi sonrası şeker miktarında gözlenen azalma ise kurutma işlemi sırasında bir miktar şekerin kurutma silindirine yapışmasından kaynaklandığı değerlendirilmiştir.

Literatürde kuşburnu meyvesinde 17.11 g/100 g KM glikoz, 18.84 g/100 g KM früktoz bulunduğu bildirilmiştir (Demir vd 2014). Yapılan başka bir çalışmada kurutulmuş kuşburnu meyvelerinde toplam şeker miktarının %12.0 ve indirgen şeker miktarının % 9.72 olduğu bildirilmiştir (Cvetković vd 2009). Taze kuşburnu meyveleri üzerinde yürütülen bir çalışmada ise meyvelerin olgunluk düzeyine bağlı olarak 15.06-18.44 g/kg früktoz, 6.89-10.04 g/kg glikoz, 0.57-5.61 g/kg sakkaroz ve 0.21-1.92 g/kg maltoz belirlenmiştir (Yoruk vd 2008). Geniş sınırlar içerisinde değişen literatür bulguları ile araştırma kapsamında belirlenen şeker içeriği değerleri paralellik göstermiştir.

#### 4.9. Duyusal Analiz

Süzen poşet halinde satışa sunulan iki farklı ticari kuşburnu çayı ile bu çalışma kapsamında yeni üretilmiş ve iki farklı sıcaklıkta 60 gün süreyle depolanmış örneklerin renk, bulanıklık, tat ve aroma özellikleri panelistler tarafından test edilmiştir. Duyusal analiz sonuçları Çizelge 4.18’de verilmiştir.

Çizelge 4.18 Duyusal analiz sonuçları

Örnekler	Renk	Bulanıklık	Tat	Aroma
Firma A	4.76 <sup>a</sup> ±0.14	4.38 <sup>a</sup> ±0.30	4.38 <sup>a</sup> ±0.07	4.44 <sup>a</sup> ±0.11
Firma B	4.66 <sup>a</sup> ±0.12	4.36 <sup>a</sup> ±0.21	4.03 <sup>a</sup> ±0.41	4.08 <sup>a</sup> ±0.08
Taze üretilmiş çözünür çay	2.25 <sup>c</sup> ±0.14	2.07 <sup>b</sup> ±0.40	2.32 <sup>b</sup> ±0.54	2.25 <sup>b</sup> ±0.14
4°C, 60 gün depolanmış çözünür çay	2.89 <sup>bc</sup> ±0.11	2.70 <sup>b</sup> ±0.08	2.48 <sup>b</sup> ±0.37	2.65 <sup>b</sup> ±0.43
20°C 60 gün depolanmış çözünür çay	2.82 <sup>b</sup> ±0.26	2.59 <sup>b</sup> ±0.03	2.68 <sup>b</sup> ±0.24	2.67 <sup>b</sup> ±0.56

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir

Farklı harfler ortalamanın  $P < 0.05$  seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir

Renk, bulanıklık, tat ve aroma puanlarından elde edilen ortalama sonuçlara göre genel olarak çözünür çaylar test edilen parametreler açısından düşük beğeniye sahip olmuştur. Renk ve bulanıklık parametrelerinde gözlenen farklılıkların formülasyonda bulunan maltodekstrinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Nitekim duyusal analizde bulanık olarak değerlendirilen örneklerin nefolometrik (NTU) olarak ölçülen bulanıklık değerleri de yüksek bulunmuştur.

Aroma açısından değerlendirilen düşük beğenin ise örneklerin kurutma sırasında oluşan ya da kaybolan aroma bileşenleriyle ilişkili olabileceği tahmin edilmektedir. Literatürde kurutma sırasında benzer ürünlerin ekstraktlarının püskürterek kurutma işlemi sonrası gerçekleştirilen aroma analizlerinde ekstraktlarda olmayan yeni bileşenlerin oluştuğu, ekstraktlardaki bazı bileşenlerin ise kurutma sonrasında tespit edilemediği vurgulanmıştır (Gonzalez-Palomares vd 2009). Bu sonuçlara göre biyoaktif madde içeriği bakımından zengin olmasına rağmen elde edilen ürünün duyusal özellikler açısından geliştirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır. Bu amaçla bulanıklığı olumsuz yönde etkilemeyecek ve aroma hapsedebilecek farklı taşıyıcılar ile farklı kurutma yöntemlerinin denenebileceği değerlendirilmiştir.

## 5. SONUÇ

Gerçekleştirilen bu araştırma ile mevcutta ticari olarak üretilmekte olan süzen poşet kuşburnu çaylarına alternatif olarak, kullanımı pratik ve biyoaktif madde bakımından zengin olan çözünür kuşburnu çayı üretimi amaçlanmıştır. Bu amaçla zorlamalı konveksiyon ile kurutulmuş olan kuşburnu meyvelerinin ekstraksiyon, konsantrasyon ve püskürterek kurutma aşamaları en yüksek askorbik asit ve toplam monomerik antosiyanin içerecek şekilde optimize edilmiştir. Araştırmada elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir.

1. Askorbik asitçe zengin bir meyve olan kuşburnu ekstraktı üretimi için en uygun şartları, %5.24 hammadde, 64°C ekstraksiyon sıcaklığı ve 5.4 dk ekstraksiyon süresi olarak belirlenmiştir. Bu şartlar altında üretilen ekstraktların ortalama %2.1 suda çözünür kurumadde, 18 mg/100 mL askorbik asit ve 21.9 mg/100 mL toplam monomerik antosiyanin içerdiği tespit edilmiştir.
2. Püskürterek kurutma işleminin etkinliğini ve verimini arttırmak için uygulanan konsantrasyon işleminde, konsantrasyon derecesi arttıkça biyoaktif bileşenlerde kayıpların da arttığı, bu nedenle konsantrasyon işleminin 5-6°Bx suda çözünür kurumadde düzeyine kadar uygulanmasının yeterli olacağı kararlaştırılmıştır.
3. Püskürterek kurutma işleminde giriş sıcaklığı, çıkış sıcaklığı ve maltodekstrin oranı ürün verimini arttırmak ve işlem sırasında AA ve TMA kayıplarını azaltmak üzere optimize edilmiştir. Optimizasyon sonucuna göre konsantre edilen ekstraktlar 130°C giriş, 85°C çıkış sıcaklıkları ve %18.44 maltodekstrin ilavesi ile %80.4 verimle çözünür kuşburnu çayına dönüştürülmüştür. Bu işlem sırasında AA ve TMA düzeylerinde sırasıyla %27 ve %29 kayıp olduğu tespit edilmiştir.
4. Araştırma sonucunda 1 kg kuru kuşburnu meyvesinden yaklaşık olarak 317 g çözünür kuşburnu çayı elde edilebileceği hesaplanmıştır.
5. Optimum şartlarda üretilen çözünür kuşburnu çayları 2 farklı sıcaklıkta, %55-65 nem değerinde 90 gün süre ile depolanmış ve depolama süresince fiziksel ve kimyasal özelliklerde meydana gelen değişimler izlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre askorbik asit bileşiminde 4°C'de depolanmış örneklerde %41.4, 20°C'de depolanmış örneklerde ise %48.2 kayıp belirlenmiştir. Benzer şekilde toplam monomerik antosiyanin kaybı 4°C'de depolanmış örneklerde %23.3, 20°C'de depolanmış örneklerde ise %37.0 olarak tespit edilmiştir. Ayrıca depolama süresince ürünlerin nem çekmesinden dolayı, kekleşme problemi olduğu gözlenmiştir. Bu problemin çözümü için topaklanma önleyici ajan kullanılması gerektiği ve/veya aglomerasyon işlemine ihtiyaç olabileceği düşünülmüştür. Ayrıca depolama süresince etken madde stabilitesini sağlamak için ürünün 4°C'de depolanmasının daha etkili olduğu belirlenmiştir.

6. Duyusal panel sonuçları ürünün renk, bulanıklık, koku ve tat özelliklerinin geliştirilmesi gerektiğini göstermiştir. Bu nedenle ürünün renk ve bulanıklık özelliklerini bozmayacak başka taşıyıcı ile üretilmesi, konsantrasyon ve kurutma aşamalarında aroma kayıplarını önleyici önlemlerin alınması (farklı konsantrasyon ve kurutma teknikleri) gerektiği değerlendirilmiştir.
7. Gerçekleştirilen bu araştırma ile geliştirilebilir yeni bir ürün elde edilmiştir. Yapılacak ek çalışmalarla ticarileşebilir ve hatta patentlenebilir bir ürüne ulaşılabileceği kanaatine varılmıştır.

## 6. KAYNAKLAR

- ACAR, J. ve DEMİR, N. 2001. Kuşburnu çayları. *Gıda Mühendisliği Dergisi*, Aralık: 17-21.
- AKYÜZ, N., COŞKUN, H. ve BAKIRCI, İ. 1996. Kuşburnu besin değeri ve kullanım alanları. Kuşburnu Sempozyumu, ss. 271-279, 5-6 Eylül, Gümüşhane Üniversitesi, Gümüşhane.
- ALASALVAR, C., PELVA, E., ÖZDEMİR, K.S., KOCADAĞLI, T., MOGOL, B.A., PASLI, A.A., ÖZCAN, N., ÖZÇELİK, B. and GÖKMEN, V. 2013. Compositional, nutritional, and functional characteristics of instant teas produced from low- and high-quality black teas. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61: 7529-7536
- AL-FARSI, M.A. and LEE, C.Y. 2008. Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds. *Food Chemistry*, 108 (3): 977-985.
- AL-KAHTANI, H.A and HASSAN, B.H. 1990. Spray drying of hibiscus (*Roselle sabdariffa* L.) extract. *Journal of Food Science*, 55 (4): 1073-1076.
- ALOTHMAN, M., BHAT, R. and KARIM, A.A. 2009. Antioxidant capacity and phenolic content of selected tropical fruits from Malaysia, extracted with different solvents. *Food Chemistry*, 115 (3): 785-788.
- ALTUĞ, T. ve ELMACI, Y. 2005. Gıdalarda Duyusal Değerlendirme. Meta Basım Matbaacılık Hizmetleri, İzmir. 130 s.
- AMEYE, L.G. and CHEE, W.S.S. 2006. Osteoarthritis and nutrition. From nutraceuticals to functional foods: a systematic review of the scientific evidence. *Arthritis Research & Therapy*, 8 (4): R127.
- ANONYMOUS 2000. Organic farming in the tropics and subtropics: Hibiscus. <http://www.naturland.de/fileadmin/MDB/documents/Publication/English/hibiscus.pdf> (Son erişim tarihi: 20.11.2014)
- ANŞİN, R. 1996. Doğu karadeniz bölgesinde yetişen doğal *Rosa* L. taksonları. Kuşburnu Sempozyumu, ss. 85-95, 5-6 Eylül, Gümüşhane Üniversitesi, Gümüşhane.
- ASAMI, D.K., HONG, Y.J., BARRETT, D.M. and MITCHELL, A.E. 2003. Comparison of the total phenolic and ascorbic acid content of freeze-dried and air-dried marionberry, strawberry, and corn grown using conventional, organic, and sustainable agricultural practices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51 (5): 1237-1241.
- AURELIO, D.L., EDGARDO, R.G. and NAVARRO-GALINDO, S. 2008. Thermal kinetic degradation of anthocyanins in a roselle (*Hibiscus sabdariffa* L. cv. 'Criollo') infusion. *International Journal of Food Science & Technology*, 43 (2): 322-325.

- BECHOFF, A. et al. 2014. Relationships between anthocyanins and other compounds and sensory acceptability of Hibiscus drinks. *Food Chemistry*, 148: 112-119.
- BERISTAIN, C., GARCIA, H. and VERNON-CARTER, E. 2001. Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. *LWT-Food Science and Technology*, 34 (6): 398-401.
- BOX, G.E. and WILSON, K. 1951. On the experimental attainment of optimum conditions. *Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)*, 13 (1): 1-45.
- BÖHM, V., FRÖHLICH, K. and BITSCH, R. 2003. Rosehip — a “new” source of lycopene? *Molecular Aspects of Medicine*, 24 (6): 385-389.
- BUCIĆ-KOJIĆ, A., PLANINIĆ, M., TOMAS, S., BILIĆ, M. and VELIĆ, D. 2007. Study of solid–liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. *Journal of Food Engineering*, 81 (1): 236-242.
- BURDURLU, H.S., KOCA, N. and KARADENİZ, F. 2006. Degradation of vitamin C in citrus juice concentrates during storage. *Journal of Food Engineering*, 74 (2): 211-216.
- CABRITA, L., FOSSEN, T. and ANDERSEN, O.M. 2000. Colour and stability of the six common anthocyanidin 3-glucosides in aqueous solutions. *Food Chemistry*, 68 (1): 101-107.
- CACACE, J.E. and MAZZA, G. 2003. Mass transfer process during extraction of phenolic compounds from milled berries. *Journal of Food Engineering*, 59 (4): 379-389.
- CAL, K. and SOLLOHUB, K. 2010. Spray drying technique. I: hardware and process parameters. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 99: 575-586.
- CANER, C. and ADAY, M.S. 2009. Maintaining quality of fresh strawberries through various modified atmosphere packaging. *Packaging Technology and Science*, 22: 115-122.
- CANO-CHAUCA, M., STRINGHETA, P., RAMOS, A. and CAL-VIDAL, J. 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6 (4): 420-428.
- CEMEROĞLU, B. 2009. Meyve ve sebze işleme teknolojisi. Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, Ankara. 707 s.
- CEMEROĞLU, B. 2010. Gıda analizleri. Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, Ankara. 657 s.

- COLLADO-FERNANDEZ, M., GONZALEZ-SANJOSE, M. and PINO-NAVARRO, R. 2000. Evaluation of turbidity: correlation between Kerstesz turbidimeter and nephelometric turbidimeter. *Food Chemistry*, 71 (4): 563-566.
- CRANK, J. 1975. The mathematics of diffusion. Clarendon Press, Oxford, London. 414 s.
- CVETKOVIĆ, B.R., FILIPČEV, B.V., BODROŽA-SOLAROV, M.I., BARDIĆ, Ž.M. and SAKAČ, M.B. 2009. Chemical composition of dried fruits as a value added ingredient in bakery product. *Food Processing, Quality and Safety*, 36 (1-2): 15-19.
- DA-COSTA-ROCHA, I., BONNLAENDER, B., SIEVERS, H., PISCHEL, I. and HEINRICH, M. 2014. *Hibiscus sabdariffa* L. - A phytochemical and pharmacological review. *Food Chemistry*, 165: 424-443.
- DEMİR, F. and ÖZCAN, M. 2001. Chemical and technological properties of rose (*Rosa canina* L.) fruits grown wild in Turkey. *Journal of Food Engineering*, 47 (4): 333-336.
- DEMİR, N., YILDIZ, O., ALPASLAN, M. and HAYALOĞLU, A.A. 2014. Evaluation of volatiles, phenolic compounds and antioxidant activities of rose hip (*Rosa* L.) fruits in Turkey. *LWT-Food Science and Technology*, 57 (1): 126-133.
- DÖLEK, Ü. 2013. Bazı kuşburnu (*Rosa* sp.) türlerinde optimal hasat zamanının ve fitokimyasal değişimlerin belirlenmesi. Doktora tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat, 113 s.
- DURLING, N.E., CATCHPOLE, O.J., GREY, J.B., WEBBY, R.F., MITCHELL, K.A., FOO, L.Y. and PERRY, N.B. 2007. Extraction of phenolics and essential oil from dried sage (*Salvia officinalis*) using ethanol-water mixtures. *Food Chemistry*, 101 (4): 1417-1424.
- EARLE, R.L. 1966. Unit operations in food processing. Pergamon Press, London. 342 s.
- EKİNCİALP, A. ve KAZANKAYA, A. 2012. Hakkari yöresi kuşburnu genotiplerinin (*Rosa* spp.) bazı fiziksel ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 22 (1): 7-11.
- ERCİŞLİ, S. 2007. Chemical composition of fruits in some rose (*Rosa* spp.) species. *Food Chemistry*, 104 (4): 1379-1384.
- EREN, İ. 2004. Patateslerin osmotik dehidrasyonunun "Response Surface" metodu kullanılarak optimizasyonu. Yüksek lisans tezi, Ege Üniversitesi, İzmir, 138 s.
- ERSUS, S. and YURDAGEL, U. 2007. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucuscarota* L.) by spray drier. *Journal of Food Engineering*, 80 (3): 805-812.

- FOUST, A.S., WENZEL, L.A., CLUMP, C.W., MAUS, L. and BRYCE ANDERSEN, L. 1960. Principles of unit operations. John Wiley & Sons, New York, 578 s.
- FUCHS, M., TURCHIULI, C., BOHIN, M., CUVELIER, M., ORDONNAUD, C., PEYRAT-MAILLARD, M. and DUMOULIN, E. 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 75 (1): 27-35.
- GAO, X., BJÖRK, L., TRAJKOVSKI, V. and UGGLA, M. 2000. Evaluation of antioxidant activities of rosehip ethanol extracts in different test systems. *Journal of The Science of Food and Agriculture*, 80 (14): 2021-2027.
- GHARSALLAOUI, A., ROUDAUT, G., CHAMBIN, O., VOILLEY, A. and SAUREL, R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40 (9): 1107-1121.
- GLEB, S.P. 1976. Processing of rosehips. *Investigacion Agricola*, 2 (1): 39-41.
- GONZALEZ-PALOMARES, S., ESTARRON-ESPINOSA, M., FLORENCIO GOMEZ-LEYVA, J. and ANDRADE-GONZALEZ, I. 2009. Effect of the temperature on the spray drying of roselle extracts (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Plant Foods for Human Nutrition*, 64 (1): 62-67.
- GOULA, A.M. and ADAMOPOULOS, K.G. 2005. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. *Journal of Food Engineering*, 66 (1): 35-42.
- GOULA, A.M. and ADAMOPOULOS, K.G. 2010. A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 11 (2): 342-351.
- GÜNEŞ, M. ve ŞEN, S.M. 2001. Tokat yöresinde doğal olarak yetişen kuşburnuların (*Rosa* spp.) seleksiyon yoluyla ıslahı üzerine bir araştırma. *Bahçe*, 30 (1-2): 9-16.
- HANDA, S.S., KHANUJA, S.P.S., LONGO, G. and RAKESH, D.D. 2008. Extraction technologies for medicinal and aromatic plants. International Centre For Science and High Technolog, Trieste, Italy. 260 s.
- IDHAM, Z., MUHAMAD, I. and SARMIDI, M.R. 2012. Degradation kinetics and color stability of spray-dried encapsulated anthocyanins from *Hibiscus Sabdariffa* L. *Journal of Food Process Engineering*, 35 (4): 522-542.
- İLBAY, Z., ŞAHİN, S. and KIRBAŞLAR, S.I. 2013. Optimisation of ultrasound-assisted extraction of rosehip (*Rosa canina* L.) with response surface methodology. *Journal of The Science of Food and Agriculture*, 93 (11): 2804-2809.
- İMER, F., KOZCAZ, M. ve SÖNMEZOĞLU, İ. 2009. The effect of tempereture and pH on the kinetics of lascorbic acid oxidation catalyzed by copper (II). *Sigma Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi*, 27: 255-263.



- JINAPONG, N., SUPHANTHARIKA, M. and JAMNONG, P. 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84 (2): 194-205.
- KADAKAL, Ç., NAS, S. ve ARTIK, N. 2002. Kuşburnu (*Rosa canina* L.) meyve ve çekirdeğinin bileşimi ve İnsan beslenmesi açısından önemi. *Dünya Gıda Dergisi*, Temmuz-Ağustos: 111-117.
- KALT, W., FORNEY, C.F., MARTIN, A. and PRIOR, R.L. 1999. Antioxidant capacity, vitamin C, phenolics, and anthocyanins after fresh storage of small fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47 (11): 4638-4644.
- KARASAKAL, A. 2007. Kuşburnu bitkisinde spektrofotometrik yöntemle askorbik asit tayini. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 81 s.
- KARASAKAL, A. and GÜRKAN, Y.Y. 2013. Determination of total antioxidant capacity of rosehip (*R. arvensis huds*) growing in Turkey and rosehip species by using cuprac spectrophotometric method. *Asian Journal of Chemistry*, 25 (3): 1761-1762.
- KHURI, A.I. 2006. Response surface methodology and related topics. World Scientific, Singapore. 472 s.
- KILIÇGÜN, H. and ALTINER, D. 2010. Correlation between antioxidant effect mechanisms and polyphenol content of *Rosa canina*. *Pharmacognosy Magazine*, 6 (23): 238-241.
- KIRMACI, V., USTA, H. and MENLİK, T. 2008. An experimental study on freeze-drying behavior of strawberries. *Drying Technology*, 26 (12): 1570-1576.
- KOCA, İ., KOCA, A.F. ve YOLCU, H. 2008. Fonksiyonel gıda olarak kuşburnu. Türkiye 10. Gıda Kongresi, ss. 295-298, 21-23 Mayıs, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- KOÇ, B. 2008. Püskürtmeli kurutma yöntemi ile yoğurt tozu üretim koşullarının optimizasyonu. Yüksek lisans tezi, Ege Üniversitesi, İzmir, 237 s.
- KOÇ, B., SAKİN-YILMAZER, M., KAYMAK-ERTEKİN, F. and BALKIR, P. 2014. Physical properties of yoghurt powder produced by spray drying. *Journal of Food Science and Technology*, 51 (7): 1377-1383.
- KOÇ, İ., KOCA, A.F. ve YOLCU, H. 2010. Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16: 79-90.
- KRISHNAIAH, D., SARBATLY, R. and NITHYANANDAM, R. 2011. Optimization of spray for drying *Morinda citrifolia* L. fruit extract. *Journal of applied sciences*, 11 (13): 2276-2283.
- LAPORNIK, B., PROŠEK, M. and GOLC WONDRA, A. 2005. Comparison of extracts prepared from plant by-products using different solvents and extraction time. *Journal of Food Engineering*, 71 (2): 214-222.

- LAROCHE, A., FINE, F. and GERVAIS, P. 2005. Water activity affects heat resistance of microorganisms in food powders. *International Journal of Food Microbiology*, 97 (3): 307-315.
- LEON-MARTINEZ, F.M., MENDEZ-LAGUNAS, L.L. and RODRIGUEZ-RAMIREZ, J. 2010. Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81 (4): 864-870.
- LIN, S. and AGALLOCO, J. 1979. Degradation kinetics of ascorbic acid. *Process Biochemistry*, 14 (9): 22-26.
- LIN, T.L., LIN, H.H., CHEN, C.C., LIN, M.C., CHOU, M.C. and WANG, C.J. 2007. *Hibiscus sabdariffa* extract reduces serum cholesterol in men and women. *Nutrition research*, 27 (3): 140-145.
- LIYANA-PATHIRANA, C. and SHAHIDI, F. 2005. Optimization of extraction of phenolic compounds from wheat using response surface methodology. *Food Chemistry*, 93 (1): 47-56.
- MAHDAVEE KHAZAEI, K., JAFARI, S., GHORBANI, M. and HEMMATI KAKHKI, A. 2014. Application of maltodextrin and gum Arabic in microencapsulation of saffron petal's anthocyanins and evaluating their storage stability and color. *Carbohydrate Polymers*, 105: 57-62.
- MARSHALL, W.R. 1954. Atomization and spray drying. American Institute of Chemical Engineers, New York. 122 s.
- MYERS, R.H. and MONTGOMERY, D.C. 1995. Response surface methodology: Process and product in optimization using designed experiments. John Wiley & Sons, New York. 700 s.
- NISHIKIMI, M., FUKUYAMA, R., MINOSHIMA, S., SHIMIZU, N. and YAGI, K. 1994. Cloning and chromosomal mapping of the human nonfunctional gene for l-gulonogamma-lactone oxidase, the enzyme for L-ascorbic-acid biosynthesis missing in man. *Journal of Biological Chemistry*, 269 (18): 13685-13688.
- MATTILA, P., HELLSTRÖM, J. and TÖRRÖNEN, R. 2006. Phenolic acids in berries, fruits and beverages. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54 (19): 7193-7199.
- NISETEO, T., KOMES, D., BELŠČAK-CVITANOVIĆ, A., HORŽIĆ, D. and BUDEČ, M. 2012. Bioactive composition and antioxidant potential of different commonly consumed coffee brews affected by their preparation technique and milk addition. *Food Chemistry*, 134 (4): 1870-1877.
- NOJAVAN, S., KHALILIAN, F., KIAIE, F.M., RAHIMI, A., ARABANIAN, A. and CHALAVI, S. 2008. Extraction and quantitative determination of ascorbic acid during different maturity stages of *Rosa canina* L. fruit. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21 (4): 300-305.

- NOWAK, R. and GAWLIK-DZIKI, U. 2007. Polyphenols of *Rosa L.* leaves extracts and their radical scavenging activity. *Zeitschrift fur Naturforschung C*, 62(1,2): 32-38.
- OSZMIANSKI, J. and CHOMIN, W. 1993. Experimental commercial manufacture of high-vitamin C cloudy juice from *Rosa rugosa* fruits. *Przemysl Fermentacyjny I Owocowo Warzywny*, 37: 16-17.
- ÖZDEMİR, F., AKSU, M.İ. ve NAS, S. 1997. Isıl işlemsiz elde edilen kuşburnu pulplarından farklı pulp/şeker oranlarında üretilen marmelatların kalite özellikleri. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 3 (2): 353-358
- ÖZDEMİR, F., TOPUZ, A. ve KARKACIER, M. 1998. Kuşburnu pulpunun marmelata işlenmesinde pişirme yöntemi ve formülasyonun marmelat kalitesine etkisi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 4 (1-2): 577-580.
- PALMA-RODRIGUEZ, H.M., AGAMA-ACEVEDO, E., GONZALEZ-SOTO, R.A., VERNON-CARTER, E.J., ALVAREZ-RAMIREZ, J.A. and BELLO-PEREZ, L.A. 2013 Ascorbic acid microencapsulation by spray-drying in native and acid-modified starches from different botanical sources. *Starch*, 65:584-592.
- PIGA, A., CARO, A.D., and CORDA, G. 2003. From plums to prunes: influence of drying parameters on polyphenols and antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 3675-3681.
- PIN, K., LUQMAN CHUAH, A., ABDULL RASHIH, A., RASADAH, M., LAW, C. and CHOONG, T. 2011. Solid-liquid extraction of betel leaves (*Piper betle L.*). *Journal of Food Process Engineering*, 34 (3): 549-565.
- POMPEU, D.R., SILVA, E.M. and ROGEZ, H. 2009. Optimisation of the solvent extraction of phenolic antioxidants from fruits of *Euterpe oleracea* using Response Surface Methodology. *Bioresource Technology*, 100 (23): 6076-6082.
- PROESTOS, C., SERELI, D. and KOMAITIS, M. 2006. Determination of phenolic compounds in aromatic plants by RP-HPLC and GC-MS. *Food Chemistry*, 95 (1): 44-52.
- QUEK, S.Y., CHOK, N.K. and SWEDLUND, P. 2007. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, 46 (5): 386-392.
- RAKOTONDRAMASY-RABESIAKA, L., HAVET, J.L., PORTE, C. and FAUDUET, H. 2008. Solid-liquid extraction of protopine from *Fumaria officinalis L.*— Experimental study and process optimization. *Separation and Purification Technology*, 59 (3): 253-261.
- RATTI, C. 2001. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *Journal of Food Engineering*, 49 (4): 311-319.

- RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ, G.R., GONZÁLEZ-GARCÍA, R., GRAJALES-LAGUNES, A., RUIZ-CABRERA, M. and ABUD-ARCHILA, M. 2005. Spray-drying of cactus pear juice (*Opuntia streptacantha*): effect on the physicochemical properties of powder and reconstituted product. *Drying Technology*, 23 (4): 955-973.
- ROMAN, I., STANILA, A. and STANILA, S. 2013. Bioactive compounds and antioxidant activity of *Rosa canina* L. biotypes from spontaneous flora of Transylvania. *Chemistry Central Journal*, 7: N73.
- SALDAMLI, İ. 2007. Gıda Kimyası. Hacettepe Üniversitesi Yayınları, Ankara. 587 s.
- SHABDE, V.S. and HOO, K.A. 2008. Optimum controller design for a spray drying process. *Control Engineering Practice*, 16 (5): 541-552.
- SILVA, E.M., ROGEZ, H. and LARONDELLE, Y. 2007. Optimization of extraction of phenolics from *Inga edulis* leaves using response surface methodology. *Separation and Purification Technology*, 55 (3): 381-387.
- SINDI, H.A., MARSHALL, L.J. and MORGAN, M.R.A. 2014. Comparative chemical and biochemical analysis of extracts of *Hibiscus sabdariffa*. *Food Chemistry*, 164: 23-29.
- SOARES, L.A.L., ORTEGA, G.G., PETROVICK, P.R. and SCHMIDT, P.C. 2005. Dry granulation and compression of spray-dried plant extracts. *Aaps Pharmscitech*, 6 (3): E359-E366.
- SOMESWARARAO, C. and SRIVASTAV, P. 2012. A novel technology for production of instant tea powder from the existing black tea manufacturing process. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 16: 143-147.
- SPIGNO, G., TRAMELLI, L. and DE FAVERI, D.M. 2007. Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal of Food Engineering*, 81 (1): 200-208.
- SPIRO, M. and CHEN, S.S. 1993. Rose-hip tea: equilibrium and kinetic study of L-ascorbic acid extraction. *Food Chemistry*, 48 (1): 39-45.
- ŞAHİN, G. 2013. Dondurarak ve açık havada kurularak muhafazanın kuşburnu meyvesinin bazı kalite özelliklerine etkisi. Yüksek lisans tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat, 65 s.
- ŞAHİN NADEEM, H., TORUN, M. and ÖZDEMİR, F. 2011. Spray drying of the mountain tea (*Sideritis stricta*) water extract by using different hydrocolloid carriers. *LWT-Food Science and Technology*, 44 (7): 1626-1635.
- ŞAHİN-NADEEM, H., DİNÇER, C., TORUN, M., TOPUZ, A. and ÖZDEMİR, F. 2013. Influence of inlet air temperature and carrier material on the production of instant soluble sage (*Salvia fruticosa* Miller) by spray drying. *LWT-Food Science and Technology*, 52 (1): 31-38.

- STÅHL, K., CLAEISSON, M., LILLIEHOM, P., LINDÉN, H. and BÄCKSTRÖM, K. 2002. The effect of process variables on the degradation and physical properties of spray dried insulin intended for inhalation. *International Journal of Pharmaceutics*, 233 (1-2) 227-237.
- TAJCHAKAVIT, S., BOYE, J. and COUTURE, R. 2001. Effect of processing on post-bottling haze formation in apple juice. *Food Research International*, 34 (5): 415-424.
- TETİK, N., TURHAN, İ., ÖZİYİCİ, H.R. and KARHAN, M. 2011. Determination of D-pinitol in carob syrup. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 62 (6): 572-576.
- TONTUL, İ. 2011. Keten tohumu yağının püskürterek kurutmaya mikroenkapsülasyonu üzerine farklı taşıyıcı madde ve emülsiyon uygulamalarının etkilerinin araştırılması. Yüksek lisans tezi, Akdeniz Üniversitesi, Antalya, 85 s.
- TONTUL, İ. and TOPUZ, A. 2013. Mixture design approach in wall material selection and evaluation of ultrasonic emulsification in flaxseed oil microencapsulation. *Drying Technology*, 31 (12): 1362-1373.
- TORRES, D.C., DIAZ-MAROTO, M.C., HERMOSÍN-GUTIÉRREZ, I. and PÉREZ-COELLO, M.S. 2010. Effect of freeze-drying and oven-drying on volatiles and phenolics composition of grape skin. *Analytica Chimica Acta*, 660 (1-2): 177-182.
- TORUN, M., DİNÇER, C., TOPUZ, A., ŞAHİN-NADEEM, H. and ÖZDEMİR, F. 2014. Aqueous extraction kinetics of soluble solids, phenolics and flavonoids from sage (*Salvia fruticosa* Miller) leaves. *Journal of Food Science and Technology*, DOI: 10.1007/s13197-014-1308-8.
- TRINDADE, M.A. and GROSSO, C.R. 2000. The stability of ascorbic acid microencapsulated in granules of rice starch and in gum arabic. *Journal of Microencapsul*, 17 (2): 169-176.
- TÜRKBEN, C., UYLASER, V., İNCEDAYI, B. and ÇELİKKOL, I. (2010). Effects of different maturity period and processes on nutritional components of rose hip (*Rosa canina* L.). *Journal of Food Agricultural and Environment*, 8 (1): 26-30.
- TZIA, C. and LIADAKIS, G. 2003. Extraction optimization in food engineering. CRC Press, New York. 456 s.
- VILLACREZ, J.L., CARRIAZO, J.G. and OSORIO, C. 2014. Microencapsulation of andes berry (*Rubus glaucus* Benth.) aqueous extract by spray drying. *Food and Bioprocess Technology*, 7 (5): 1445-1456.
- VUONG, Q.V., GOLDING, J.B., NGUYEN, M.H and ROACH, P.D. 2013. Preparation of decaffeinated and high caffeine powders from green tea. *Powder Technology*, 233: 169-175.

- WANG, J., SUN, B., CAO, Y., TIAN, Y. and LI, X. 2008. Optimisation of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from wheat bran. *Food Chemistry*, 106 (2): 804-810.
- YAMANKARADENİZ, R. 1983. Kuşburnu (*Rosa* sp) değerlendirme olanakları. *Gıda Dergisi*, 4: 157-162.
- YE, D., ZHANG, L., SUN, S., CHEN, J. and FANG, T. 2014. Production of high-aroma instant tea powder using various novel technologies. *Journal of Food Process Engineering*, 37: 273-284.
- YILDIZ, O. 2005. Bazı İşlem proseslerinin kuşburnu meyvesine uygulanması. Yüksek lisans tezi, İnönü Üniversitesi, Malatya, 92 s.
- YOO, K.M., LEE, C.H., LEE, H., MOON, B. and LEE, C.Y. 2008. Relative antioxidant and cytoprotective activities of common herbs. *Food Chemistry*, 106 (3): 929-936.
- YÖRÜK, İ.H., TÜRKER, M., KAZANKAYA, A., EREZ, M.E., BATTAL, P. and ÇELİK, F. 2008. Fatty acid, sugar and vitamin contents in rose hip species. *Asian Journal of Chemistry*, 20 (2): 1357-1364.
- YUAN, J.P. and CHEN, F. 1998. Degradation of ascorbic acid in aqueous solution. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46 (12): 5078-5082.

## ÖZGEÇMİŞ

Emrah EROĞLU 1989 yılında Aydın'da doğdu. Lise öğrenimini Aydın'da tamamladı. 2007 yılında girdiği Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü'nden 2012 yılında mezun oldu. Aynı yıl Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans eğitimine başlayan Emrah EROĞLU halen aynı kurumda eğitimini sürdürmektedir.