

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**MEYAN KÖKÜNDE BULUNAN BAZI BİYOAKTİF BİLEŞENLERİN
EKSTRAKSİYONU ÜZERİNE FARKLI YÖNTEMLERİN ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Melis ÖZGÜNER KABAK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TEMMUZ 2019

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**MEYAN KÖKÜNDE BULUNAN BAZI BİYOAKTİF BİLEŞENLERİN
EKSTRAKSİYONU ÜZERİNE FARKLI YÖNTEMLERİN ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Melis ÖZGÜNER KABAK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TEMMUZ 2019

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

**MEYAN KÖKÜNDE BULUNAN BAZI BİYOAKTİF BİLEŞENLERİN
EKSTRAKSİYONU ÜZERİNE FARKLI YÖNTEMLERİN ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Melis ÖZGÜNER KABAK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TEMMUZ 2019

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MEYAN KÖKÜNDE BULUNAN BAZI BİYOAKTİF BİLEŞENLERİN
EKSTRAKSİYONU ÜZERİNE FARKLI YÖNTEMLERİN ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI

Melis ÖZGÜNER KABAK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Bu tez 05/07/2019 tarihinde jüri tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet TORUN (Danışman)

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Doç. Dr. Asiye AKYILDIZ

ÖZET

MEYAN KÖKÜNDE BULUNAN BAZI BİYOAKTİF BİLEŞENLERİN EKSTRAKSİYONU ÜZERİNE FARKLI YÖNTEMLERİN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Melis ÖZGÜNER KABAK

Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Mehmet TORUN

Temmuz 2019; 70 sayfa

Bu tez kapsamında meyan kökü biyoaktif bileşenlerinin (glisirizik asit, liquiritin ve formononetin) geleneksel ve ultrasonik yöntemlerle ekstraksiyon şartları (metanol:su oranı, ekstraksiyon sıcaklığı, ekstraksiyon süresi, ultrases gücü) cevap-yüzey metoduna göre optimize edilmiş, geleneksel yöntemle su kullanılarak yapılan ekstraksiyonun süreye bağlı kinetik parametreleri belirlenmiş, geleneksel yöntemle optimum şartlarda elde edilen ekstraktların biyoaktif bileşenleri ultrafiltrasyon tekniğiyle zenginleştirilerek, elde edilen zenginleştirilmiş ekstraktlar püskürterek kurutma yöntemiyle toz forma dönüştürülmüştür. Ekstraksiyon şartlarının optimizasyonu ekstrakta geçen biyoaktif bileşenlerin miktarına göre gerçekleştirilmiş, elde edilen toz ürünlerde ise biyoaktif bileşen analizleri ile kurutma verimi, su aktivitesi, nem miktarı, kitle yoğunluğu, çözünürlük ve renk analizleri yapılmıştır.

Araştırma sonuçları meyan kökü ekstraksiyonunda çözücüde metanol oranının artmasıyla ekstrakttaki biyoaktif bileşenlerin miktarının azaldığını, en uygun çözücünün su olduğunu göstermiştir. Ultrases destekli su ile yapılan ekstraksiyon sonucunda ise ekstrakttaki glisirizik asit miktarı 0.522-1.046 g/100 g KM arasında, liquiritin miktarı 0.901-2.310 g/100 g KM arasında, formononetin miktarı ise 0.106-0.173 g/100 g KM arasında belirlenmiş olup, ekstraksiyonun optimum şartları program tarafından 90 °C, 77 dakika ve 653 Watt olarak verilmiştir. Araştırma sonuçlarına göre, ultrases destekli ekstraksiyon ile sürenin yaklaşık % 40 oranında azaltılabileceğini göstermiştir.

Geleneksel yöntemle su kullanılarak yapılan ekstraksiyon kinetiği çalışması sonucunda meyan kökü bileşenlerinin ekstraksiyonunu en iyi ifade eden Two-site kinetik modelin olduğu; modelde geçen hızlı (K_1) ve yavaş (K_2) ekstraksiyon katsayıları liquiritin için sırasıyla 0.0270 dk^{-1} ve 4.5064 dk^{-1} , formononetin için 0.0531 dk^{-1} ve 2.0335 dk^{-1} , glisirizik asit için ise 0.0530 dk^{-1} ve 2.0490 dk^{-1} olarak belirlenmiştir.

Ultrafiltrasyon yöntemiyle 10, 30, 50 ve 100 kDa ayırma sınırlarına sahip membranlardan geçirilen ekstraktların retentant kısımlarında oransal olarak biyoaktif bileşenlerinin miktarının arttırıldığı, bu artışın en fazla 10 kDa ayırma sınırına sahip membranlarda elde edildiği sonucuna ulaşılmıştır.

Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma verimliliklerinin % 50.77-71.52 arasında olduğu, en yüksek verimin % 100 MD (Maltodekstrin) kullanılarak 140 °C'de yapılan kurutma sonucuna elde edildiği sonucuna ulaşılmıştır. Elde edilen toz ürünlerin su aktivitesi değerlerinin 0.23-0.28 arasında, çözünürlük değerlerinin % 93 üzerinde, kitle yoğunluğu değerlerinin ise 385.46-435.86 kg/m³ arasında olduğu görülmüştür. 140 °C'de, 1:1 oranında MD:Peyniraltı suyu proteini (PSP) kullanılarak yapılan püskürterek kurutma sonucunda meyan kökünün biyoaktif bileşenlerinin en yüksek oranda kazanıldığı sonucuna ulaşılmıştır.

ANAHTAR KELİMELEER: Ekstraksiyon, meyan kökü, biyoaktif bileşenler, optimizasyon, ultrafiltrasyon, ultrases, püskürterek kurutma.

JÜRİ: Dr. Öğr. Üyesi Mehmet TORUN

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Doç. Dr. Asiye AKYILDIZ

ABSTRACT

INVESTIGATION OF DIFFERENT METHODS ON EXTRACTION OF BIOACTIVE COMPONENTS OF LICORICE

Melis ÖZGÜNER KABAK

Msc. Thesis in Food Engineering

Supervisor: Dr. Öğr. Üyesi Mehmet TORUN

July 2019; 70 pages

In this M.Sc. thesis, the extraction conditions of licorice bioactive components (glycyrrhizic acid, liquiritin and formononetin) by conventional and ultrasonic methods (methanol:water ratio, extraction temperature, extraction time, ultrasound power) were optimized according to the response-surface method. Also, time-dependent kinetic parameters of extracts which obtained conventional extraction method in water were determined. Bioactive components of extracts obtained by conventional method were enriched by ultrafiltration technique and enriched extracts were powdered by spray drying technology. The optimization of the extraction conditions was carried out according to the amount of bioactive components in the extract.

The results of the research showed that the amount of bioactive components in the extract decreased with increasing methanol content in extract and water was the most suitable solvent. As a result of extraction with ultrasound assisted performed using water, the amount of glycyrrhizic acid in the extract was determined between 0.522-1.046 g/100 g DM, the amount of liquiritin was between 0.901-2.310 g/100 g DM and the amount of formononetin was determined between 0.106-0.173 g/100 g DM and the optimum conditions of extraction were given as 90 °C, 77 minutes and 653 Watts. According to the results of the research, the duration of ultrasound assisted extraction can be reduced by approximately 40%.

As a result of the extraction kinetics study using water by the traditional method, the Two-site kinetic model is the best expression of the extraction of licorice components; The fast (K1) and slow (K2) extraction coefficients in the model were 0.0270 min⁻¹ and 4.5064 min⁻¹ for liquiritin, 0.0531 min⁻¹ and 2.0335 min⁻¹ for formononetin, 0.0530 min⁻¹ and 2.0490 min⁻¹ for glycyrrhizic acid, respectively.

It was concluded that the amount of bioactive components in the retentant parts of the extracts passed through membranes having separation limits of 10, 30, 50 and 100 kDa was increased by ultrafiltration method and this increase was obtained in membranes having maximum separation limit of 10 kDa.

The drying efficiency of licorice powder obtained by spray drying was between 50.77-71.52% and the highest yield was obtained by drying at 140 °C using 100% (Maltodextrin) MD. The water activity values of powder products obtained were between 0.23-0.28, 93% above solubility values, and mass density values were between

385.46-435.86 kg / m³. At 140 °C, 1: 1 ratio of MD: Whey protein (PSP) as a result of spray drying using the highest percentage of bioactive components of the licorice was obtained.

KEYWORDS: Extraction, licorice, bioactive components, optimization, ultrafiltration, ultrasound, spray drying.

COMMITTEE: Asst. Prof. Dr. Mehmet TORUN

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Assoc. Prof. Dr. Asiye AKYILDIZ

ÖNSÖZ

Tarihsel süreçte hastalıkların tedavisinde kullanılan bitkilerden biri olan meyan kökü üzerindeki bilimsel arařtırmalar artarak devam etmekte ve içerdęi bileşenlerin saęlık üzerindeki etkileri açıklanmaya çalışılmaktadır. Bu açıdan tez kapsamında, takviye edici gıda üretiminde alternatif kaynaklardan biri olacağı düşünölen meyan kökündeki biyoaktif bileşenlerin (glisirizik asit, liquiritin ve formononetin) ekstraksiyonu, ekstrakttaki oranının zenginleştirilmesi ve toz forma dönüřtürölerek kararlı bir yapı kazandırılması amaçlanmıştır. Belirtilen amaç doğrultusunda gerçekleştirilen bu tez sonucunda elde edilen verilerin gerek konu ile ilgili arařtırmacılar gerekse de ilgili endüstriye faydalı olmasını temenni ederim.

Bilgi ve birikimleri ile tezimin her aşamasında benden yardım ve desteęini esirgemeyen danıřman hocam Dr. Öğr. Üyesi Mehmet TORUN'a,

Tezimin tüm aşamalarında, ihtiyacım olduęu her zaman yardımlarını esirgemeyen ve yanımda olarak zorlu bu süreçte beni yalnız bırakmayan Ferhan BALCI TORUN, Emrah EROęLU, Handan BAŞÜNAL GÜLMEZ, Serenay AŞIK ve Tuęçe ATBAKAN'a,

Tezimin gerçekleşmesi için çeşitli aşamalarda yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Mustafa KARHAN'a, Ahmet HACIOęLU ve Melis YILDIZ'a,

Son olarak tüm hayatım boyunca maddi manevi büyük fedakârlıklar yaparak beni yetiřtiren, bu noktaya gelmemi saęlayan annem Rana YAŞAR ve anneannem Sevim YAŞAR'a, her daim desteęini yanımda hissettięim kardeřim Melike ÖZGÜNER' e ve yüksek lisans eęitimimin en başından en sonuna kadar her anlamda bana destek olan sevgili eřim Barıř KABAK'a sonsuz teřekkürlerimi sunarım.

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Meyan Kökünde Bulunan Bazı Biyoaktif Bileşenlerin Ekstraksiyonu Üzerine Farklı yöntemlerin Etkisinin Araştırılması” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

05/07/2019

Melis ÖZGÜNER KABAK



İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
ÖNSÖZ	v
AKADEMİK BEYAN	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK TARAMASI.....	3
2.1. Meyan Kökü.....	3
2.2. Ekstraksiyon.....	6
2.2.1.Bitkisel kaynaklardan fenolik maddelerin ekstraksiyonu	8
2.2.2.Ekstraksiyon teknikleri.....	8
2.2.2.1. Geleneksel ekstraksiyon.....	8
2.2.2.2. Soxhlet ekstraksiyonu	9
2.2.2.3. Ultrases destekli sıvı ekstraksiyonu	9
2.2.2.4. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi	11
2.2.2.5. Süperkritik akışkan ekstraksiyon tekniği	11
2.3. Membran Yöntemi ile Zenginleştirme	12
2.4. Püskürterek Kurutma	14
3. MATERYAL VE METOT	17
3.1. Materyal.....	17
3.2. Metot.....	17
3.2.1.Ekstraksiyon optimizasyonu.....	17
3.2.2.Ekstraktın zenginleştirilmesi	19
3.2.3.Meyan kökü ekstraktlarının püskürterek kurutulması	19
3.3. Analizler.....	21
3.3.1.Ekstraktların fenolik madde kompozisyonunun belirlenmesi	21
3.3.2.Toz örneklerde nem ve su aktivitesi analizi	22
3.3.3.Kurutma verimi.....	22
3.3.4.Yığın yoğunluğu	22
3.3.5.Toz örneklerin çözünürlük analizi	23
3.3.6.Toz örneklerin renk analizi.....	23

3.3.7. Ekstraksiyon kinetiği.....	23
3.3.8. İstatistiksel analizler.....	23
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	25
4.1. Ekstraksiyon Optimizasyonu	25
4.1.1. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi.....	25
4.1.1.1. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün glisirizik asit içeriği üzerine etkisi	26
4.1.1.2. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün liquiritin içeriği üzerine etkisi	27
4.1.1.3. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün formononetin içeriği üzerine etkisi	28
4.1.1.4. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun cevap yüzey metodu ile belirlenen optimum şartları.....	29
4.1.2. Farklı oranlarda metanol:su kullanılarak yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi	30
4.1.2.1. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi	30
4.1.2.2. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi	35
4.1.2.3. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi	39
4.1.3. Su ile yapılan ultrasonik ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi.....	44
4.2. Meyan kökü bileşenlerinin geleneksel yöntemle su ile yapılan ekstraksiyonunun kinetik parametreleri	50
4.3. Ekstraktların ultrafiltrasyon yöntemiyle zenginleştirilmesi.....	51
4.3.1. Meyan kökü ekstraktlarının püskürterek kurutulması	53
4.3.1.1. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının kurutma verimi	53
4.3.1.2. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun çözünürlük değişimi	55
4.3.1.3. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun nem miktarı ve su aktivitesi değişimi	56
4.3.1.4. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının kitle yoğunluğu değişimi	58
4.3.1.5. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının renk değerlerinin değişimi	60
4.3.1.6. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının biyoaktif bileşen miktarlarının değişimi	61

5. SONUÇLAR.....	64
6. KAYNAKLAR	66
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

°C : santigrat

dk : dakika

g : gram

mL: mililitre

Kısaltmalar

MD :Maltodekstrin

PSP : Peyniraltı Suyu Proteini

AÜ : Akdeniz Üniversitesi

HPLC : Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi

KM : Kuru Madde

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. <i>Glycyrrhiza glabra</i> bitkisinin çiçeğinin ve kökünün görünüşü	3
Şekil 2.2. Meyan kökünde bulunan glisirrizinin kimyasal yapısı	4
Şekil 2.3. Meyan kökünün yapısında bulunan liquiritin bileşeninin kimyasal yapısı	5
Şekil 2.4. Meyan kökünün yapısında bulunan formononetin bileşeninin kimyasal yapısı	6
Şekil 2.5. Kavitasyon oluşumu.....	10
Şekil 2.6. Geleneksel dikey filtrasyon ile teğet akış (çapraz akış) filtrasyon uygulamaları şematik gösterimi.....	12
Şekil 2.7. Geleneksel ve membran filtrasyon ile ayrılan maddelerin büyüklükleri	13
Şekil 2.8. Püskürterek kurutma sistemi	15
Şekil 3.1. Meyan kökü ekstraktlarının zenginleştirilmesi.....	19
Şekil 3.2. Püskürterek kurutma ünitesi (Büchi Mini Spray Dryer B-290)	20
Şekil 3.3. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen toz ürün	20
Şekil 3.4. Meyan kökü ekstraktına ait örnek kromotogram.....	21
Şekil 3.5. Formononetin standardına ait kromotogram	21
Şekil 3.6. Liquiritin standardına ait kromotogram	22
Şekil 3.7. Glisirizik asit standardına ait kromotogram	22
Şekil 4.1. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri.....	27
Şekil 4.2. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	28
Şekil 4.3. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	29
Şekil 4.4. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	32
Şekil 4.5. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	33
Şekil 4.6. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	34
Şekil 4.7. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	36

Şekil 4.8. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	37
Şekil 4.9. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	38
Şekil 4.10. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	41
Şekil 4.11. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	42
Şekil 4.12. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	43
Şekil 4.13. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri.....	46
Şekil 4.14. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	48
Şekil 4.15. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri	49
Şekil 4.16. Ekstraksiyon kinetiğine ait grafikler	51

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Geleneksel yöntemle su kullanılarak yapılan ekstraksiyon optimizasyonuna ait deneme deseni	17
Çizelge 3.2. Geleneksel yöntemle %50, %80 ve %100 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyon optimizasyonuna ait deneme deseni.....	18
Çizelge 3.3. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak yapılan optimizasyonun deneme deseni	18
Çizelge 3.5. Ekstraksiyon kinetiği parametreleri.....	23
Çizelge 4.1. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde miktarı (g/100g KM).....	25
Çizelge 4.2. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları	26
Çizelge 4.3. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	27
Çizelge 4.4. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	28
Çizelge 4.5. Su kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum koşulları.....	29
Çizelge 4.6. Su kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları.....	30
Çizelge 4.7. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde miktarları.....	31
Çizelge 4.8. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları	31
Çizelge 4.9. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	32
Çizelge 4.10. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	33
Çizelge 4.11. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum koşulları	34
Çizelge 4.12. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM).....	34
Çizelge 4.13. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde miktarları.....	35
Çizelge 4.14. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları	36
Çizelge 4.15. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	37

Çizelge 4.16. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	38
Çizelge 4.17. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenleri	39
Çizelge 4.18. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları.....	39
Çizelge 4.19. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların etken madde içerikleri.....	40
Çizelge 4.20. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları.....	40
Çizelge 4.21. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	41
Çizelge 4.22. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	42
Çizelge 4.23. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenleri	43
Çizelge 4.24. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları.....	43
Çizelge 4.25. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde içerikleri	44
Çizelge 4.26. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları	45
Çizelge 4.27. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları.....	47
Çizelge 4.28. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları	49
Çizelge 4.29. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların meyan kökü bileşenleri.....	50
Çizelge 4.30. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM).....	50
Çizelge 4.31. Modellere ait düzeltilmiş R ² ve RMSE değerleri.....	50
Çizelge 4.32. Modellere ait bazı kinetik parametreler.....	51
Çizelge 4.33. Ekstrakt, retentant ve permeattaki meyan kökü bileşenleri.....	52
Çizelge 4.34. UF ile zenginleştirilmiş meyan kökü ekstraktlarının (retentant) biyoaktif bileşenlerinin ortalamalarına ait varyans analiz sonuçları	52
Çizelge 4.35. UF ile zenginleştirilmiş meyan kökü ekstraktlarının (retentant) biyoaktif bileşenlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	53

Çizelge 4.36. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kurutma verimi değerleri (%).....	54
Çizelge 4.37. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kurutma verimi değerlerine ait varyans analiz sonuçları	54
Çizelge 4.38. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kurutma verimi değerlerinin (%) ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi Sonuçları	55
Çizelge 4.39. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak çözünürlük değerleri (%)	55
Çizelge 4.40. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak çözünürlük değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	55
Çizelge 4.41. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak çözünürlük değerlerinin (%) ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	56
Çizelge 4.42. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak nem miktarı (%) ve su aktivitesi değerleri.....	57
Çizelge 4.43. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak nem miktarı değerlerine ait varyans analiz sonuçları	57
Çizelge 4.44. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak nem miktarı değerlerinin (%) ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	57
Çizelge 4.45. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak su aktivitesi değerlerine ait varyans analiz sonuçları	58
Çizelge 4.46. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	58
Çizelge 4.47. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerleri (kg/m^3)	59
Çizelge 4.48. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	59
Çizelge 4.49. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi Sonuçları	59
Çizelge 4.50. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerleri	60
Çizelge 4.51. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerlerine ait varyans analiz sonuçları.....	60
Çizelge 4.52. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerleri ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	61

Çizelge 4.53. Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen meyan kökü tozlarının liquiritin, formononetin ve glisirizik asit miktarları	62
Çizelge 4.54. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak liquiritin miktarlarına ait varyans analiz sonuçları.....	62
Çizelge 4.55. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak biyoaktif bileşen miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	63

1. GİRİŞ

Tarihsel süreçte insanlar, yaşadıkları bölgede yetişen bitkileri ilaç ve gıda olarak tüketmiş, bunlarla ilgili birikim ve deneyimlerini kuşaktan kuşağa aktarmıştır. Günümüzde de birçok bitkinin tohum, kök, dal, yaprak, çiçek ve kabuk gibi farklı kısımları bu amaçlarla tüketilmektedir. Bu tüketim özellikle de bilimsel çalışmalar sonucunda bitkilerin sağlık üzerine olumlu etki gösteren etken maddelerinin ve bu maddelerin etki mekanizmalarının aydınlatılmasıyla gün geçtikçe artmaktadır. Gerek ülkemizde gerekse de diğer ülkelerde içerdiği biyoaktif bileşenler nedeniyle sıklıkla tüketilen bitkilerden biri de meyan köküdür.

Latince karşılığı tatlı kök anlamına gelen ve birçok ülkede likoris olarak bilinen meyan kökü Antik tıp tarihinin en fazla kullanılan bitkilerinden biri olmuştur (Kutlu 2013). Fabaceae (Baklagiller) familyasına ait olan meyan kökü, *Glycyrrhiza* türlerinin çeşitli varyetelerinin soyulmuş veya soyulmamış kök ve rizomları olup, *Glycyrrhiza* cinsinin dünya üzerinde 12, ülkemizde ise 6 türü bulunmaktadır. Bu türlerden *G. echinata*'da glisirizin bulunmaması ve kökleri tatlı olmaması nedeniyle, *G. glabra* haricindeki diğer türlerin de ancak belli bölgelerde bulunması ve yaygın olmaması nedeniyle drog (genel anlamda tedavi amacıyla kullanılan her türlü doğal ve sentetik maddeyi ifade eder) elde etmek amacıyla genel olarak *G. glabra* kullanılmaktadır (Bozan 1988). Yayılış alanı Akdeniz ülkeleri, Ukrayna, Rusya, Pakistan, Hindistan ve Türkistan olan meyan bitkisi, Türkiye'de Ege ve Güney Doğu Anadolu bölgelerinde özellikle Muğla, Aydın, Kahramanmaraş ve Urfa'da yetiştirilmektedir (Karamanoğlu 1973).

Meyan kökünün içeriğinde bulunan glisirizinin (glisirizik asit) tatlılığının şekerden 50-100 kat daha olmasından dolayı meyan kökü gıda endüstrisinde şekerleme, sakız, şerbet ve kola üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca meyan kökünün su ile ekstrakte edilmesi sonucu oluşan esmer renkli, tatlı ve lezzetli özütü, buz ile soğutulmuş özellikle Güneydoğu Anadolu Bölgesi'nde sıklıkla hazırlanıp tüketilmektedir. Meyan kökünde tatlılık verici özelliği yanında glisirizik asitin üst solunum yolları enfeksiyonu ve bronşite karşı mukolitik etki gösterdiği, bakteriyostatik ve antiviral etkisinin olduğu, gastrit ve ülser tedavisinde antifilojistik ve spazmolitik etkilerinin olduğu bildirilmektedir (Baek vd. 2008, Mukhopadhyay ve Panja, 2008, Cheel vd. 2010). Glisirizik asit dışında meyan kökü flavonoidler grubunda yer alan liquiritin ve formononetin açısından da oldukça önemli bir kaynaktır. Liquiritin antikanser, antideprasan, sinir koruyucu, miyokardiyal hücre koruyucu, detoksifikasyon vb. özelliklere sahipken, formononetinin antimikrobiyal ve antioksidan aktivite gösterdiği, sinir koruyucu özelliği nedeniyle Alzheimer rahatsızlığını önlenmediği, kemiklerde kireçlenmeyi geciktirdiği, anjiyogenez (var olan damarlardan tomurcuklanma yolu ile yeni damarların oluşması) özelliğinin olduğu bildirilmektedir (Kaczmarczyk-Sedlak vd. 2013, Uto vd. 2019).

Meyan kökü glisirizik asit, liquiritin ve formononetin gibi biyoaktif özellik gösteren bileşenleri nedeniyle takviye edici gıda üretiminde alternatif kaynaklardan biri görülmektedir. Özellikle son yıllarda gıda bileşenleri-sağlık arasındaki ilişkiler üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde bu çalışmalarda meyan kökünün önemli bir yer aldığı görülmüştür. Bu bağlamda meyan kökü bileşenlerinin ekstraksiyon davranışlarının belirlenmesi, saflaştırma aşamalarının birinci basamağını oluşturan zenginleştirme

işlemi aşamasında bileşenlerin değişiminin incelenmesi ve elde edilen ekstraktların stabil bir forma dönüştürülmesi oldukça önemlidir. Buradan yola çıkarak bu tez kapsamında meyan kökünde bulunan biyoaktif bileşenlerin (glisirizik asit, liquiritin ve formononetin) ekstraksiyonu, ekstraktlardaki biyoaktif bileşenlerin ultrafiltrasyon tekniğiyle zenginleştirilmesi ve elde edilen zenginleştirilmiş ekstraktın püskürtürerek kurutma yöntemiyle toz forma dönüştürülerek stabil bir yapı kazandırılması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda aktardan kuru olarak temin edilen meyan kökü, geleneksel ve ultrasonik (ultrases) yöntemlerle farklı su:metanol oranları kullanılarak ekstrakte edilmiş ve ekstraksiyon şartlarının (sıcaklık, süre ve ultrasonik ekstraksiyon için ultrases gücü) glisirizik asit, liquiritin ve formononetin eldesi açısından optimizasyonu yapılmıştır. Ayrıca su ile geleneksel yöntemle yapılan ekstraksiyonun süreye bağlı biyoaktif bileşenler açısından kinetik parametreleri belirlenmiştir. Geleneksel yöntemle su ile optimum şartlarda elde edilen ekstraktlar 10, 30, 50 ve 100 kDa ayırma sınırına sahip 4 farklı gözenek çaplarındaki membranlardan geçirilerek retentant ve permeattaki biyoaktif bileşenlerin miktarları analiz edilmiştir. Bileşenlerin en yüksek oranda kazanabildiği membranlardan geçirilen ekstraktlara farklı oranlarda taşıyıcı maddeler (maltodekstrin ve peyniraltı suyu proteini) eklenerek, karışımlar 3 farklı sıcaklıkta (120, 140 ve 160 °C) püskürtürerek kurutma yöntemiyle toz forma dönüştürülmüştür.

2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Meyan Kökü

Geçmişten günümüze gelinceye kadar tıbbi olarak en fazla kullanılan bitkilerden biri olan meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra*), *Fabaceae* (Baklagiller) familyasından, 30-60 cm boyunda, tüylü yapraklı, mavimsi mor çiçekli, çok yıllık bir bitkidir (Doğan 2004 ve Kutlu 2013). Çinlilerin meyan kökü kullanımının M.Ö. 2800 yıllarına dayandığı bildirilirken, Yunanlıların M.Ö. 400 yıllarından itibaren meyan kökünü kullandığına dair tarihsel kanıtlar bulunmaktadır (Marle vd. 1981). Ayrıca Sümerler ve Mısırlılar tarafından meyan kökünün ticaret yapılan uygarlıklara tanıtıldığı ve tıpta meyan kökünün yaygın olarak kullanıldığı belirtilmiştir (Haraguchi 2000, Akan ve Balos 2008).

Anavatanı Akdeniz ülkeleri, Ukrayna, Rusya, Pakistan, Hindistan ve Türkistan olan meyan bitkisi, Türkiye’de Ege ve Güney Doğu Anadolu bölgelerinde özellikle Muğla, Aydın, Kahramanmaraş ve Urfa’da yetiştirilmektedir (Karamanoğlu 1973). *Glycyrrhiza* cinsinin dünya üzerinde bulunan 12 türünden Türkiye’de Güney, Orta ve Doğu Anadolu’da yaygınlık gösteren 6 türü ve bu türlerden birine ait 2 varyetesi bulunmaktadır (Khattak vd. 2010, Akan ve Balos 2008). Ülkemizde yetişen meyan kökü türleri *G. asymmetrica* Hub., *G. iconica* Hub., *G. aspera* Pall., *G. flavescens* Boiss, *G. echinata* L., *G. glabra* L. var. *Glabra*, *G. glabra* L. var. *Glandulifera* olup tıbbi ve endüstriyel amaçlı en çok kullanılan meyan kökü türü ise *Glycyrrhiza glabra*’dır (Kutlu 2013). *G. glabra* ve varyeteleri, her çeşit toprakta yetişebilen, toprak ve iklim şartlarına dayanıklı bir bitki olmakla birlikte verimli ve nemli topraklarda çok daha iyi gelişim göstermektedir. Ülkemizde de meyan kökü genelde nehir kıyılarında yaygın olarak görülmektedir (Bozan 1988).

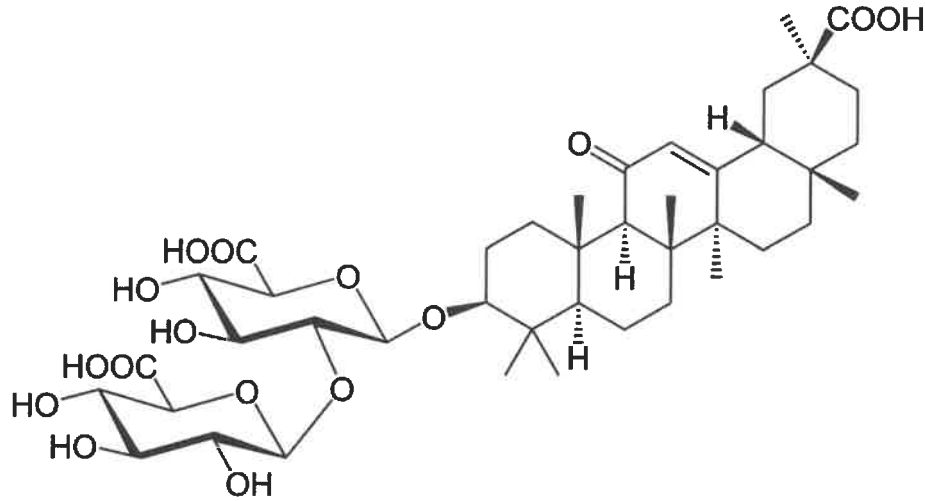
Boy 50-200 cm arasında değişen, yaprakları genellikle tüylü; çiçekleri beyaz, mavi-mor renkli ve salkım şeklinde; meyveleri silindirik genellikle yapışkan; ana gövde ve boyu bazen metreleri bulan yan sürgünlerden oluşan kazık kökleri ile çevresine yayılan bir bitki olan meyan kökünün çiçek ve kök kısmının görünüşü Şekil 2.1’de gösterilmiştir (Kutlu 2013, Dirican 2016). Bitkinin yaygın olarak kullanılan kök kısmı yumuşak lifli bir yapıya sahip olup ortalama 40-60 cm derinliğe uzanmaktadır. Kökün kabuk rengi koyu veya açık kahve, iç kısmı ise sarı renktedir (Dirican 2016).



Şekil 2.1. *Glycyrrhiza glabra* bitkisinin çiçeğinin ve kökünün görünüşü

Meyan kökünün geleneksel tüketimde yaygın olarak kullanılan kısımları kök ve rizomlarıdır. Sonbahar mevsiminde topraktan çıkarılan kök ve rizomlar temizlenip 15-40 cm boyutlarında doğrandıktan sonra kabukları soyulmakta ve doğrudan güneşte kurutularak kullanıma hazır hale getirilmektedir (Dirican 2016).

Meyan kökünün içeriğini şeker, nişasta, pektin, polisakkaritler, gamlar, amino asitler, triterpen saponinler, sterol, flavonoid, zambak, reçine, mineral tuzlar, tanninler, proteinler, uçucu yağlar ve glikozitler gibi maddeler oluşturmaktadır. Meyan kökünde tür, yetiştirilme şartları, elde edilme yöntemleri vb. faktörlere göre değişmekle birlikte %1-25 arasında bulunan glisirrizinin (glisirrizik asit) sakkarozdan 50-60 kat daha tatlı olduğu bildirilmektedir (Aday 2018). Meyan kökünün en aktif bileşeni olarak belirtilen glisirrizik asit (Şekil 2.2), oleanan tipi saponin bileşiği olup hidrofobik kısımda glisiretinik asit, hidrofilik kısımda ise iki molekül glukuronik asit bulundurmaktadır (Sharma ve Agrawal, 2013; Badkhane vd., 2014; Damle, 2014).



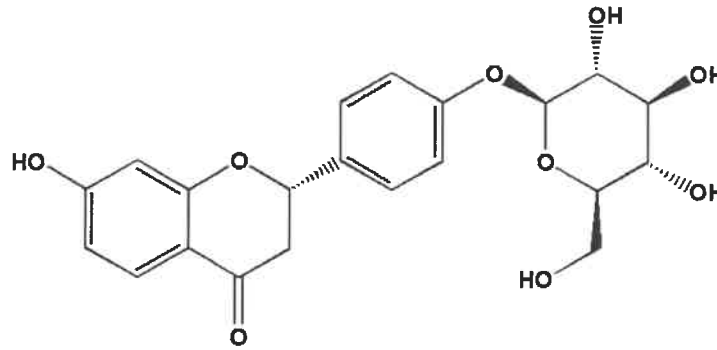
Şekil 2.2. Meyan kökünde bulunan glisirrizinin kimyasal yapısı

Meyan kökünde glisirrizin dışında dışarda izoflavonoid (likoflavonol, kumatakenin, likorikon, glabrol, glabron, glizarin, likoizoflavon A ve B, likoizoflavonon, glisrol, formononetin, likiritigenin, likiritin, neolikiritin, ramolikiritin, glizaglabrin, 7-hidroksi-2-metil izoflavon, 4'-7-dihidroksiflavon, glabranin vs.) kalkon (izolikiritigenin, izolikiritin, neoizolikiritin, likurazit, ramnoizolikiritin, ekinatin, likokalkon A ve B 4-hidroksikalkon vs.), kumarin (umbelliferon, herniarin, likkumarin, glisirin, vs.), triterpenoit (likiritik asit, gisirretol, glabrolit, izoglabrolit, likorik asit, β -amirin, 18- β glisiretinik asit vs.) ve sterol (β -sitosterol, stigmasterol, 22,23-dihidrosgmasterol vs) bileşenlerini içermektedir (Bozan 1988, Kılıç 2014).

Eski Yunancada "tatlı kök" anlamına gelen, farmasötik ürünlerde tatlandırıcı ve maskeleyici özelliğinden dolayı yaygın olarak kullanılan glisirrizinin aglikonu glisirrizik asit, trans ve cis olmak üzere iki ayrı izomer içermektedir (Sabbioni vd. 2005). Meyan kökünde yetiştirme şartları ve türüne bağlı olarak β -glisirrizik asit miktarının %0.1-1.6

arasında değiştiği, α -glisirizik asitin ise % 0.7'den daha az oranda bulunduğu bildirilmektedir (Amagaya vd. 1985, Sabbioni vd. 2005). α -glisirizik asit ile β -glisirizik asitin farmakolojik etkilerinin araştırıldığı çalışmalarda izomerlerin etkinliklerinin niteliksel olarak çok benzer olduğu ancak şiddetlerinin farklılık gösterdiği, nitekim β -glisirizik asitin antihepatoksik etkisinin α -glisirizik asitten yüksek iken, α -glisirizik asitin ise iltihap söktürücü özelliğinin fazla olduğu bildirilmiştir (Amagaya vd. 1984; Kiso vd 1984, Sabbioni vd. 2005). Glisirizik asit, glisirizinin hidrolizi ile ticari olarak üretilmekte olup, ürün verimliliği α -glisirizik asit de içerebilen β -glisirizik izomeri ile belirlenmektedir (Sappe vd. 1993, Sabbioni vd. 2005). Son yıllarda meyan kökünün sağlık üzerine etkilerinin araştırıldığı birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalardan glisirizinin, üst solunum yolları enfeksiyonu ve bronşite karşı mukolitik etki gösterdiği, bakteriyostatik ve antiviral etkisinin olduğu, gastrit ve ülser tedavisinde antifilojistik ve spazmolitik etkilerinin olduğu bildirilmektedir (Baek vd. 2008, Mukhopadhyay ve Panja, 2008, Cheel vd. 2010). Yapılan son çalışmalara göre meyan kökünün antidepresan, siroz ve antidiabetik tedavisinde de kullanıldığı ayrıca geleneksel tıpta boğaz ağrısı, mide, böbrek, mesane hastalıklarının ve diş ağrılarının tedavisinde kullanıldığı görülmektedir (Kutlu 2013, Hedayati, Ghoreishi, 2015).

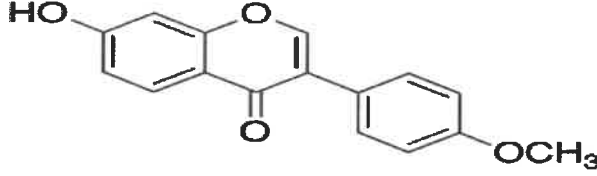
Meyan kökünde yüksek oranda bulunan bir diğer bileşen ise flavanoid yapısında olan liquiritin olup moleküler yapısı Şekil 2.3'de gösterilmiştir (Bi vd. 2010). Liquiritigenin glikozit formu olan liquiritin, antiviral ve antioksidatif etki gösterdiği bildirilmektedir (Baek vd. 2008). Wang vd. (2008) tarafından yapılan çalışma sonucunda meyan kökünden izole edilen liquiritin ve izoliquiritin bileşenlerinin farelerde monoamine oksidaz enziminin inhibisyonuna neden olmasına bağlı olarak antidepresan özellikler gösterdiği rapor edilmiştir. Ayrıca liquiritinin ve liquiritinin aglikonu olan liquiritigenin antikanser, sinir koruyucu, miyokardiyal hücre koruyucu, detoksifikasyon vb. birçok sağlık üzerine olumlu özellik gösterdiği bildirilmektedir (Uto vd. 2019).



Şekil 2.3. Meyan kökünün yapısında bulunan liquiritin bileşeninin kimyasal yapısı

Birçok gıdanın bileşiminde bulunmasına rağmen önemli kaynaklarından biri meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra*) olduğu bildirilen, isoflavon formundaki formononetin (Şekil 2.4) de birçok fizyolojik etkiye sahiptir. Formononetinin yapısının 17 β -estradiol'e benzemesi nedeniyle, formononetin östrojen reseptörlerine bağlanabilmekte, bu şekilde aktivitesi 10^{-2} - 10^{-3} kat daha az olsa da estradiol hormonunu taklit etmekte ve fitoöstrojen olarak da adlandırılmaktadır. Formononetin ayrıca antimikrobiyal ve

antioksidan aktivite gösterdiği, sinir koruyucu özelliği nedeniyle Alzheimer rahatsızlığını önlenmediği, kemiklerde kireçlenmeyi geciktirdiği, anjiyogenez (var olan damarlardan tomurcuklanma yolu ile yeni damarların oluşması) özelliğinin olduğu bildirilmektedir (Kaczmarczyk-Sedlak vd. 2013).



Şekil 2.4. Meyan kökünün yapısında bulunan formononetin bileşenin kimyasal yapısı

Meyan kökünün içeriğinde bulunan glisirizik asitin tatlılığının şekerden 50-100 kat daha fazla olmasından dolayı meyan kökü gıda endüstrisinde şekerleme, sakız, şerbet ve kola üretiminde kullanılmaktadır. Özellikle diyabetik ürünlerde ve diyet ürünleri olarak pazarlanan gıdalarda %0.5-1 oranında kullanılmaktadır (Kılıç 2014).

Meyan kökünün su ile ekstrakte edilmesi sonucu oluşan esmer renkli, tatlı ve lezzetli özütü, buz ile soğutularak özellikle Güneydoğu Anadolu bölgesinde sıklıkla tüketilmektedir. Şerbet yapımında öncelikli olarak taze meyan kökü su ile yıkanarak temizlenmekte ve güneş altında kurutulmaktadır. Kurutulan kökler dövülerek köklere lifli yapı kazandırılmakta ve lifler bir miktar karbonat ile karıştırılmaktadır. Delikli bir kazana alınan meyan kökü lifleri üzerine koku vermek amacıyla tarçın tozu ilave edilerek üzerine su eklenerek delikli kazanın dibinden ekstrakte olan suyun devir daim yaptırılması ile sulu kısma istenilen renk ve tat kazandırılarak meyan şerbeti olarak satışa sunulmaktadır.

Meyan kökünün yukarıda fonksiyonel özellikleri olduğu bildirilen bileşenlerinin özellikle takviye edici gıda üretiminde önemli olabileceği düşünülmekte, bu açıdan bu bileşenlerin değişime uğramadan maksimum verimlilikte bitkiden ekstrakte edilmesi önemli bir aşama olarak görülmektedir.

2.2. Ekstraksiyon

Ekstraksiyon, karışımda bulunan bir maddenin bir fazdan başka bir faza alınarak ayırma işlemi olarak tanımlanmaktadır. Bir sıvı içinde çözülmüş halde veya katı maddede bulunan bir bileşen, çözücü ya da çözücü karışımı kullanmak suretiyle ayrılabilir. Ekstraksiyon işlemi etkileyen birçok parametre olmakla birlikte (ekstrakte edilecek bileşenin yapısı, materyalin boyutu, çözgen, sıcaklık, süre, basınç) yapılan araştırmalarda ekstraksiyonun hızlı, kolay, ucuz ve güvenilir olması beklenmektedir.

Ekstraksiyon işleminin verimliliğini etkileyen en önemli parametrelerin başında çözgen seçimi gelmektedir. Ekstrakte edilecek bileşenin kimyasal yapısına uygun olarak seçilmesi gereken çözgenlerden en yaygın kullanılanları su, organik çözücüler (hekzan, etil, asetat vb.), alkol (etanol, metanol vb.) ve süperkritik hale getirilmiş gazlardır. Fenolik bileşenlerin ekstraksiyonunda metanol, etanol, propanol, aseton, etil asetat, su ve bu çözgenlerin birbirleri ile belirli oranlarda karışımları sıklıkla kullanılmaktadır.

Diğer taraftan özellikle gıda bileşenlerinde organik çözümlerin kalıntı ihtimali çözümler olarak su kullanımına neden olmaktadır. Ekstraksiyon işleminin yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi ile ekstraksiyon hızı artmaktadır. Ekstrakte edilecek maddenin yapısına bağlı olarak sıcaklığın artması ile ekstraksiyon verimi artarken yüksek sıcaklıkta bazı bileşenlerin yapısında bozunmaların oluşabileceği veya istenmeyen bileşenlerin oluşabileceği belirtilmektedir. Ekstraksiyon işleminde kütle transferi katı ve sıvı arasındaki ara yüzeyde gerçekleşmektedir. Parçacık boyutunun küçültülmesiyle ara yüzey arttırılmakta dolayısıyla ekstraksiyon hızı artmaktadır. İnce öğütülmüş materyal ile ekstraksiyon işleminde meydana gelebilecek bulanıklık sonraki işlemler için sorun teşkil etmiyorsa materyalin ince öğütülmesi verimliliği arttırdığı bildirilmektedir (Tenderis 2010).

Ekstraksiyon, sabit basınç ve sıcaklıkta bir maddenin iki fazdaki denge derişimlerinin farklı olması durumundan yararlanılarak yapılan bir ayırma işlemidir. Ekstrakte edilecek materyalin bulunduğu faza göre ekstraksiyon işlemi katı-sıvı ekstraksiyonu veya sıvı-sıvı ekstraksiyonu olarak adlandırılabilir. Eğer ekstrakte edilecek bileşen katı ortamda bulunuyorsa katı-sıvı ekstraksiyonu, sıvı ortamda bulunuyorsa sıvı-sıvı ekstraksiyonu olarak tanımlanmaktadır. Her iki ekstraksiyon türünün de kimya ve gıda sanayilerinde önemi oldukça fazladır. Katı-sıvı ekstraksiyon işleminde katı ortamdan ayrılmak istenen madde, bu maddeyi büyük ölçüde çözebilen bir çözücü yardımıyla alınmaktadır. İlk olarak fazlar ayrılmakta, daha sonra çözücü ortamdan uzaklaştırılmakta ve istenen madde elde edilmektedir. Sıvı-sıvı ekstraksiyonuna benzeyen bir işlem gibi görünse de katı-sıvı ekstraksiyonu daha zor bir işlemdir. Bunun nedeni katı içerisindeki yayılımın sıvı içerisindeki yayılımdan çok daha yavaş gerçekleşmesi ve denge durumunun zaman almasıdır.

Ekstraksiyon hem gıda bileşenlerinin geri kazanılmasında hem de bazı gıda ürünlerinin (şeker, yağ, protein) elde edilmesinde temel proses aşaması olarak kullanılmaktadır. Ayrıca katma değeri yüksek bazı ürünlerin izolasyonu ile (antioksidan ve aroma maddeleri) bazı kontaminantların ve/veya istenmeyen bileşenlerin (örneğin; alkaloidler, kolesterol vb. gibi) gıdalardan uzaklaştırılmasında kullanılmaktadır. Ayırma işleminin gerçekleşmesi için çoğunlukla uygun bir sıvının kullanılması verimi arttırmaktadır (Şimşekli, 2010).

Ekstraksiyon yöntemlerinin geliştirilmesine yönelik literatürde oldukça fazla çalışma mevcuttur. En çok kullanılan ekstraksiyon metodu çözümler tüketiminin fazla olduğu, zaman alan ve ayrıca verimi düşük olan Soxhlet ekstraksiyonudur. Belirtilen sınırlayıcı sebepler nedeniyle yapılan araştırmalarda yeni ekstraksiyon teknikleri geliştirilmeye çalışılmaktadır. Daha az çözümler kullanılarak hem maliyetin düşürüldüğü hem de çevre kirliliğinin önlenmesi, örnek hazırlamanın kolay olduğu ve aynı zamanda daha az örnek miktarı gerektiren, verimliliğin yüksek olduğu ve hızlı sonuç veren yeni tekniklere talep artmaktadır (İçyer, 2012). Mikrodalga destekli ekstraksiyon ya da süperkritik akışkan ekstraksiyonu gibi gelişmiş yöntemler kurulum ve işlem maliyeti gibi dezavantajlar getirirse de ekstraksiyon süresini kısaltarak, verimliliği arttırmaktadır.

Geleneksel yöntemler doğru çözümler ile ısı kullanılarak maddenin çözünmesi esasına dayanmaktadır. Geleneksel yöntemlerde ekstraksiyon süresi uzun olduğu için verimlilik düşmektedir. Ayrıca ısı değişimine bağlı olarak birçok üründe yapısal

bozulmalar meydana gelmektedir. Bu nedenle de modern yöntemlere olan ilgi artmaktadır. Her yöntemin kendine göre avantaj ve dezavantajları vardır. Ancak seçilecek olan yöntemin temel amacı, bileşiklerin istenilen formda, verimli bir şekilde elde edilebilmesidir (Ünlü, 2016).

2.2.1. Bitkisel kaynaklardan fenolik maddelerin ekstraksiyonu

Fonksiyonel maddelerin bitkisel kaynaklardan ekstraksiyonu, bu maddelerin izole edilmesi, tanımlanması ve kullanımını açısından önemli olup literatürde bu konu üzerine yapılan birçok çalışma mevcuttur ve birçok farklı yöntemle çalışılmıştır (Kahhonen vd. 1999, Djeridane vd. 2006, Dai vd 2010, Torun 2015). Fenolik maddeler matriks içerisinde serbest formda olabildiği gibi karbonhidratlar, proteinler ve diğer bileşenlerle kompleks olarak da bulunabilmektedir. Bazı yüksek molekül ağırlıklı fenolik maddeler ve bunların kompleksleri suda çözünmeyebilir. Bu yapıdaki fenolik bileşenlerin ekstraksiyonunda çözgen seçimi oldukça önemlidir. Fenolik maddelerin ekstraksiyonunda metil alkol, etil alkol, aseton, su, etil asetat, propanol ve bu çözücülerin karışımları sıklıkla kullanılmaktadır (Wang vd. 2008, Durling vd. 2007, Uma vd. 2010, Torun 2015). Çözgen seçiminin yanı sıra partikül büyüklüğü, sıcaklık, süre, matriks/çözücü oranı gibi ekstraksiyon parametreleri ile ekstraksiyon yöntemleri fenolik bileşenlerin ekstraksiyonunda dikkat edilmesi gereken önemli hususlardır.

Fenolik maddelerin ekstraksiyonunda, ekstraksiyon parametrelerinin yanı sıra en önemli konulardan bir diğeri kullanılacak ekstraksiyon tekniğidir (Odabaş, 2013). Bitkisel kaynaklardan fenolik bileşikler gibi maddelerin elde edilmesinde kullanılan geleneksel ekstraksiyon tekniklerinin süresinin uzun olması, düşük seçiciliğe ve düşük verime sahip olmaları, toksik çözgen kullanımı, ilave uygulanacak çözgen uzaklaştırma prosesi gibi olumsuz özelliklerinden dolayı yeni ekstraksiyon yöntemlerine eğilim giderek artmıştır. Çevreye dost, daha az kimyasal tüketimi gerektiren, uygulanması ve ekstraksiyon süresi kısa olan, verimi yüksek süperkritik akışkan ekstraksiyonu, ultrason destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve hızlandırılmış solvent ekstraksiyonu gibi yeni yöntemler geliştirilerek fenolik bileşenlerin ekstraksiyonunda yaygın olarak kullanılmaktadır (Ghafoor vd. 2010; Roy vd. 2012, Mojzer vd. 2016, Bubalo vd. 2016).

2.2.2. Ekstraksiyon teknikleri

Gıda sektöründe ve bilimsel araştırmalarda matriksten istenen bileşenlerin ekstraksiyonunda çeşitli yöntemler kullanılmakla birlikte bu yöntemlerden en yaygın olarak kullanılanları geleneksel ekstraksiyon, soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve süperkritik akışkan ekstraksiyon teknikleridir.

2.2.2.1. Geleneksel ekstraksiyon

Katı-sıvı ekstraksiyon yönteminde katı ortamdan ayrılmak istenen madde, bu maddeyi büyük oranda çözebilen bir çözücünün yardımı ile alınmaktadır. Fazlar ayrıldıktan sonra, çözücünün ortamdan uzaklaştırılması ile istenilen madde elde edilmiş olmakta, kütle transferi katı faz ve sıvı faz arasında bulunan ara yüzeyde oluşmaktadır.

Prosesin etkinliği yönünden, katı ile çözücü fazları arasındaki temas alanı ve temas süresi oldukça önemlidir (Özdoğan, 2015).

2.2.2.2. Soxhlet ekstraksiyonu

Soxhlet ekstraksiyonu süt içerisindeki yağ miktarının tespit edilebilmesi amacıyla kullanılmaya başlayıp günümüzde özellikle gıdalardaki toplam yağ içeriğinin belirlenmesinde kullanılan yaygın bir tekniktir.

Soxhlet cihazının maliyetinin oldukça düşük ve basit bir cihaz olması sebebi ile hemen hemen her laboratuvarında bulunmaktadır. Ekstraksiyon işlemi matriksin içerisindeki bileşenin konsantrasyonuna bağlı olarak 1 ila 72 saat arasında sürebilmektedir. Birçok yönden seçici olmayan bir teknik olan soxhlet ekstraksiyon yönteminde ekstraksiyon sıcaklığı ve çözücü seçimi oldukça önemli parametrelerdir. Çözgenin ısıtılması esnasında istenilen bileşenin ekstraksiyonunu engelleyen veya azaltan durumların yanı sıra düşük molekül ağırlığına sahip uçucu bileşenlerin kaybolması ekstraksiyon sıcaklığında sınırlamalara sebep olmaktadır (Nielsen, 2003). Diğer taraftan çözücü seçimi soxhlet ekstraksiyonunun bir diğer kısıtlayıcı parametresidir. Kullanılan çözücünün ekstrakte edilecek bileşen ile reaksiyona girmesi, çözücünün pahalı, toksik ve yüksek miktarlarda kullanılması bu tekniğin en önemli dezavantajı olarak bildirilmektedir (Azwanida vd. 2015). Ayrıca kullanılan çözücünün daha sonra döner buharlaştırıcıda vakum altında uzaklaştırılması gerektiğinden bu işlem süresinin uzamasına sebebiyet vermektedir (Karahan, 2017).

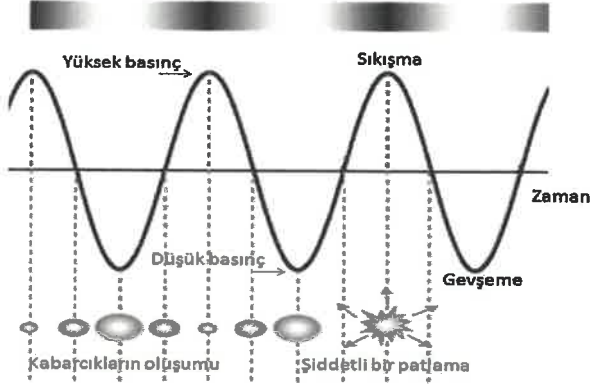
2.2.2.3. Ultrases destekli sıvı ekstraksiyonu

Ultrases, katı, sıvı ve gazlardan geçebilen, insan kulağının işitme sınırı (20 kHz) üzerindeki yüksek frekanslı ses dalgaları olarak tanımlanmaktadır. Diğer bir ifadeyle, saniyede 20.000 veya daha fazla ses dalgası tarafından enerji üretilmesi işlemidir (Condón vd 2005, Şengül vd 2009).

Gıda endüstrisinde ultrases uygulamaları düşük enerjili-yüksek frekanslı ve yüksek enerjili-düşük frekanslı olarak iki grupta incelenmektedir. Düşük enerjili (düşük güç veya düşük yoğunluklu) ultrases 5-10 MHz arası yüksek frekanslarda ve 1 W/cm² altındaki düşük yoğunluklarda uygulanmakta olup ayrıca uygulandığı maddede fiziksel ve kimyasal bir değişime neden olmamaktadır. Genellikle gıdaların fizikokimyasal özellikleriyle ilgili bilgi edinmek amacıyla kullanılmaktadır (McClements 1997, Knorr vd 2004). Yüksek enerjili (yüksek güç, yüksek yoğunluk) ultrases ise 1 W/cm² değerinden yüksek yoğunlukta ve 18-100 kHz arası düşük frekanslarda uygulanmaktadır. Yüksek enerjili ultrases gıda endüstrisinde ekstraksiyon, homojenizasyon, emülsiyon oluşturma, donmuş gıdaları çözme işlemlerinde, sıvı gıdalardan gazın uzaklaştırılmasında, enzim ve mikroorganizmaların etkisiz hale getirilmesinde diğer bir ifade ile fiziksel olarak bir maddenin özelliklerini değiştirmek amacıyla kullanılmaktadır (McClements 1997, Piyasena vd 2003, Kurt 2013).

Gıda ürünlerinde ultrases işleminin meydana getirdiği etkinin temel mekanizması kaviteasyondur. Ses dalgası sıvı ortamla karşılaştığında boyuna dalgalar oluşmakta ve ardışık olarak kasılıp gevşeme olayları gerçekleşmektedir (Şekil 2.5). Sıvı içindeki küçük kabarcıklar ultrases dalgalarının gevşeme-sıkışma hareketleri ile

büyümeye başlarken aynı zamanda genişleme sırasında sıvının gerginliğinin etkisiyle yeni kabarcıklar da oluşturmaktadır. Sıkıştırma ile absorbe ettikleri gazlar sayesinde kabarcıkların yüzey alanları genişlemekte ve ses dalgalarının etkisiyle kritik bir değere ulaştığında kabarcıklar patlamaktadır ki bu olaya kavitasyon denmektedir (Condón vd. 2005, Başlar 2011, Kurt 2013).



Şekil 2.5. Kavitasyon oluşumu

Ultrasesin frekansı ve genliği kavitasyon oluşumunda oldukça önemli parametreler olup, frekans kabarcıkların boyutunu etkilemekte iken, genlik kavitasyonun yoğunluğunu etkilemektedir. Ayrıca sıcaklığın yükselmesiyle birlikte kavitasyon eşiği düşmekte ve kavitasyon kabarcıklarının sayısında artışa neden olmaktadır (Dinçer 2014).

Ultrases uygulaması, hücre duvarlarını mekanik olarak parçalayarak madde aktarımını sağlamaktadır. Hücre duvarının ortadan kalkmasıyla bu yöntemle yapılan ekstraksiyon işlemi diğer ekstraksiyon yöntemlerine göre çok daha hızlı gerçekleşmektedir (Özdoğan, 2015; Odabaş, 2013). Ekstraksiyon verimini artırmak amacıyla sıcaklık, solvent türü, numune partikül boyutu, numune miktarı, katı/solvent oranı gibi faktörleri optimize etmek gerekmektedir (Azmir vd 2013). Ultrases destekli ekstraksiyon sıvı ve katı numunelerin her ikisi, organik ya da inorganik bileşiklerin ekstraksiyonu için kullanılmaya uygundur. Birçok çalışmada ultrases banyosunun kullanılmasının sebebi ses dalgalarının sıvı ortama daha homojen yayılabilmesi ve sistemin özel bir adaptasyon gerektirmemesidir (Karahana, 2017; Yılmaz, 2011).

Ultrases yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen ekstraksiyonun verimliliğini kullanan çözgenin çeşidi, ekstraksiyon sıcaklığı ve basınç gibi parametreler önemli ölçüde etkilemektedir. Ayrıca bitkinin nem içeriği, tanecik boyutu, süre, frekans ve matris/çözgen oranı gibi faktörler de ekstraksiyon verimliliği üzerinde etkili olmaktadır (Özyurt, 2013).

Ekstraksiyon işleminde ultrases kullanımının verimi arttırdığı ve güvenli olduğu bildirilmektedir. Literatürde ultrases yöntemi ile ekstraksiyon yönteminin araştırıldığı çeşitli çalışmalar mevcuttur (Ghafori vd. 2009, Charpe ve Rathod 2012, Dinçer 2014).

2.2.2.4. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi

Mikrodalgalar, frekansı 300 MHz ile 300 GHz frekans arasında, dalga boyları 1 mm ile 1 m arasında değişen iyonize olmayan elektromanyetik dalgalar olarak tanımlanmakta olup gıda proseslerinde genellikle 2450 MHz frekans uygulanmaktadır.

Mikrodalga işleminin gerçekleşmesinde dielektrik ve iyonik kondüksiyon olmak üzere iki mekanizma etkilidir. Dielektrik mekanizma, dipolar yapıda olan moleküllerin elektrik alandaki değişiklikler neticesinde dönmesi vasıtasıyla yeniden düzenlenmesi olarak tanımlanmaktadır ve bu hareket sonucunda oluşan titreşim ile ısı açığa çıkmaktadır. İyonik kondüksiyon mekanizmasında ise manyetik alan uygulaması neticesinde iyonların hareketi etkili olmaktadır. Çözücünün iyon akışına direnci sonucu oluşan sürtünme ile çözücü ısınmaktadır. Birçok uygulamada iki mekanizma eş zamanlı meydana gelmektedir.

Gıdaların mikrodalga ile ekstraksiyon işleminde frekans, mikrodalga gücü ve ısıtma süresi, sıcaklık, gıdanın kütlesi, su içeriği, yoğunluk, fiziksel geometri, termal özellikler, elektriksel iletkenlik ve dielektrik özellikler etkilidir (Konak vd. 2009).

Geleneksel ekstraksiyonun aksine mikrodalga ile ekstraksiyonda matriksin tamamı aynı anda, homojen ve hızlı olarak ısıtılmaktadır. Moleküller gıdanın içerisindeki nem sayesinde mikrodalga ışınlar tarafından ısıtılarak basınç uygulamakta ve böylece bileşenlerin çözücüye geçişi sağlanmaktadır. Ekstraksiyon prosesinde en önemli parametrelerden biri çözücü seçimidir. Polaritesi yüksek olan çözücüler daha hızlı ısınmaktadır. Bitkisel kaynaklardan fenolik madde ekstraksiyonunda en sık kullanılan çözücüler şu şekilde sıralanabilmektedir; asetonitril>metanol>aseton>etil asetat>su>etil alkol>hekzan (Yağcıoğlu 2018).

Mikrodalga destekli ekstraksiyonun diğer ekstraksiyon tekniklerine göre daha az çözücü kullanıp, çevreye daha az hasar vermesi, kısa sürede prosesin tamamlanması ve diğer tekniklere göre ekstraktın (özütün) daha fazla miktarda olması araştırmacıların mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemini tercih etmelerine neden olmuştur (İlbağ, 2016).

2.2.2.5. Süperkritik akışkan ekstraksiyon tekniği

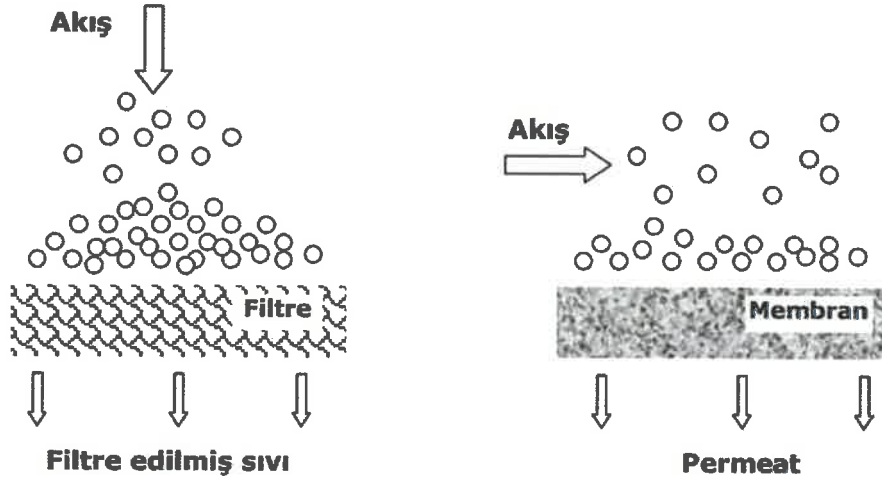
Son yıllarda birçok bilimsel araştırmada doğal kaynaklardan bileşiklerin izolasyonunda süperkritik ekstraksiyon yönteminden yararlanılmaktadır (Özdoğan, 2015). Süperkritik sıvı ekstraksiyonu aslında bir çözücü ekstraksiyonudur ve organik çözücüler yerine, süperkritik sıvı özelliği gösteren çözücü maddeler kullanılmaktadır (Özgen, 2010). Yoğunluk gibi fizikokimyasal özellikleri gaz ile sıvı arasında değişen akışkanlar olarak tanımlanan süperkritik akışkanlar tek bir faz halinde bulunmakta, bu akışkanlar basınçla veya sıcaklık değişimi ile sıvılaştırılmamakta veya buharlaştırılmamaktadır. Bundan dolayı süperkritik akışkan, bir gaz ve bir sıvı arasındaki maddenin ara formunu göstermektedir. Yüksek difüzyon katsayısı, düşük viskozite ve düşük yüzey gerilimi özellikleri sayesinde süperkritik akışkanların sıvılara göre katı gözenekli materyallere nüfuz etmeleri çok daha kolay olmaktadır. Teknik,

ısıya duyarlı bileşikler için oldukça etkili olup organik çözücü tüketimi açısından da avantajlı bir uygulamadır (Karahan, 2017; İlbay, 2016).

Yüksek basınç gerektirdiği için yüksek maliyet ve yüksek enerji gereksinimi dezavantajlarından sayılabilir. Ancak sahip olduğu avantajlar nedeniyle klasik çözücü ekstraksiyon yöntemlerinin yerini son yıllarda endüstriyel anlamda da almaya başlamıştır. Geleneksel yöntemlerle karşılaştırıldığında en belirgin avantajı ise ekstraksiyon süresinin kısa ve organik solventlerin az kullanılmasıdır. Ayrıca ekstraksiyonun düşük sıcaklıklarda yapılabilmesi ısıya duyarlı bileşenlerin yapısında herhangi bir değişiklik olmadan elde edilebilmesini sağlamaktadır (Karahan, 2017; Özdoğan, 2015).

2.3. Membran Yöntemi ile Zenginleştirme

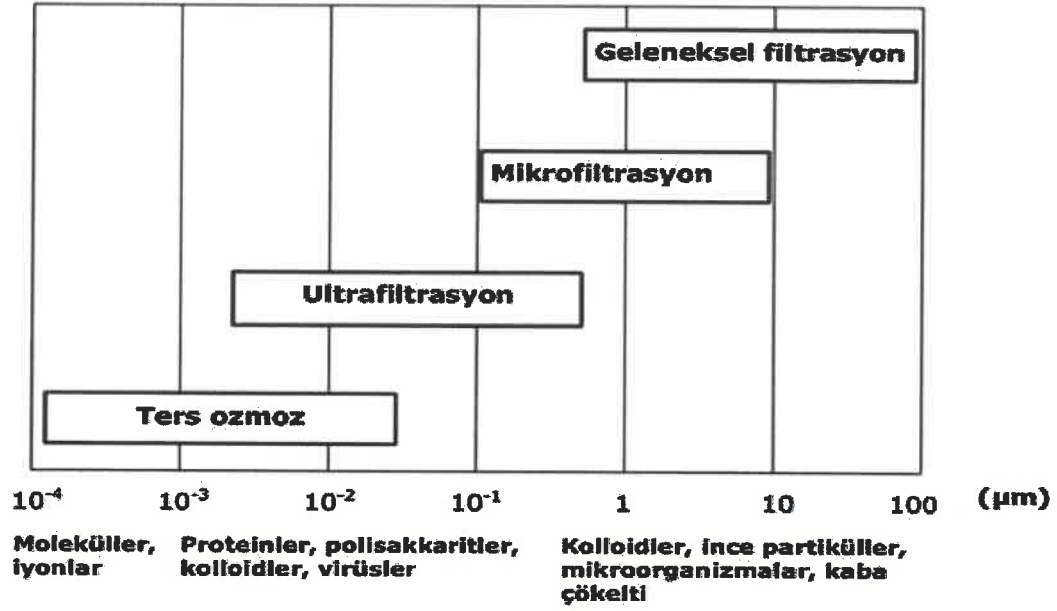
Günümüzde gıda endüstrisinde suyun saflaştırılması, meyve sularının, süt ürünlerinin, alkollü içeceklerin ve atık suların berraklaştırılması ve konsantrasyonu amacıyla membran ayırma sistemleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Membran teknolojisi, moleküler ve iyonik düzeylerde ayırım yapılan bir teknoloji olarak tanımlanabilmektedir. Membranlardan sıvı akışı için konsantrasyon, basınç, sıcaklık ve elektrik potansiyelindeki farklardan yararlanılmaktadır. Şekil 2.6'da geleneksel dikey filtrasyon ile teğet akış (çapraz akış) filtrasyon uygulamalarının şematik gösterimi verilmiştir (Anonim 2016).



Şekil 2.6. Geleneksel dikey filtrasyon ile teğet akış (çapraz akış) filtrasyon uygulamaları şematik gösterimi

Bir akışkan sistemden boyut farkına dayanarak iki veya daha fazla bileşenin ayrılması olarak tanımlanan filtrasyon genel olarak; ultrafiltrasyon (UF), mikrofiltrasyon (MF), nanofiltrasyon (NF) ve ters osmoz şeklinde gruplandırılmaktadır (Arı, 2009; Dededaş, 2009). Bu filtrasyon çeşitlerinden UF ve NF meyve suyu ve içecek endüstrisinde sıvıların konsantrasyonu aşamasında sıklıkla kullanılmaktadır. UF membranları temel olarak fraksiyonlandırma, yani büyük molekül ağırlıklı çözünenleri küçük molekül ağırlıklı olanlardan ayırmak amacıyla kullanılmaktadır. Tipik olarak UF

membranları büyüklüğü 0.002'den 0.2 mikrona kadar değişiklik gösteren veya 500 ile 300.000 Dalton arası ağırlığındaki molekülleri tutma kabiliyetine sahiptirler (Şekil 2.7).



Şekil 2.7. Geleneksel ve membran filtrasyon ile ayrılan maddelerin büyüklükleri

UF uygulamalarında basınç 2-10 bar arasında değişmektedir. Genelde UF membran tarafından geçirilmeyen maddeler şekerleri, biyomolekülleri, polimerleri ve kolloidal partikülleri ihtiva ederler. Çoğunlukla UF membranlar "en son tutulan molekül ağırlığı" ile tanımlanmaktadır (MWCO= molecular weight cut-off) ve tutulan kısım %90'dan çok olmalıdır. Kullanılan membranın çeşidi, sıcaklık, basınç farkı, permeat/konsantrat oranı gibi filtrasyon parametreleri filtrasyonun etkinliğini ve üretilecek ürünün kalitesini etkilemektedir (Cheryan 1998).

Membran ayırma sistemlerinde sıvı çözelti yarı geçirgen bir membranla temas ettiğinde bazı moleküller membran yüzeyinin hemen yanındaki sınır katmanında birikim yapmaktadırlar. Bu nedenle alkonulan bileşenlerin membran yüzeyine bitişik olan sınır katmanındaki konsantrasyonu yığındaki konsantrasyonundan fazla olmaktadır. Bu olay konsantrasyon polarizasyonu olarak adlandırılıp membran sisteminin performansını doğrudan etkilemektedir. Ultrafiltrasyon membranlarında oluşan konsantrasyon polarizasyonu sonucu büyük moleküller membran yüzeyinde tutulmakta ve tutulan bu moleküller çökelmeye yol açarak membran yüzeyinde katı bir jel tabakası oluşumuna neden olmaktadır. Bu jel tabakası, geçirgenliğe karşı membran tarafından gösterilen dirence ek bir direnç yaratmakta ve bu da sistem performansını olumsuz etkilemektedir (Onsekizoglu 2015).

Membran teknikleri, düşük maliyetli, faz değişikliği veya kimyasal madde ilavesi gerektirmeyen ve termal olmayan ayırma teknikleridir. UF tekniğinin avantajları şu şekilde özetlenebilir (Cassano vd. 2007);

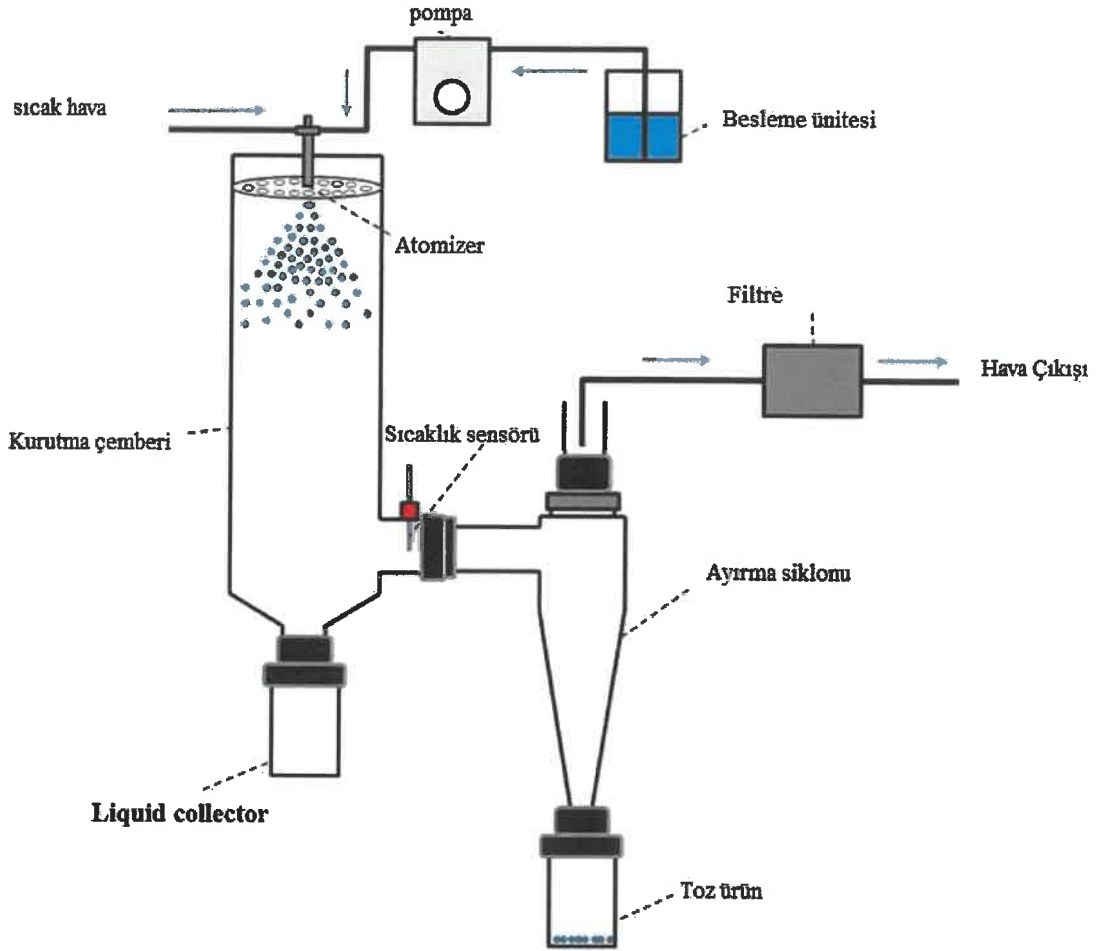
- Randıman artırılabilir.
- Ürün kalitesinde sürdürülebilirlik sağlanabilir.

- Enzim kullanılan metotlarda enzimin geri kazanılması ve daha az enzim kullanımı mümkündür.
- Otomasyon nedeniyle işçilik ve zaman tasarrufu sağlanmaktadır.
- Yüzey filtrasyonu (teğet akış) nedeniyle işlem devresi çok uzundur.
- Kapasite çalışma süresince sabit kalmaktadır.
- Isıl işlem gerekliliği ortadan kalkabilmektedir.

2.4. Püskürterek Kurutma

Püskürterek kurutma yöntemi, sıvı bir ürünün atomizer yardımı ile sıcak bir hava ortamına verilerek aniden toz forma dönüştürülmesi işlemidir. Endüstriyel toz üretim yöntemleri arasında en çok kullanılan yöntem püskürtmeli kurutmadır (Duman ve Özkal 2009). Püskürtmeli kurutma yöntemi süt, peynir altı suyu, yoğurt, dondurma karışımları, bebek mamaları, yumurta, kahve, çay, meyve ve sebze suları gibi birçok gıdanın kurutulmasında kullanılmaktadır (Koç, 2008). Ayrıca seramik, tekstil ve ilaç endüstrisi gibi farklı alanlarda da kullanımı bulunmaktadır (Çevik, 2017).

Püskürtmeli kurutucu içine beslenen sıvı çözelti sırayla; sıvının ince damlacıklar halinde püskürtülmesi (atomizasyon), damlacıkların sıcak hava ile karşılaşması, damlacıkların içindeki nemin buharlaşması ve kurutulan ürünlerin nemli havadan ayrılması olmak üzere 4 ana aşamadan oluşmaktadır (Saygı, 2013; Çevik, 2014). Bu işlemler sırasında, sıcak havadan damlacıklara ısı aktarılmakta ve bu ısı çözeltideki uçucu maddenin buharlaşarak gaz fazına aktarılmasını sağlamaktadır. Damlacıklardan suyun buharlaşması o kadar hızlıdır ki, 110-200°C'ye kadar yüksek sıcaklıkta hava kullanılmasına rağmen, kuruyan ürünün sıcaklığı 50-70°C civarında kalmaktadır. Kuruma çoğunlukla 3-10 saniye gibi çok kısa bir zaman içerisinde gerçekleşmekte, kuruyan ve katı hale geçen damlacıklar, hava akımı ile sürüklenerek sistem çıkışında uygun bir tutucu ile toplanmaktadır (Saygı, 2013). Şekil 2.8'de püskürtmeli kurutucunun temel bölümleri verilmiştir (Peng vd. 2017).



Şekil 2.8. Püskürterek kurutma sistemi

Püskürterek kurutma işleminde taşıyıcı seçimi kurutma sonrası ürün özelliklerini etkilediğinden kritik bir aşamadır. Bu nedenle ideal bir taşıyıcı madde şu özelliklerde olmalıdır;

- Yüksek konsantrasyonlarda iyi reolojik özelliklere sahip ve kolay çalışılabilir olmalıdır.
- Çekirdek materyali emülsifiye etmeli ve elde edilen emülsiyonu stabilize etmelidir.
- İşleme ve depolama süresince kapsüllenen materyal ile etkileşime girmemelidir.
- İşleme ve depolama süresince, yapısıyla çekirdek materyali kaplama ve tutma yeteneğine sahip olmalıdır.
- İşlem sırasında kullanılan çözücü kabul edilebilir derecede çözünmelidir.
- Çekirdek materyali çevresel şartlara karşı maksimum seviyede korumalıdır.
- Kurutma sırasında kullanılan çözücünün tamamını bırakmalıdır.
- Ucuz ve gıdalarda kullanımına uygun olmalıdır (Desai ve Park 2005; Tontul, 2011).

Tek bir taşıyıcı maddenin tüm bu özelliklere sahip olması zor olduğu için, taşıyıcı maddelerin bir arada kullanılması ile istenilen özellikler sağlanabilmektedir (Tontul, 2011).

Genellikle kullanılan taşıyıcı maddeler; proteinler (sodyum kazeinat, peyniraltı suyu proteini, jelatin), gamlar (gam arabik, sodyum aljinat, karragenan, guar gam), selülozlar (metilselüloz, etilselüloz vb.), karbonhidratlardır (maltodekstrinler, modifiye nişasta, siklodekstrinler) (Fuchs vd. 2006; Tontul, 2011; Çevik, 2017; Atak, 2018). Ancak gam ve protein kaynaklı kaplama materyallerinin pahalı olması ve suda çözünürlüklerinin düşük olması olumsuz özelliklerindedir. Ancak düşük çözünürlüklü bu kaplama materyallerinden düşük miktarlarda kullanılarak stabilite arttırılmaktadır (Gouin, 2004; Desai ve Park, 2005; Çevik, 2017)

Karbonhidrat olarak nişasta, mısır şurubu tozu ve maltodekstrin yaygın olarak kullanılan kaplama materyalleridir. Yüksek kurumadde miktarına ve düşük viskoziteye sahip olmaları sebebiyle karbonhidrat bazlı kaplama materyalleri iyi birer kaplama materyali olarak bildirilmektedir. Ancak mikroenkapsülasyon etkinliğinin yüksek olabilmesi için genelde protein veya gam kaynaklı olan başka kaplama materyalleri ile kombine edilerek kullanılmaktadır. Mikroenkapsülasyon uygulamalarında en çok kullanılan kaplama materyali olarak bildirilen maltodekstrinler düşük maliyeti ve yüksek kurutma verimi sebebiyle tercih edilmektedir. Ayrıca su tutma ve jel oluşturma özelliklerinin yanı sıra hacim, doku ve yoğunluk artırıcı, topaklanmayı önleyici özellikleri maltodekstrinin diğer bilinen avantajları olarak bildirilmektedir (Yalçın, 2017). Gamlar ise yüksek emülsiyon oluşturma özelliğinin yanı sıra yüksek çözünürlük ve düşük viskozite özellikleri sebebiyle gıdaların mikroenkapsülasyonunda sıklıkla kullanılmaktadır. Aroma materyallerinin ve yağların mikroenkapsülasyonunda özellikle arabik gamın taşıyıcı olarak kullanıldığı çeşitli çalışmalar mevcuttur.

Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan bir diğer grup taşıyıcı maddeler proteinlerdir. Özellikle jelatin, peynir altı suyu proteinleri ve kazeinler; farklı kimyasal grupları, amfilik özellikleri ve büyük molekül ağırlıkları gibi özelliklerinin yanı sıra çözünürlük, viskozite, emülsifikasyon ve film oluşturma gibi teknolojik özellikleri sebebi ile gıda endüstrisinde kaplama materyali olarak sıklıkla kullanılmaktadır (Madene vd. 2006).

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Tez kapsamında kullanılan meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra*) örnekleri Antalya'da ticari olarak faaliyet gösteren aktardan kurutulmuş olarak temin edilmiştir. Tez kapsamında kullanılan kimyasal maddeler Sigma Aldrich (ABD) ve Merck (Almanya) firmalarından sağlanmıştır.

3.2. Metot

3.2.1. Ekstraksiyon optimizasyonu

Tez kapsamında meyan kökü bitkisinde bulunan bazı biyoaktif bileşenlerin (glisirizik asit, liquiritin ve formononetin) ekstraksiyon davranışlarına sıcaklık, süre, ultrases uygulaması, çözündeki metanol oranı gibi bazı faktörlerin etkisinin araştırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla 2 g meyan kökü örneği üzerine 100 mL çözen ilave edilerek geleneksel ekstraksiyon işlemi su banyosunda durağan halde (çalkalama işlemi uygulamadan), ultrasonik ekstraksiyon denemeleri ise ultrasonik su banyosunda soğuk su sirkülasyonu yardımıyla sıcaklık sabit tutularak (Jeitech, Seoul, Kore) gerçekleştirilmiştir.

Geleneksel yöntemle ekstraksiyon çalışmalarında Design Expert 7.0 paket programı kullanılarak cevap yüzey metoduna göre Merkezi Kompozit deneme deseni ile optimizasyon işlemi yapılmıştır. Su ile yapılan ekstraksiyon işleminde sıcaklık ve süre sınırları sırasıyla 50-90 °C ve 5-120 dakika olarak seçilmiş, farklı metanol:su oranlarındaki çözen ile yapılan ekstraksiyon çalışmalarında ekstraksiyon süresi olarak aynı sınırlar denenirken, ekstraksiyon sıcaklığının sınırları ise 25-60 °C olarak belirlenmiştir. Geleneksel yöntemle su kullanılarak yapılan deneme deseni Çizelge 3.1'de, farklı metanol:su oranları ile gerçekleştirilen deneme deseni ise Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Geleneksel yöntemle su kullanılarak yapılan ekstraksiyon optimizasyonuna ait deneme deseni

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)
1	70.0	62.5
2	70.0	62.5
3	70.0	143.8
4	90.0	120.0
5	70.0	62.5
6	41.7	62.5
7	70.0	5.0
8	70.0	62.5
9	98.3	62.5
10	70.0	62.5
11	50.0	5.0
12	90.0	5.0
13	50.0	120.0

Çizelge 3.2. Geleneksel yöntemle %50, %80 ve %100 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyon optimizasyonuna ait deneme deseni

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)
1	42.5	2.5
2	42.5	62.5
3	25.0	5.0
4	42.5	62.5
5	25.0	120.0
6	67.2	62.5
7	17.8	62.5
8	60.0	5.0
9	42.5	62.5
10	42.5	62.5
11	60.0	120.0
12	42.5	143.8
13	42.5	62.5

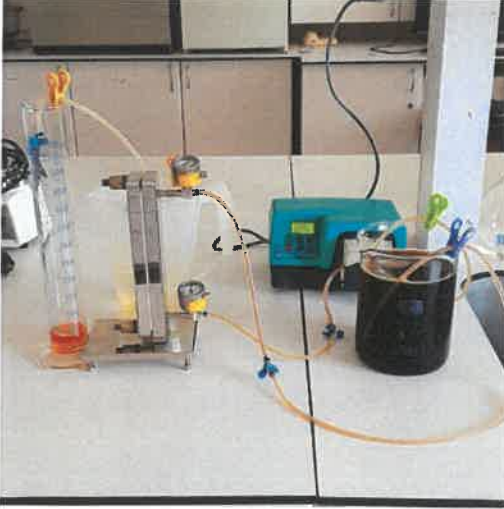
Ultrases destekli ekstraksiyon çalışmalarında yine Design Expert 7.0 paket programı kullanılarak cevap yüzey metoduna göre Box-Behnken deneme deseni ile optimizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Ultrases gücü, ekstraksiyon sıcaklığı ve süresi olmak üzere 3 faktörlü bir deneme deseni oluşturulmuştur. Ekstraksiyon sıcaklığı ve sürelerinin sınırları geleneksel ekstraksiyon yöntemiyle aynı olacak şekilde seçilirken, ultrases gücünün sınırları ise 90-900 Watt olarak seçilmiştir. Çizelge 3.3' de ultrasonik yöntemle su kullanılarak yapılan optimizasyonun deneme deseni verilmiştir. Her iki yöntemle (geleneksel ve ultrasonik) yapılan ekstraksiyon optimizasyonunda cevap olarak glisirizik asit, liquiritin ve formononetin bileşenlerinin miktarları kullanılmıştır.

Çizelge 3.3. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak yapılan optimizasyonun deneme deseni

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	Güç (watt)
1	50	62.5	90
2	70	5.0	900
3	90	62.5	90
4	70	62.5	495
5	70	62.5	495
6	90	62.5	900
7	70	5.0	90
8	70	120.0	900
9	50	120.0	495
10	70	62.5	495
11	70	62.5	495
12	50	5.0	495
13	90	120.0	495
14	90	5.0	495
15	70	62.5	495
16	70	120.0	90
17	50	62.5	900

3.2.2. Ekstraktın zenginleştirilmesi

Geleneksel yöntemle su ile belirlenen optimum şartlarda yapılan ekstraksiyon sonucu elde edilen meyan kökü ekstraktı ultrafiltrasyon sistemine (Sartorius stedim, Almanya) verilerek 10, 30, 50 ve 100 kDa ayırma sınırına sahip 4 farklı polietersülfon membrandan geçirilmiştir (Şekil 3.1). Bu işlem 2 bar basınçta ve 400 devir/dakika hızı sahip peristaltik pompa ile gerçekleştirilmiştir. Sistemde %90 verim elde edilecek şekilde çalışılmıştır. %90 verime ulaşıldığında sistem durdurulmuştur. Membranların her denemeden sonra temizliği yapılmıştır. Temizlik amacıyla sırasıyla yaklaşık 2L saf su, yaklaşık 600 mL 50° C'ye ısıtılmış sodyum hidroksit çözeltisi ve 100mL %10'luk etil alkol çözeltisi kullanılmıştır. Temizliği yapılan membranlar bir sonraki kullanıma kadar etil alkol çözeltisinde buzdolabında bekletilmiştir. Ayrıca her işlem öncesinde sırasıyla yaklaşık 2 L saf su ve yaklaşık 150 ml ekstrakt ile şartlandırma yapılmıştır. Elde edilen retentat ve permeatta glisirizik asit, liquiritin ve formononetin bileşenleri analiz edilmiştir.



Şekil 3.1. Meyan kökü ekstraktlarının zenginleştirilmesi

3.2.3. Meyan kökü ekstraktlarının püskürterek kurutulması

Elde edilen zenginleştirilmiş ekstraktlar enkapsülasyon işlemi mini püskürtmeli kurutucuda (Büchi Mini Spray Dryer B-290) gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.1). Kurutma işlemlerinde besleme hızı ve aspirasyon hızı sabit tutularak, hava çıkış sıcaklığı 75-80 °C ve aspirasyon hızı %70 olacak şekilde ayarlanmıştır.



Şekil 3.2. Püskürterek kurutma ünitesi (Büchi Mini Spray Dryer B-290)

Optimum ekstraksiyon koşullarında elde edilen ve 10 kDa membran kullanılarak elde edilen retentanta taşıyıcı madde olarak maltodekstrin ve peyniraltı suyu proteini 3 farklı oranda (0:2, 1:1, 2:0) eklenmiştir. Daha sonra hazırlanan karışımlar ultraturrax (IKA, RV 10, Almanya) yardımıyla 5 dakika boyunca karıştırılıp, homojen hale getirilmiştir. Hazırlanan karışımlar püskürterek kurutma ünitesinde toz forma dönüştürülmüştür. Yapılan ön denemeler göz önünde bulundurularak, son üründe fiziksel ve kimyasal değişimlerin araştırılması amacı ile 3 farklı giriş sıcaklığında (120, 140, 160) kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Homojen bir besleme yapabilmek amacıyla emülsiyonlar manyetik karıştırıcı kullanılarak sürekli karıştırılmıştır. Püskürterek kurutucuya beslenen bu karışımlar 5 barlık sabit hava basıncı (yaklaşık 500 L/saat hava hızı) ile döndürülen atomizer yardımıyla püskürterek kurutulmuş ve kuruyan meydan kökü tozları siklon seperatörde ayrıldıktan sonra ürün toplama kabında toplanmıştır. Elde edilen ürünler nem almayacak şekilde örnek şişelerine doldurularak HPLC analizleri yapılana kadar -18 °C' de bekletilmiştir. Üretimler 2 tekerrürlü olarak gerçekleştirilmiştir.

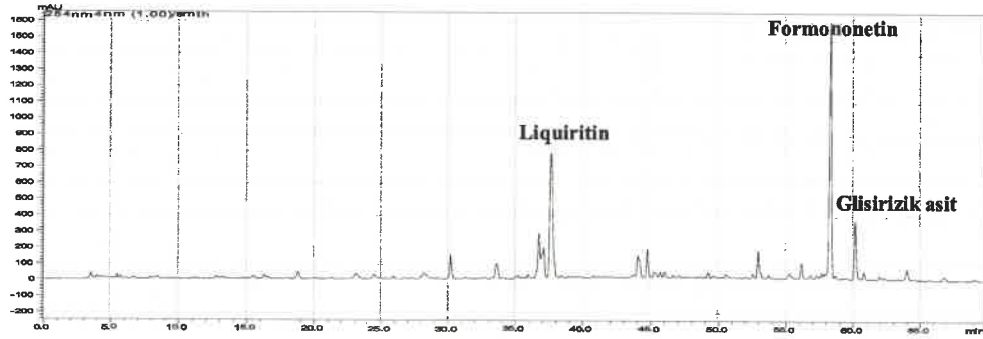


Şekil 3.3. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen toz ürün

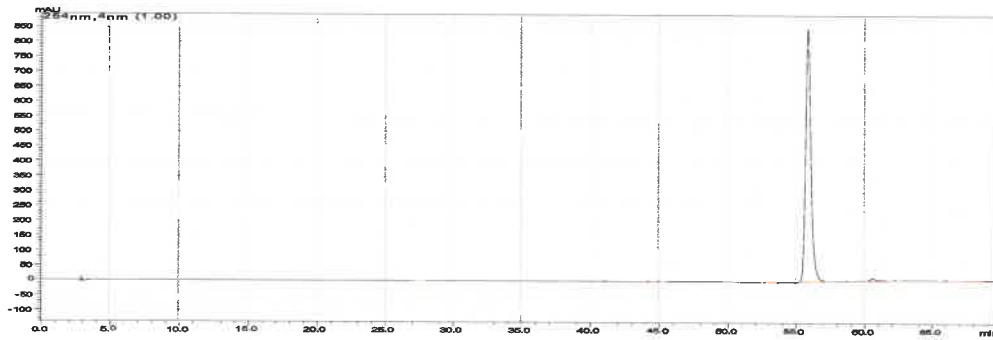
3.3. Analizler

3.3.1. Ekstraktların fenolik madde kompozisyonunun belirlenmesi

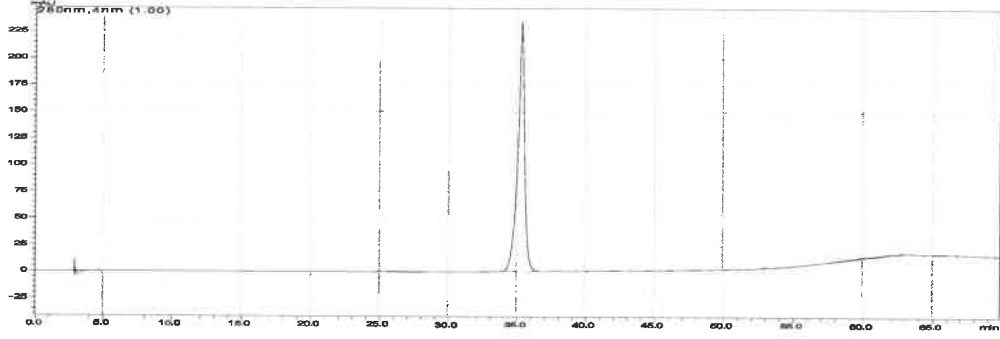
Farklı ekstraksiyon koşullarında elde edilen meyan kökü ekstraktlarının fenolik madde kompozisyonu Xie vd. (2007)'e göre HPLC (Shimadzu, Japonya) ile belirlenmiştir. Elde edilen ekstraktlar 0.45 µm membran filtreden geçirilerek cihaza enjekte edilmiştir. HPLC sistemi DGU-20A5 degaz ünitesi, LC-20AD pompa ünitesi, SIL-20AD otomatik örnekleyici, CTO-20AC kolon fırını ve SPD-20M20A diode array detektörden oluşmaktadır. Analiz boyunca gradient elüsyon; su (%0.1 fosforik asit içeren), asetonitril 97:3 h/h (0–3 dk), 97:3' ten 82:18' a (3–30 dk) ve %50:50 (30–60 dk) olacak şekilde 0.8 mL/dk akış hızı uygulanmıştır. Elde edilen kromatogram Şekil 3.4'de gösterilmiştir. Ayrım 35°C sıcaklıkta yapılmış olup tespit işlemi liquiritin için 280 nm, glisirizin ve formononetin için 254 nm dalga boyunda gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.5-3.7). Örneklerde bulunan glisirizik asit ($y=30369x$, $R^2=0.9973$), formononetin ($y=589378x$, $R^2=0.9945$) ve liquiritin ($y=126642x+250008$, $R^2=0.9984$) miktarları standartlar kullanılarak elde edilen denklemler yardımıyla hesaplanmıştır.



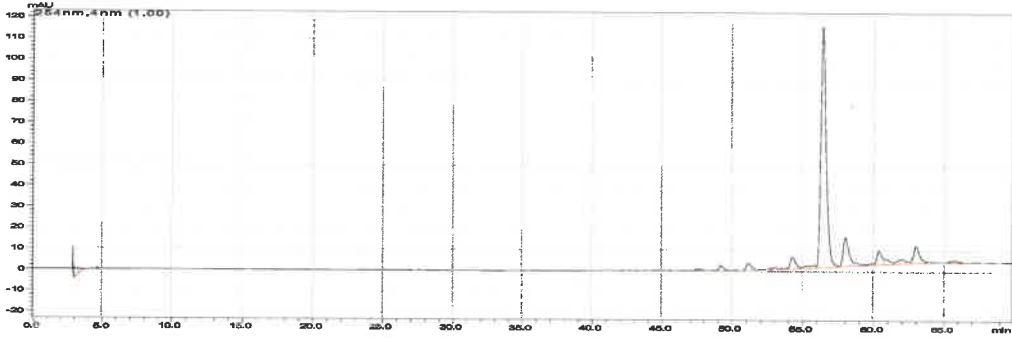
Şekil 3.4. Meyan kökü ekstraktına ait örnek kromatogram



Şekil 3.5. Formononetin standardına ait kromatogram



Şekil 3.6. Likiritin standardına ait kromotogram



Şekil 3.7. Glisirizik asit standardına ait kromotogram

3.3.2. Toz örneklerde nem ve su aktivitesi analizi

Elde edilen meyan kökü tozlarının nem miktarı, hızlı nem tayini cihazı ile (Kern, DBS-60, Almanya) belirlenmiştir. Örneklerin su aktivitesi (a_w) değeri ise su aktivitesi tayin cihazı (AquaLab, 4TE, USA) ile oda sıcaklığında ($25 \pm 1^\circ\text{C}$) ölçülmüştür.

3.3.3. Kurutma verimi

Toz örneklerin kurutma verimliliği son ürün miktarının ekstrakttaki kuru madde miktarına oranlanarak hesaplanmıştır (Eşitlik 3.1)

$$KV = \frac{\text{ÜM}}{\text{EKM}} * 100 \quad (3.1)$$

KV: Mikroenkapsülasyon verimi (%)

ÜM: Ürün miktarı (g)

EKM: Ekstrakttaki kurumadde miktarı (g)

3.3.4. Yiğın yoğunluğu

Meyan kökü tozlarının yiğın yoğunluğu, 10 mL ölçülü silindire içerisinde hava boşluğu kalmayacak şekilde ancak herhangi bir basınç uygulamaksızın 2 g tartılıp doldurulduktan sonra kütle/hacim oranından hesaplanmıştır (Bhandari vd 1992, Koç 2015).

3.3.5. Toz örneklerin çözünürlük analizi

Toz örneklerin çözünürlük analizinde Cano-Chauca vd. (2005)'nin uyguladığı yöntem modifiye edilerek kullanılmıştır. Bu doğrultuda 0.5 ± 0.001 g örnek tartılarak üzerine 50 mL saf su ilave edilmiş ve 5 dakika 600 devir/dakika manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Süre sonunda elde edilen çözelti tüplere alınarak 3000 g kuvvetinde 5 dakika santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrası üstte kalan fazdan 25 mL darası alınan petrilere aktarılarak $70 \text{ }^\circ\text{C}$ ' de sabit tartıma gelene kadar etüvde bekletilmiş ve çözünürlük (%) ağırlık farkından hesaplanmıştır.

3.3.6. Toz örneklerin renk analizi

Örneklerin renk değerleri Minolta Colorimeter CR-400 (Konica Minolta, Japonya) renk ölçer cihazı ile ölçülmüştür. Renk, L (koyuluk-açıklık), a (yeşillik-kırmızılık), b (mavilik-sarılık) renk parametreleri cinsinden ifade edilmiştir.

3.3.7. Ekstraksiyon kinetiği

Katı-sıvı ekstraksiyonunda meyan kökü bitkisinden liquiritin, formononetin ve glisirizik asit bileşenlerinin çözüme geçiş davranışlarının modellenenilmesi için su ile geleneksel yöntemle ekstraksiyon yapılmıştır. Bu amaçla 2 g meyan kökü örneği üzerine 100 mL çözücü ilave edilerek geleneksel ekstraksiyon işlemi su banyosunda durağan halde (çalkalama işlemi uygulamadan) $90 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de denge konsantrasyonuna yaklaşık ulaşılan süre olan 120 dakika boyunca gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyonun 0.5., 1.0., 1.5., 2.0., 3.0., 5.0., 10., 15., 20., 30., 50., 70., 90. ve 120. dakikalarında ekstraktlar alınarak ekstraktların liquiritin, formononetin ve glisirizik asit miktarları belirlenmiştir. Elde edilen verilerde dört farklı modelin uyumluluğu araştırılarak, modele özgü kinetik veriler belirlenmiştir. Bu amaçla kullanılan modellere ait eşitlikler Çizelge 3.5'de verilmiştir. Eşitliklerde geçen; C_t : bileşenlerin t anındaki konsantrasyonunu (g/100 g KM), t : ekstraksiyon zamanını (dk), C_{eq} : bileşenlerin denge konsantrasyonunu (g/100 g KM), k : kütle transfer katsayısını (dk^{-1}), F : çözüme hızlı geçen fraksiyonunu, $1-F$: çözüme yavaş geçen fraksiyonunu, k_1 : 1. dereceden hız sabitini (dk^{-1} , çözüme hızlı geçen fraksiyonu temsil eder), k_2 : 1. dereceden hız sabitini (dk^{-1} , çözüme yavaş geçen fraksiyonu temsil eder), m : en yüksek ekstraksiyon hızını, λ : ekstraksiyon periyodunu (dk), K_1 : Peleg hız sabiti (dk g/100 g), K_2 : Peleg kapasite sabiti (g/100 g)

Çizelge 3.4. Ekstraksiyon kinetiği parametreleri

Model	Eşitlik
First Order (birinci dereceden)	$C_t = C_{eq}^* (1 - e^{-k \cdot t})$
Two-Site Kinetik	$C_t = C_{eq} [1 - [F \cdot e^{-k_1 \cdot t}] - [(1-F) \cdot e^{-k_2 \cdot t}]]$
Modified Gompertz (Değiştirilmiş)	$C_t = C_{eq} \cdot \exp[-\exp[-((m \cdot e)/C_{eq}) \cdot (\lambda \cdot t) + 1]]$
Peleg's Model (Peleg Modeli)	$C_t = C_0 + (t / (K_1 + K_2 \cdot t))$

3.3.8. İstatistiksel analizler

Meyan kökü bitkisinin optimum ekstraksiyon koşullarının belirlenebilmesi için Design-Expert paket programı kullanılmıştır. Elde edilen veriler, Design-Expert paket

programı (Stat-Ease Inc., Version 7, Minneapolis, ABD) dahilinde ANOVA analizi ile değerlendirilmiştir. Kinetik parametrelerin tahminlenmesi Sigma Plot (Version 12, Systat Software, Inc., Chicago, IL) paket programı kullanılarak Çizelge 3.5'deki denklemlere göre yapılmıştır.

Meyan kökü ekstraktlarının püskürterek kurutma işlemi 3 Kurutma Sıcaklığı x 3 Taşıyıcı Madde Oranı x 2 Tekerrü şeklinde faktöryel deneme desenine göre gerçekleştirilmiştir. Püskürterek kurutularak üretilen toz örneklerde yapılan analizler sonucunda elde edilen sonuçların ortalamaları varyans analizine tabi tutularak, önemli bulunan farklılıklar Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi ile ortaya koyulmuştur. Varyans analizi ve Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi SAS Institute (Cary, NC, ABD) tarafından hazırlanan "The SAS system for Windows V7" isimli istatistiksel yazılım programı kullanılarak yapılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Tez kapsamında meyan kökü bitkisinde bulunan bazı biyoaktif bileşenlerin (glisirizik asit, liquiritin ve formononetin) ekstraksiyon davranışlarına sıcaklık, süre, ultrases uygulaması, çözündeki metanol oranı gibi bazı faktörlerin etkisinin araştırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla Design Expert 7.0 programı kullanılarak cevap-yüzey metoduna göre yukarıda belirtilen ekstraksiyon koşullarının en uygun değerleri belirlenmiştir. Su ile yapılan ekstraksiyon çalışmalarında ekstraksiyon sıcaklığının ve süresinin alt ve üst sınırları sırasıyla 50-90°C ve 5-120 dakika olarak seçilmiş, metanol içerikli çözümler ile yapılan ekstraksiyon çalışmalarında ise ekstraksiyon süresi olarak aynı sınırlar denenirken, ekstraksiyon sıcaklığının alt-üst sınırı ise 25-60°C olarak belirlenmiştir. Ultrases destekli ekstraksiyon çalışmalarında ise yine Design Expert 7.0 programı kullanılarak cevap-yüzey metoduna göre ultrases gücü, ekstraksiyon sıcaklığı ve süresi olmak üzere 3 faktörlü bir deneme deseni oluşturulmuştur. Ekstraksiyon sıcaklığı ve sürelerinin alt-üst sınırları geleneksel ekstraksiyon yöntemiyle aynı olacak şekilde seçilirken, ultrases gücünün alt-üst sınırları ise 90-900 Watt olarak seçilmiştir. Bu denemeler sonucunda elde edilen sonuçlar her bir çözüme ait geleneksel ve ultrases destekli ekstraksiyon denemesi için ayrı ayrı değerlendirilmiş ve sonuçlar aşağıda belirtilen başlıklar altında verilmiştir.

4.1. Ekstraksiyon Optimizasyonu

4.1.1. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi

Geleneksel yöntemle su kullanılarak deneme desenine göre yapılan ekstraksiyon sonucunda elde edilen değerler Çizelge 4.1'de verilmiştir. Çizelge 4.1 incelendiğinde program tarafından verilen deneme deseninin alt ve üst sınırlarına göre yapılan ekstraksiyon denemeleri sonucunda glisirizik asit miktarı 0.748-1.335 g/100 g KM arasında; liquiritin miktarı 0.981-2.394 g/100 g KM arasında ve formononetin miktarı ise 0.158-0.245 g/100 g KM arasında bulunmuştur.

Çizelge 4.1. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde miktarı (g/100g KM)

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
1	70.0	62.5	1.198	2.117	0.227
2	70.0	62.5	0.996	1.954	0.203
3	70.0	143.8	1.230	2.198	0.235
4	90.0	120.0	1.217	2.394	0.229
5	70.0	62.5	1.174	2.207	0.229
6	41.7	62.5	0.981	1.030	0.197
7	70.0	2.5	0.951	0.981	0.194
8	70.0	62.5	1.087	2.066	0.215
9	98.3	62.5	1.290	2.342	0.242
10	70.0	62.5	1.094	2.111	0.215
11	50.0	5.0	0.748	1.255	0.158
12	90.0	5.0	0.897	1.765	0.185
13	50.0	120.0	1.335	2.010	0.245

4.1.1.1. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün glisirizik asit içeriği üzerine etkisi

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.2’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin glisirizik asit miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Çizelge 4.2 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Glisirizik asit miktarı üzerine sıcaklığın etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmazken, ekstraksiyon sürenin ise istatistiki açıdan önemli ($p<0.01$) olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.2. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları

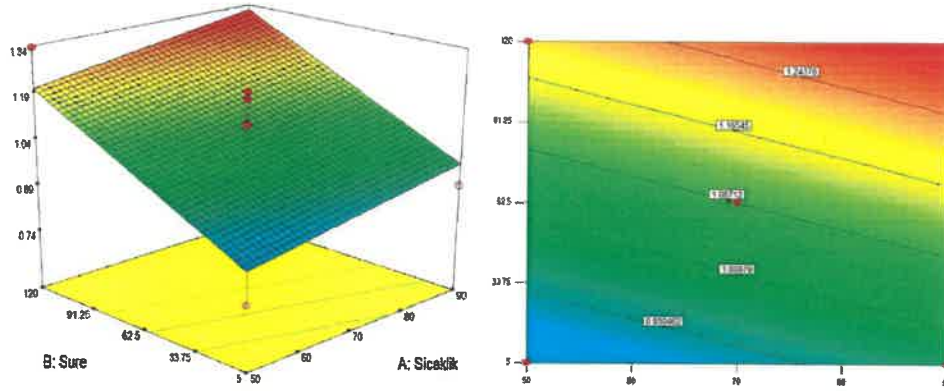
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P-Değeri	
Model	0.25	2	0.12	12.29	0.0020**	
Sıcaklık(A)	0.027	1	0.027	2.71	0.1304	
Süre(B)	0.22	1	0.22	21.86	0.0009**	
Uyum eksikliği	0.75	6	0.013	1.96	0.2686	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.7108	0.6530	0.4313	9.19	0.20	10.045

** , $p<0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.2 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 10.045 olarak belirlenmiş olup bu değer 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.71 ve 0.65 olarak tespit edilmiştir. Glisirizik asit içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.1) elde edilmiştir.

$$\text{Glisirizik asit (g/100 g KM)} = +1.09+0.18*B \text{ (Eşitlik 4.1)}$$

Şekil 4.1’de verilen glisirizik asit miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde optimizasyon için bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin glisirizik asit miktarı üzerine etkileri gözlemlenmiştir. Verilen şekil incelendiğinde, ekstraksiyon sıcaklığının artması ile ekstraktlardaki glisirizik asit miktarının sabit kaldığı, ekstraksiyon süresinin artması ile de ekstraktların glisirizik asit miktarının arttığı görülmektedir.



Şekil 4.1. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

4.1.1.2. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün liquiritin içeriği üzerine etkisi

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.3’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin liquiritin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Çizelge 4.3 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Liquiritin miktarı üzerine ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin etkisi istatistiki açıdan $p < 0.01$ düzeyinde önemli olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.3. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

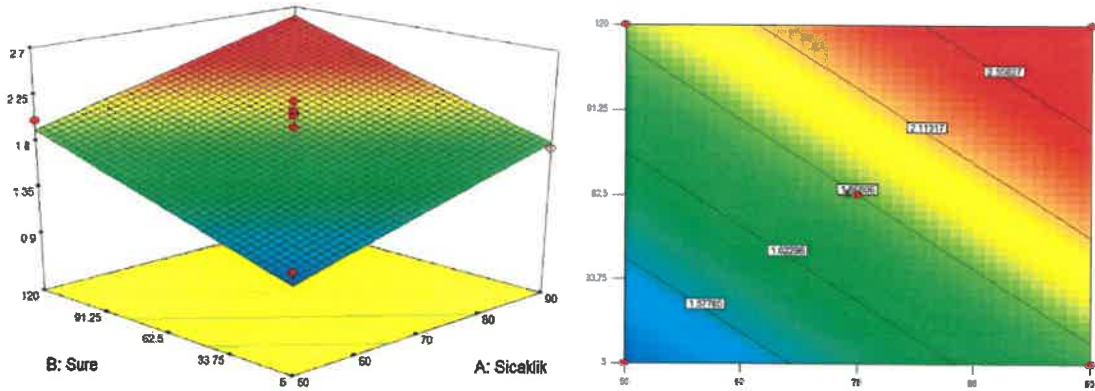
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	2.03	2	1.02	13.43	0.0015**	
Sıcaklık(A)	0.94	1	0.94	12.50	0.0054**	
Süre(B)	1.09	1	0.09	14.36	0.0035**	
Uyum eksikliği	0.64	6	0.12	3.54	0.1210	
Model	R^2	$R^2_{döl}$	Pred- R^2	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.7284	0.6740	0.5499	14.78	1.26	11.124

** , $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Liquiritin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.3 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 11.124 olarak belirlenmiş olup bu değer 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.73 ve 0.67 olarak tespit edilmiştir. Liquiritin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.2) elde edilmiştir.

$$\text{Liquiritin (g/100 g KM)} = +1.85 + 0.34 * A + 0.39 * B \quad (\text{Eşitlik 4.2})$$

Şekil 4.2’de verilen liquiritin miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin artmasıyla liquiritin miktarının arttığı görülmektedir.



Şekil 4.2. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

4.1.1.3. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün formononetin içeriği üzerine etkisi

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.4’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin formononetin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.3’de gösterilmiştir. Çizelge 4.4 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Formononetin miktarı üzerine glisirik asit miktarında olduğu gibi sıcaklığın etkisi önemsiz bulunurken, sürenin etkisi ise $p < 0.01$ düzeyinde önemli bulunmuştur.

Çizelge 4.4. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

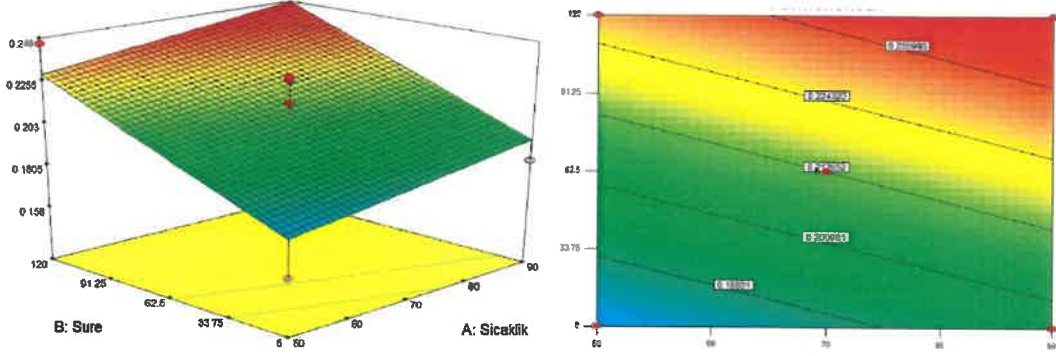
Kaynak	Kareler Toplamı		Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri
Model	5.366E-003		2	2.683E-003	12.07	0.0022**
Sıcaklık(A)	6.964E-004		1	6.964E-004	3.13	0.1072
Süre(B)	4.669E-003		1	4.669E-003	21.00	0.0010**
Uyum eksikliği	1.779E-003		6	2.964E-004	2.67	0.1809
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.6409	0.5691	0.3707	8.19	5.278E-003	8.564

** , $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Formononetin miktarlarına ait ANOVA sonuçlarının verildiği Çizelge 4.4’e göre, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 8.564 olarak bulunmuş ve değerin 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.64 ve 0.57 olarak tespit edilmiştir. Formononetin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları belirlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.3) türetilmiştir.

$$\text{Formononetin (g/100 g KM)} = +0.151 + 4.48482E-004 * B \quad (\text{Eşitlik 4.3})$$

Şekil 4.3’de verilen formononetin miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığının artması ile ekstraktlardaki formononetin miktarının artış gösterdiği ancak bu artışın istatistiki açıdan önemli olmadığı belirlenmiştir. Şekil 4.3 incelendiğinde, ekstraksiyon süresinin artması ile formononetin içeriğinin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.3. Geleneksel yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

4.1.1.4. Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun cevap yüzey metodu ile belirlenen optimum şartları

Su ile yapılan geleneksel ekstraksiyonun işlem koşullarının belirlendiği optimizasyon çalışmasında biyoaktif bileşenlerin ürünlerde maksimum miktarda olmasında istatistiksel açıdan önemli bulunan faktörler birlikte değerlendirilerek istenebilirlik fonksiyonunun en yüksek değerde olduğu optimum ekstraksiyon koşulları belirlenmiştir. İstenebilirlik değerleri yüksek olan çözümler Çizelge 4.5’de verilmiştir.

Çizelge 4.5. Su kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum koşulları (g/100 g KM)

Çözümler	Sıcaklık	Süre	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	İstenebilirlik
1	83.565	137.638	1.357	2.613	0.253	1.00
2	97.819	123.004	1.354	2.758	0.253	1.00
3	97.321	139.650	1.404	2.863	0.260	1.00
4	94.290	124.239	1.348	2.706	0.252	1.00
5	79.562	134.310	1.336	2.521	0.249	1.00

Çizelge 4.5 incelendiğinde biyoaktif bileşen miktarlarının önerilen çözümlerde birbirine yakın olduğu görülmektedir. Optimum koşul için, gerçekleştirilen ekstraksiyonda meyan kökü ekstraktlarının yüksek sıcaklığa maruz kalması ile ekstakta bulunan diğer önemli biyoaktif özellik gösteren bileşenlerin degradasyonu veya dönüşümü gerçekleşebileceğinden, optimum ekstraksiyon süresi için en düşük sıcaklık değerini içeren Çözüm 1 (83.57 °C ve 137.64 dk) seçilmiştir.

Çizelge 4.6. Su kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM)

Cevaplar	Sıcaklık	Süre		Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
Glisirizik asit	83.57	137.64	Tahminlenen değer	1.357	2.613	0.253
Liquiritin	83.57	137.64	Deneysel değer	1.379	2.638	0.247
Formononetin	83.57	137.64	Hata (%)	1.60	0.95	2.43

$$\text{Hata (\%)} = ((d_{\text{deneysel}} - d_{\text{tahminlenen}}) / d_{\text{deneysel}}) \times 100$$

Gerçekleştirilen doğrulama denemelerinin sonuçları Çizelge 4.6'da verilmiştir. Deneysel sonuçların, programın önerdiği modelde tahminlenen değerlere oldukça yakın ve belirlenen hata değerinin %10'un altında olduğu görülmüştür.

4.1.2. Farklı oranlarda metanol:su kullanılarak yapılan geleneksel ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi

Meyan kökünün biyoaktif bileşenlerinin ekstraksiyonu üzerine çözen içerisindeki metanol oranının etkisinin belirlenmesi amacıyla sıcaklık alt-üst sınırları 25-60°C ve süre alt-üst sınırları 5-120 dk olacak şekilde deneme deseni oluşturulmuş, oluşturulan deneme desenine göre %50 metanol, %80 metanol ve %100 metanol kullanılarak ekstraksiyonlar yapılmıştır.

4.1.2.1. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi

Geleneksel yöntemle deneme desenine göre %100 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyon sonucunda elde edilen değerler Çizelge 4.7'de verilmiştir. Çizelge 4.7 incelendiğinde ekstraktların glisirizik asit miktarının 0.216-0.607 g/100 g KM arasında; liquiritin miktarının 0.062-0.432 g/100 g KM arasında ve formononetin miktarının ise 0.048-0.135 g/100 g KM arasında olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.7. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde miktarları (g/100 g KM)

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
1	42.5	2.5	0.216	0.075	0.050
2	42.5	62.5	0.477	0.284	0.099
3	25.0	5.0	0.385	0.062	0.048
4	42.5	62.5	0.448	0.223	0.097
5	25.0	120.0	0.502	0.143	0.077
6	67.2	62.5	0.607	0.432	0.133
7	17.8	62.5	0.288	0.114	0.071
8	60.0	5.0	0.316	0.156	0.071
9	42.5	62.5	0.481	0.260	0.108
10	42.5	62.5	0.526	0.270	0.111
11	60.0	120.0	0.595	0.426	0.135
12	42.5	143.8	0.544	0.359	0.122
13	42.5	62.5	0.482	0.254	0.108

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.8’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin glisirizik asit miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.4’de gösterilmiştir. Çizelge 4.8 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Glisirizik asit miktarı üzerinde sıcaklığın istatistiki açıdan etkisinin $p<0.05$, sürenin ise $p<0.01$ düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.8. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları

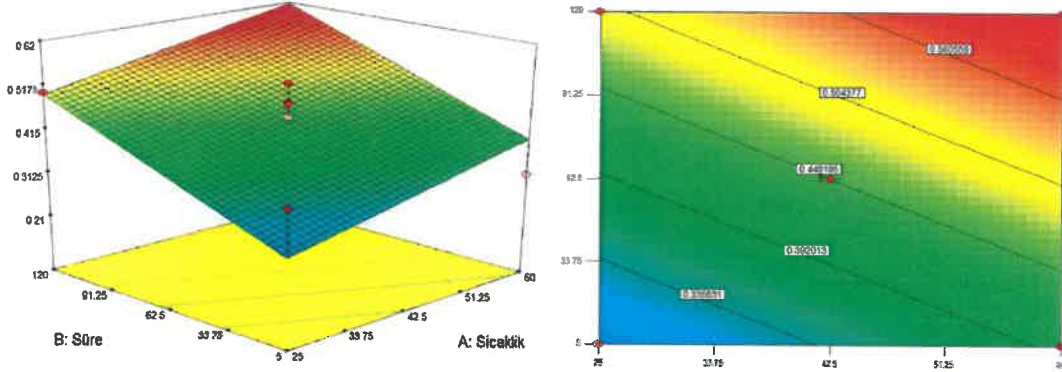
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.11	2	0.056	9.99	0.0041**	
Sıcaklık(A)	0.028	1	0.028	5.01	0.0491*	
Süre(B)	0.084	1	0.084	14.98	0.0031**	
Uyum eksikliği	0.053	6	8.866E-003	4.39	0.0570	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.6665	0.5998	0.3382	16.63	0.11	9.351

*, $p<0.05$ seviyesinde, **, $p<0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.8’e göre, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 9.351 olarak belirlenmiş olup bu değer 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.67 ve 0.60 olarak tespit edilmiştir. Glisirizik asit içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.4) elde edilmiştir.

$$\text{Glisirizik asit (g/100 g KM)} = +0.021+0.059*A+0.11*B \quad (\text{Eşitlik 4.4})$$

Şekil 4.4’de çözen olarak metanol kullanılması durumunda ekstraksiyon sıcaklığına ve süresine bağlı olarak ekstraktlardaki glisirizik asit miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin artmasıyla ürünlerdeki glisirizik asit miktarının arttığı görülmektedir.



Şekil 4.4. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.9’da verilmiş, bağımsız değişkenlerin liquiritin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.5’de gösterilmiştir. Çizelge 4.9 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Liquiritin miktarı üzerinde sıcaklığın ve sürenin $p < 0.01$ düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.9. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.17	5	0.035	31.12	0.0001**	
Sıcaklık(A)	0.085	1	0.085	77.05	< 0.0001**	
Süre(B)	0.077	1	0.077	69.38	< 0.0001**	
Sıcaklık*Süre	8.930E-0.003	1	8.930E-0.003	8.05	0.0251*	
Sıcaklık ²	3.922E-0.006	1	3.922E-0.006	3.537E-0.003	0.9542	
Süre ²	0.010	1	0.010	9.22	0.0189*	
Uyum eksikliği	5.697E-003	3	1.899E-003	3.68	0.1203	
Model Kuadratik	R ² 0.9570	R ² _{dzl} 0.9262	Pred-R ² 0.7474	CV % 14.16	PRESS 0.046	Yeterli kesinlik 18.639

*, $p < 0.05$ seviyesinde, **, $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

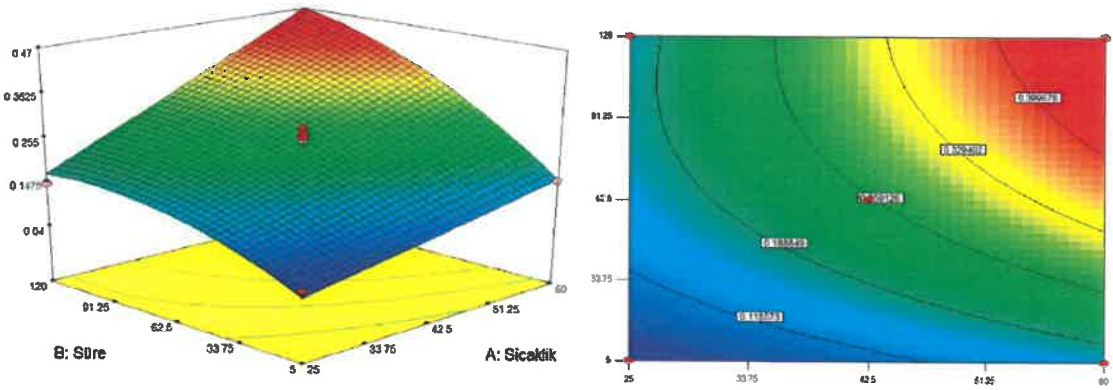
Liquiritin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.9 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 18.639 olarak belirlenmiş olup bu değer 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.96 ve 0.93 olarak tespit edilmiştir. Belirlenen bu değerlerin 1’e

yakın olması elde edilen denklemin deneysel verileri temsil etmekte ne kadar başarılı olduğunu göstermektedir.

Liquiritin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.5) elde edilmiştir.

Liquiritin (g/100 g KM)=+0.26+0.10*A+0.11*B+0.047*A*B-0.045*B² (Eşitlik 4.5)

Şekil 4.5’de verilen izdüşüm eğrileri incelendiğinde sıcaklık ve sürenin artmasıyla ekstraktaki liquiritin miktarının arttığı, bu artışın değişkenlerin beraber artması durumunda daha belirgin izlenebildiği görülmüştür.



Şekil 4.5. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.10’da verilmiş, bağımsız değişkenlerin formononetin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.7’de gösterilmiştir. Çizelge 4.10 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Formononetin miktarı üzerinde sıcaklığın ve sürenin istatistiksel açıdan $p < 0.01$ düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.10. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

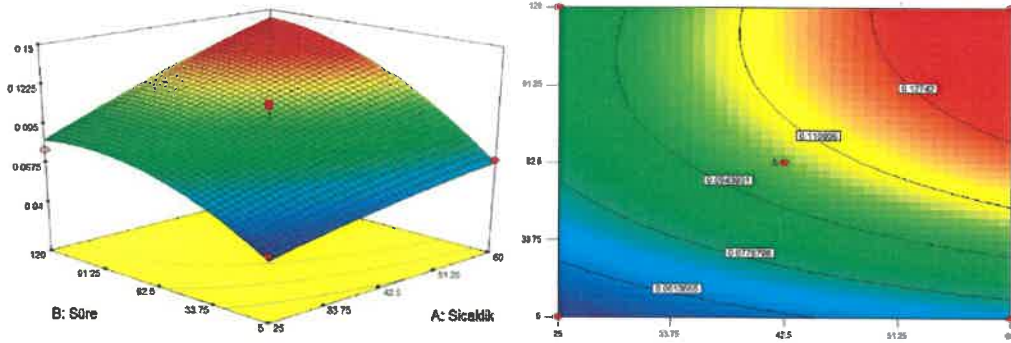
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	9.635E-003	5	1.927E-003	29.34	0.0001**	
Sıcaklık(A)	3.557E-003	1	3.557E-003	54.16	0.0002**	
Süre(B)	5.391E-003	1	5.391E-003	82.10	< 0.0001**	
Sıcaklık*Süre	3.062E-004	1	3.062E-004	4.66	0.0677	
Sıcaklık ²	4.160E-005	1	4.160E-005	0.63	0.4522	
Süre ²	1.261E-003	1	1.261E-003	19.20	0.0032**	
Uyum eksikliği	3.065E-004	3	1.022E-004	2.67	0.1834	
Model	R ²	R ² _{döl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9545	0.9219	0.760	8.56	2.382E-0.003	17.997

** , $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Formononetin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.10'a göre, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 17.997 olarak bulunmuş ve değerin 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R^2 ve R^2_{adj} değerleri sırasıyla 0.95 ve 0.92 olarak tespit edilmiştir. Formononetin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları belirlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.6) türetilmiştir.

$$\text{Formononetin (g/100 g KM)} = +0.10 + 0.021 * A + 0.028 * B - 0.016B^2 \quad (\text{Eşitlik 4.6})$$

Şekil 4.6'da verilen izdüşüm eğrilerine göre ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin artmasıyla ekstraktlardaki formononetin miktarının arttığı görülmüştür.



Şekil 4.6. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Yukarıda verilen cevaplar kullanılarak program tarafından oluşturulan ve istenirlik değerleri yüksek olan çözümler Çizelge 4.11'de verilmiştir.

Çizelge 4.11. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum koşulları (g/100 g KM)

Çözümler	Sıcaklık	Süre	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	İstenirlik
1	55.832	141.027	0.643	0.447	0.137	1.00
2	62.195	132.388	0.648	0.502	0.148	1.00
3	55.969	134.945	0.631	0.446	0.138	1.00
4	62.960	136.197	0.658	0.512	0.149	1.00
5	61.897	119.830	0.623	0.486	0.147	1.00

Çizelge 4.12. Geleneksel yöntemle %100 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM)

Cevaplar	Sıcaklık	Süre	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	
Glisirizik asit	62.96	136.20	Tahminlenen değer	0.658	0.512	0.149
Liquiritin	62.96	136.20	Deneyisel değer	0.687	0.529	0.153
Formononetin	62.96	136.20	Hata (%)	4.22	3.21	2.61

$$\text{Hata (\%)} = \left(\frac{d_{\text{deneyisel}} - d_{\text{tahminlenen}}}{d_{\text{deneyisel}}} \right) \times 100$$

Gerçekleştirilen doğrulama denemelerinin sonuçları Çizelge 4.12’de verilmiştir. Deneysel sonuçların, programın önerdiği modelde tahminlenen değerlere oldukça yakın ve belirlenen hata değerinin %10’un altında olduğu belirlenmiştir.

4.1.2.2. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi

Geleneksel yöntemle deneme desenine göre %80 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyon sonucunda elde edilen değerler Çizelge 4.13’te verilmiştir. Çizelge 4.13 incelendiğinde ekstraktların glisirizik asit miktarının 0.625-1.186 g/100 g KM arasında; liquiritin miktarının 0.361-1.126 g/100 g KM arasında ve formononetin miktarının ise 0.101-0.233 g/100 g KM arasında olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.13. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde miktarları (g/100 g KM)

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
1	42.5	2.5	0.625	0.453	0.132
2	42.5	62.5	1.102	0.784	0.192
3	25.0	5.0	0.655	0.361	0.101
4	42.5	62.5	1.010	0.801	0.203
5	25.0	120.0	0.936	0.552	0.149
6	67.2	62.5	1.124	0.948	0.218
7	17.8	62.5	0.680	0.519	0.143
8	60.0	5.0	0.750	0.607	0.158
9	42.5	62.5	1.032	0.751	0.195
10	42.5	62.5	0.964	0.754	0.198
11	60.0	120.0	1.186	1.126	0.233
12	42.5	143.8	1.033	0.885	0.210
13	42.5	62.5	1.038	0.823	0.209

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.14’te verilmiş, bağımsız değişkenlerin glisirizik asit miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.7’de gösterilmiştir. Çizelge 4.14 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Glisirizik asit miktarı üzerinde sıcaklığın ve sürenin istatistiki açıdan $p < 0.01$ düzeyinde önemi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.14. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları

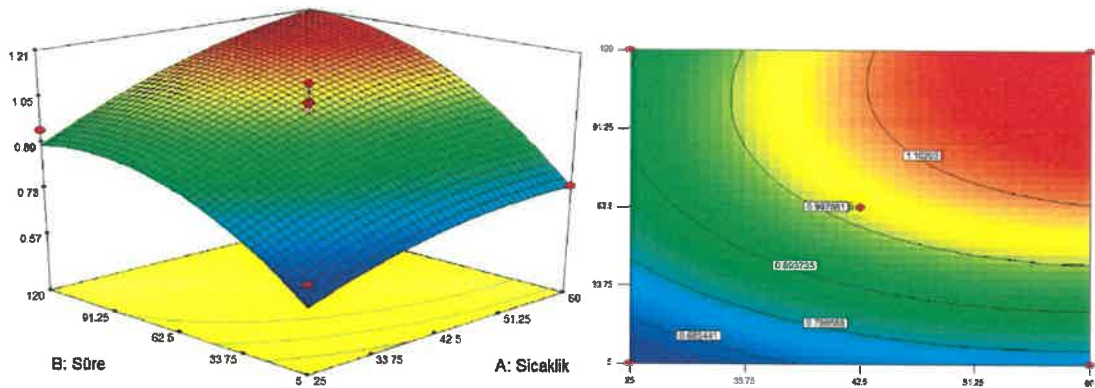
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.41	5	0.081	19.05	0.0006**	
Sıcaklık(A)	0.12	1	0.12	27.72	0.0012**	
Süre(B)	0.24	1	0.24	56.70	0.0001**	
SıcaklıkxSüre	6.006E-003	1	6.006E-003	1.41	0.2743	
Sıcaklık ²	0.016	1	0.016	3.66	0.0974	
Süre ²	0.073	1	0.073	17.18	0.0043**	
Uyum eksikliği	0.020	3	6.626E-003	2.65	0.1850	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9315	0.8826	0.6121	7.00	0.17	14.070

** , p<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.14 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 14.070 olarak belirlenmekte olup bu değer 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.93 ve 0.88 olarak tespit edilmiştir. Glisirizik asit içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.7) elde edilmiştir.

$$\text{Glisirizik asit (g/100 g KM)} = +1.02 + 0.12 \cdot A + 0.19 \cdot B - 0.12B^2 \quad (\text{Eşitlik 4.7})$$

Şekil 4.7'de verilen izdüşüm eğrisine göre sıcaklık ve sürenin artmasıyla glisirizik asit miktarının arttığını söylemek mümkündür.



Şekil 4.7. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.15'te verilmiş, bağımsız değişkenlerin liquiritin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.8'de gösterilmiştir. Çizelge 4.15 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Liquiritin miktarı üzerinde sıcaklığın, sürenin ve interaksiyonlarının p<0.01 düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.15. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

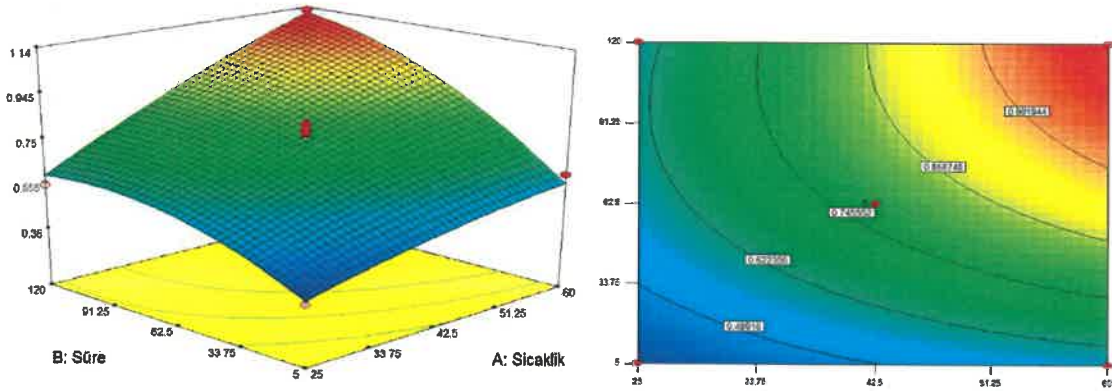
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.54	5	0.11	66.13	< 0.0001**	
Sıcaklık	0.25	1	0.25	156.49	< 0.0001**	
Süre	0.24	1	0.24	149.80	< 0.0001**	
SıcaklıkxSüre	0.027	1	0.027	16.54	0.0048**	
Sıcaklık ²	4.177E-003	1	4.177E-003	2.57	0.1530	
Süre ²	0.042	1	0.042	26.12	0.0014**	
Uyum eksikliği	7.592E-003	3	2.531E-003	2.67	0.1831	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9793	0.9645	0.8768	5.60	0.068	26.984

** , p<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder.

Liquiritin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.15 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 26.984 olarak belirlenmekte olup bu değer 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.98 ve 0.96 olarak tespit edilmiştir. Liquiritin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.8) elde edilmiştir.

$$\text{Liquiritin (g/100 g KM)} = +0.78 + 0.18 \cdot A + 0.19 \cdot B + 0.082 \cdot A \cdot B - 0.092B^2 \quad (\text{Eşitlik 4.8})$$

Şekil 4.8'de verilen izdüşüm eğrisine göre sıcaklık ve sürenin artmasıyla liquiritin miktarının arttığını söylemek mümkündür.



Şekil 4.8. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.16'da verilmiş, bağımsız değişkenlerin liquiritin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.9'da gösterilmiştir. Çizelge 4.16 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Formononetin miktarı üzerinde sıcaklığın ve sürenin istatistiksel açıdan p<0.01 düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.16. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

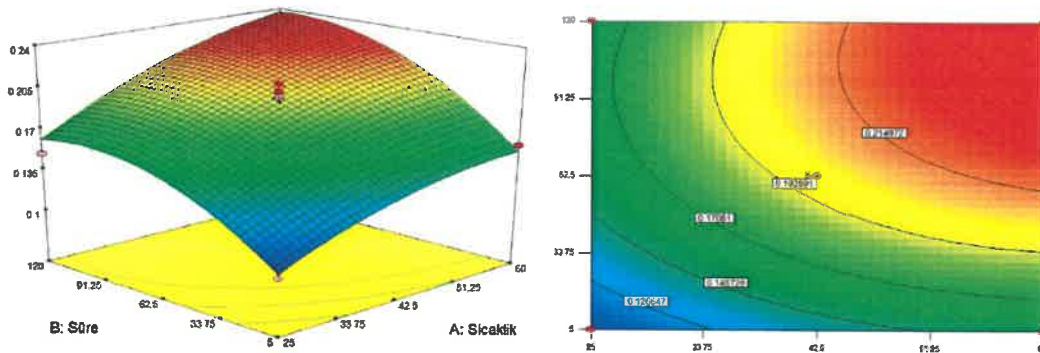
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.018	5	3.596E-003	42.20	< 0.0001**	
Sıcaklık	7.630E-003	1	7.630E-003	89.55	< 0.0001**	
Süre	8.231E-003	1	8.231E-003	96.60	< 0.0001**	
SıcaklıkxSüre	1.823E-004	1	1.823E-004	2.14	0.1870	
Sıcaklık ²	8.636E-004	1	8.636E-004	10.14	0.0154*	
Süre ²	2.900E-003	1	2.900E-003	34.03	0.0006**	
Uyum eksikliği	4.153E-004	3	1.384E-004	3.06	0.1544	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9679	0.9450	0.8095	5.13	3.538E-0.003	21.063

*, $p < 0.05$ seviyesinde, **, $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Formononetin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.16'ya göre, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 21.063 olarak bulunmuş ve değerin 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.97 ve 0.95 olarak tespit edilmiştir. Formononetin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları belirlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.9) türetilmiştir.

Formononetin (g/100 g KM) = +0.20+0.031*A+0.035*B-0.011*A²-0.024B² (Eşitlik 4.9)

Şekil 4.9'da verilen izdüşüm eğrisine göre sıcaklık ve sürenin artmasıyla ürünlerdeki formononetin miktarının arttığını gözlemlenmektedir.



Şekil 4.9. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Yukarıda verilen cevaplar kullanılarak program tarafından oluşturulan ve istenebilirlik değerleri yüksek olan çözümler Çizelge 4.17'de verilmiştir.

Çizelge 4.17. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenleri (g/100 g KM)

Çözümler	Sıcaklık	Süre	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	İstenebilirlik
1	63.615	131.808	1.211	1.176	0.237	1.00
2	63.804	105.616	1.212	1.128	0.239	1.00
3	65.429	113.316	1.220	1.164	0.241	1.00
4	64.518	102.732	1.210	1.127	0.239	1.00
5	66.572	125.736	1.223	1.202	0.240	1.00

Çizelge 4.18. Geleneksel yöntemle %80 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM)

Cevaplar	Sıcaklık	Süre		Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
Glisirizik asit	66.57	125.74	Tahminlenen değer	1.223	1.202	0.240
Liquiritin	66.57	125.74	Deneysel değer	1.227	1.215	0.248
Formononetin	66.57	125.74	Hata (%)	0.33	1.07	3.23

$$\text{Hata (\%)} = ((d_{\text{deneysel}} - d_{\text{tahminlenen}}) / d_{\text{deneysel}}) \times 100$$

Gerçekleştirilen doğrulama denemelerinin sonuçları Çizelge 4.18'de verilmiştir. Deneysel sonuçların, programın önerdiği modelde tahminlenen değerlere oldukça yakın ve belirlenen hata değerinin %10'un altında olduğu görülmüştür.

4.1.2.3. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi

Geleneksel yöntemle deneme desenine göre %50 metanol kullanılarak yapılan ekstraksiyon sonucunda elde edilen değerler Çizelge 4.19'da verilmiştir. Çizelge 4.19 incelendiğinde ekstraktların glisirizik asit miktarının 0.764-1.231 g/100 g KM arasında; liquiritin miktarının 0.539-1.488 g/100 g KM arasında ve formononetin miktarının ise 0.124-0.240 g/100 g KM arasında olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.19. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların etken madde içerikleri (g/100 g KM)

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
1	42.5	2.5	0.764	0.776	0.160
2	42.5	62.5	0.907	0.948	0.232
3	25.0	5.0	0.846	0.539	0.124
4	42.5	62.5	1.103	0.948	0.215
5	25.0	120.0	0.932	0.576	0.132
6	67.2	62.5	1.231	1.156	0.233
7	17.8	62.5	0.838	0.830	0.168
8	60.0	5.0	0.955	1.049	0.199
9	42.5	62.5	0.966	0.933	0.199
10	42.5	62.5	1.011	1.098	0.201
11	60.0	120.0	1.315	1.488	0.240
12	42.5	143.8	1.100	1.213	0.211
13	42.5	62.5	1.105	1.033	0.218

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.20’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin glisirizik asit miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.10’da gösterilmiştir. Çizelge 4.20 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Glisirizik asit miktarı üzerinde sıcaklığın ve sürenin istatistiki açıdan $p < 0.01$ önem düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.20. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları

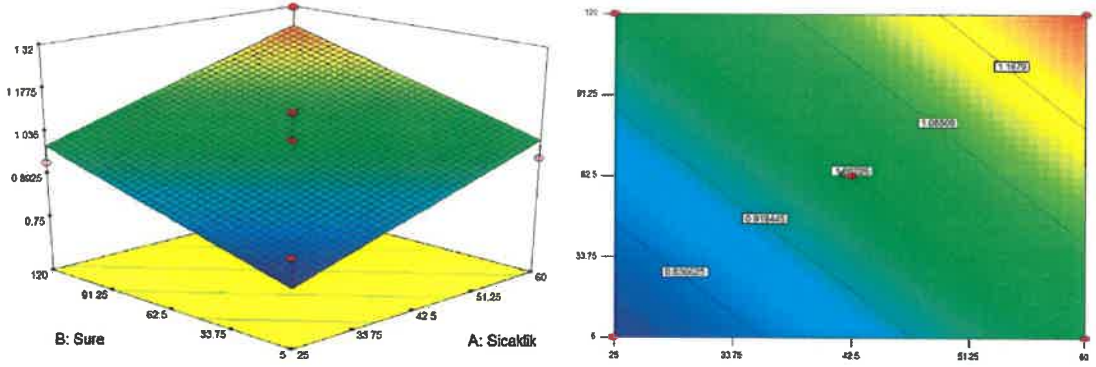
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.23	2	0.12	16.52	0.0007**	
Sıcaklık	0.14	1	0.14	19.30	0.0013**	
Süre	0.098	1	0.098	13.74	0.0041**	
Uyum eksikliği	0.041	6	6.873E-003	0.92	0.5591	
Model	R ²	R ² _{dzi}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.7677	0.7212	0.6030	8.39	0.12	12.267

** , $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.20 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 12.267 olarak belirlenmekte olup bu değer 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzi} değerleri sırasıyla 0.77 ve 0.72 olarak tespit edilmiştir. Glisirizik asit içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.10) elde edilmiştir.

$$\text{Glisirizik asit (g/100 g KM)} = +1.00 + 0.13 * A + 0.12 B \text{ (Eşitlik 4.10)}$$

Şekil 4.10'da verilen izdüşüm eğrisi incelendiğinde, ekstraksiyon sıcaklığı ve ekstraksiyon süresinin artmasıyla glisirizik asit miktarının arttığını söylemek mümkündür.



Şekil 4.10. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.21'de verilmiş, bağımsız değişkenlerin liquiritin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Çizelge 4.21 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Liquiritin miktarı üzerinde sıcaklığın istatistiki açıdan $p < 0.01$, sürenin $p < 0.05$ önem düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.21. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

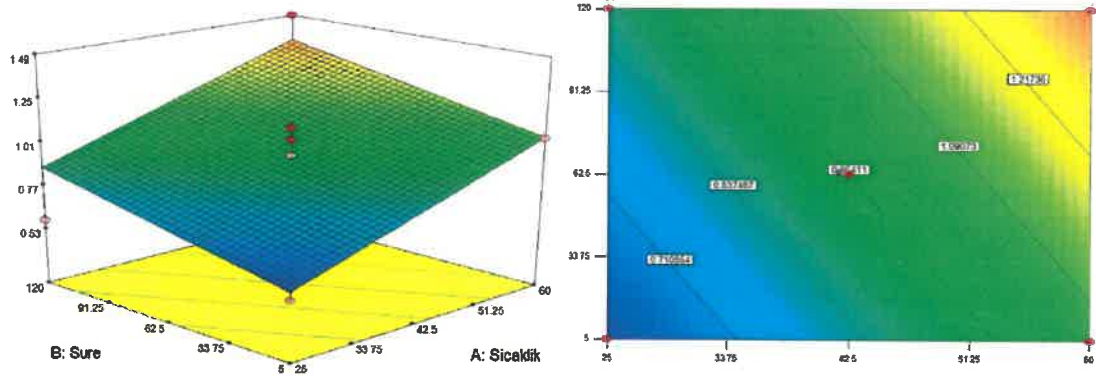
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.59	2	0.30	14.92	0.0010**	
Sıcaklık(A)	0.44	1	0.44	22.38	0.0008**	
Süre(B)	0.15	1	0.15	7.46	0.0211*	
Uyum eksikliği	0.18	6	0.030	5.85	0.0546	
Model	R^2	$R^2_{döl}$	Pred- R^2	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.7490	0.6988	0.4698	14.54	0.42	11.237

*, $p < 0.05$ seviyesinde, **, $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Liquiritin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.21 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 11.237 olarak belirlenmekte olup bu değer 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.75 ve 0.70 olarak tespit edilmiştir. Liquiritin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.11) elde edilmiştir.

$$\text{Liquiritin (g/100 g KM)} = +0.96 + 0.24 * A + 0.14 * B \quad (\text{Eşitlik 4.11})$$

Şekil 4.11’de verilen izdüşüm eğrisine göre ekstraksiyon sıcaklığının ve süresinin artmasıyla liquiritin miktarının artış gösterdiği belirlenmiştir.



Şekil 4.11. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.22’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin formononetin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.12’de gösterilmiştir. Çizelge 4.22 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Formononetin miktarı üzerinde sıcaklığın istatistiki açıdan $p < 0.01$, sürenin ise $p < 0.05$ önem düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.22. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

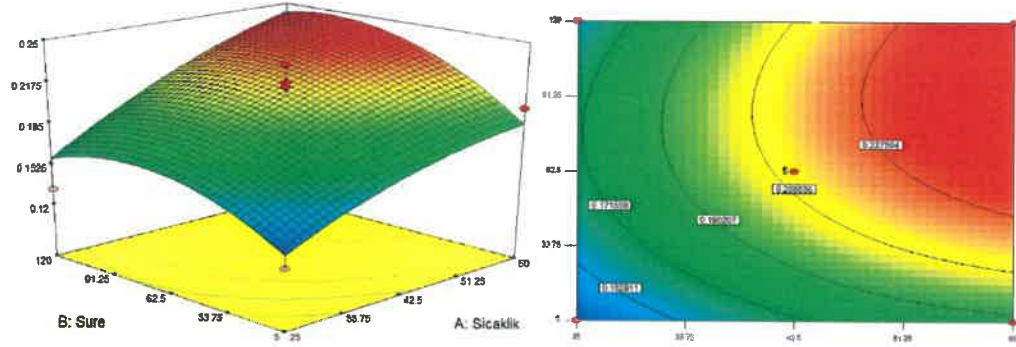
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.014	5	2.897E-003	7.90	0.0085**	
Sıcaklık	9.448E-003	1	9.448E-003	25.75	0.0014**	
Süre	2.620E-003	1	2.620E-003	7.14	0.0319*	
Sıcaklık×Süre	2.723E-004	1	2.723E-004	0.74	0.4175	
Sıcaklık ²	5.940E-004	1	5.940E-004	1.62	0.2438	
Süre ²	2.641E-003	1	2.641E-003	7.20	0.0314*	
Uyum eksikliği	1.838E-003	3	6.126E-004	3.36	0.1363	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.8494	0.7419	0.0563	9.83	0.016	8.331

*, $p < 0.05$ seviyesinde, **, $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Formononetin miktarlarına ait Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.22’ye göre, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 8.331 olarak bulunmuş ve değerin 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.85 ve 0.74 olarak tespit edilmiştir. Formononetin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları belirlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.12) türetilmiştir.

$$\text{Formononetin (g/100 g KM)} = +0.21+0.034A+0.020*B-0.023B^2 \text{ (Eşitlik 4.12)}$$

Şekil 4.12’de verilen formononetin miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin artması ile ürünlerdeki formononetin miktarının artış gösterdiği belirlenmiştir.



Şekil 4.12. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Yukarıda verilen cevaplar kullanılarak program tarafından oluşturulan ve istenebilirlik değerleri yüksek olan çözümler Çizelge 4.23’te verilmiştir.

Çizelge 4.23. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak geleneksel yöntemle ekstrakte edilen meyan kökü bileşenleri (g/100 g KM)

Çözümler	Sıcaklık	Süre	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	İstenebilirlik
1	66.997	142.265	1.349	1.494	0.242	1.00
2	66.538	142.463	1.346	1.488	0.241	1.00
3	66.945	142.999	1.350	1.495	0.241	1.00
4	66.647	141.868	1.345	1.488	0.242	1.00
5	66.941	141.286	1.346	1.491	0.242	1.00

Çizelge 4.24. Geleneksel yöntemle %50 metanol kullanılarak ekstrakte edilen meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM)

Cevaplar	Sıcaklık	Süre	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	
Glisirizik asit	66.57	125.74	Tahminlenen değer	1.223	1.202	0.240
Liquiritin	66.57	125.74	Deneysel değer	1.227	1.215	0.248
Formononetin	66.57	125.74	Hata (%)	0.33	1.07	3.23

$$\text{Hata (\%)} = ((d_{\text{deneysel}} - d_{\text{tahminlenen}}) / d_{\text{deneysel}}) \times 100$$

Gerçekleştirilen doğrulama denemelerinin sonuçları Çizelge 4.24’te verilmiştir. Deneysel sonuçların, programın önerdiği modelde tahminlenen değerlere oldukça yakın ve belirlenen hata değerinin %10’un altında olduğu görülmüştür.

4.1.3. Su ile yapılan ultrasonik ekstraksiyonun meyan kökünün biyoaktif bileşenleri üzerine etkisi

Ultrases dalgaları ile su kullanılarak deneme desenine göre yapılan ekstraksiyon sonucunda elde edilen değerler Çizelge 4.25'te verilmiştir. Çizelge 4.25 incelendiğinde program tarafından verilen deneme deseninin alt ve üst sınırlarına göre yapılan ekstraksiyon denemeleri sonucunda glisirizik asit miktarı 0.522-1.046 g/100 g KM arasında; liquiritin miktarı 0.901-2.310 g/100 g KM arasında ve formononetin 0.104-0.173 g/100 g KM arasında bulunmuştur.

Çizelge 4.25. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların biyoaktif madde içerikleri (g/100 g KM)

Desen No	Ekstraksiyon Sıcaklığı (°C)	Ekstraksiyon süresi (dk)	Güç (watt)	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
1	50	62.5	90	0.681	1.209	0.129
2	70	5.0	900	0.765	1.247	0.150
3	90	62.5	90	0.773	1.382	0.151
4	70	62.5	495	0.912	1.992	0.159
5	70	62.5	495	0.846	2.126	0.149
6	90	62.5	900	0.904	2.006	0.169
7	70	5.0	90	0.542	0.956	0.106
8	70	120.0	900	0.795	1.912	0.170
9	50	120.0	495	0.788	1.303	0.153
10	70	62.5	495	0.930	2.254	0.160
11	70	62.5	495	0.887	2.310	0.168
12	50	5.0	495	0.522	0.901	0.104
13	90	120.0	495	0.973	2.218	0.173
14	90	5.0	495	0.837	1.397	0.162
15	70	62.5	495	1.046	2.042	0.170
16	70	120.0	90	0.659	1.155	0.134
17	50	62.5	900	0.875	1.380	0.166

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.26'da verilmiş, bağımsız değişkenlerin glisirizik asit miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.13'de gösterilmiştir. Çizelge 4.26 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Glisirizik asit miktarı üzerinde sıcaklığın ve ultrases gücünün istatistiki açıdan $p < 0.05$ önem düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir. Ekstraksiyon süresinin ise glisirizik asit miktarı üzerine istatistiksel açıdan bir etkisi olmadığı görülmüştür.

Çizelge 4.26. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirizik asit içeriklerine ait ANOVA sonuçları

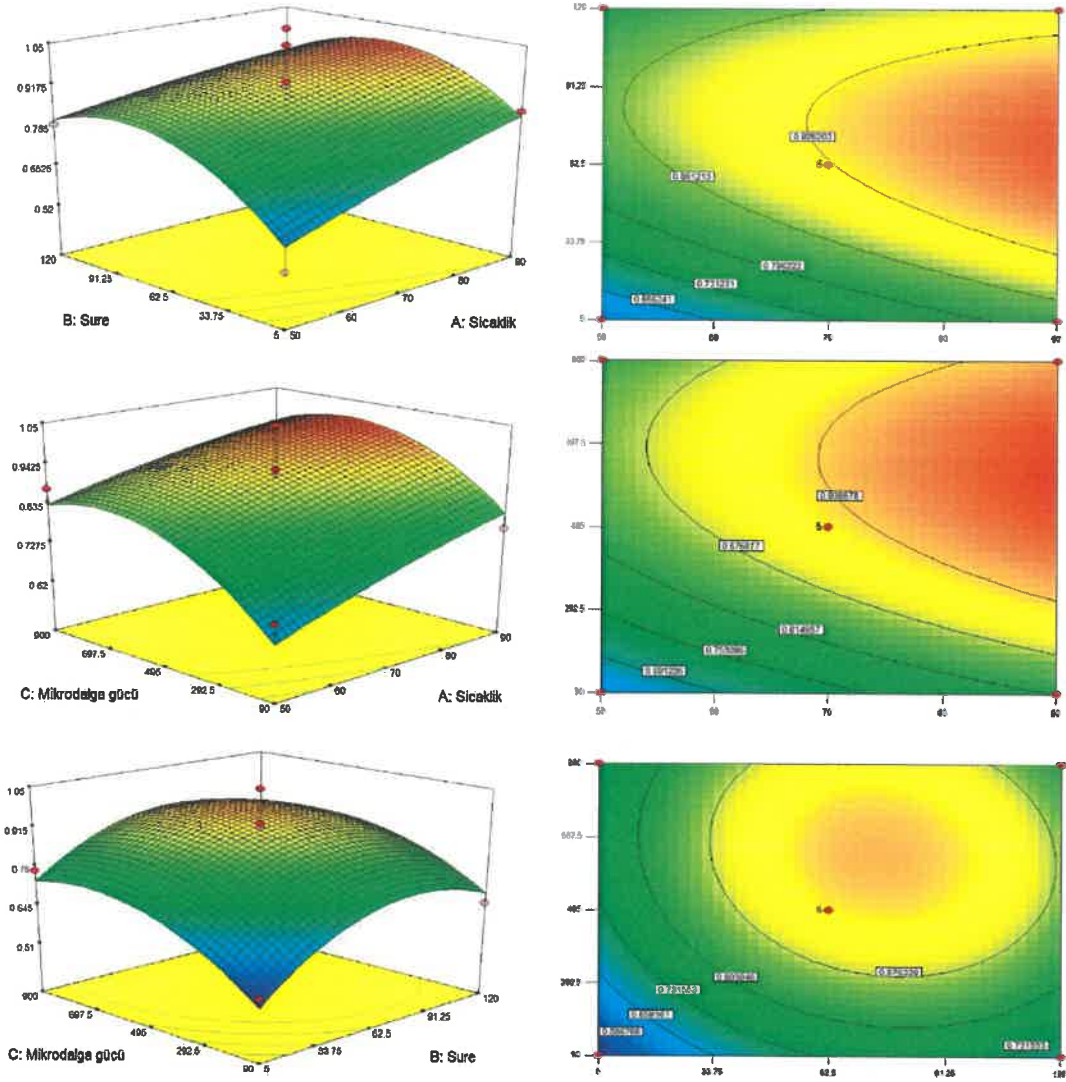
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	0.28	9	0.031	4.43	0.0313*	
A-Sıcaklık	0.048	1	0.048	6.92	0.0339*	
B-Süre	0.038	1	0.038	5.41	0.0529	
C-Ultrason gücü	0.058	1	0.058	8.40	0.0231*	
AxB	4.225E-003	1	4.225E-003	0.61	0.4615	
AxC	9.923E-004	1	9.923E-004	0.14	0.7170	
BxC	1.892E-003	1	1.892E-003	0.27	0.6182	
A ²	7.226E-004	1	7.226E-004	0.10	0.756	
B ²	0.072	1	0.072	10.39	0.0146*	
C ²	0.045	1	0.045	6.40	0.0393*	
Uyum eksikliği	0.026	3	8.743E-003	1.55	0.3318	
Model R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik	
Kuadratik	0.8506	0.6586	-0.3938	10.33	0.45	6.894

*, $p < 0.05$ seviyesinde,

Anova sonuçlarının verildiği Çizelge 4.26 incelendiğinde, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 6.894 olarak belirlenmekte olup bu değer 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.85 ve 0.66 olarak tespit edilmiştir. Glisirizik asit içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.13) elde edilmiştir.

$$\text{Glisirizik asit (g/100 g KM)} = +0.92 + 0.078 * A + 0.086 * C - 0.13B^2 - 0.10C^2 \text{ (Eşitlik 4.13)}$$

Şekil 4.13'de verilen glisirizik asit miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde optimizasyon için bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve ultrason gücünün glisirizik asit miktarı üzerine etkileri gözlemlenmiştir. Verilen şekil incelendiğinde, ekstraksiyon sıcaklığının artması ile ekstraktların glisirizik asit miktarının artış gösterdiği, ekstraksiyon süresinin artması ile de ekstraktların glisirizik asit miktarının istatistiki açıdan etkilenmediği, ultrason gücünün artması ile ise ekstraktların glisirizik asit içeriğinin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.13. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların glisirik asit miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.27’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin liquiritin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.14’de gösterilmiştir. Çizelge 4.27 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Liquiritin miktarı üzerinde sıcaklığın, sürenin ve ultrases gücünün istatistiksel olarak $p < 0.01$ önem düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.27. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

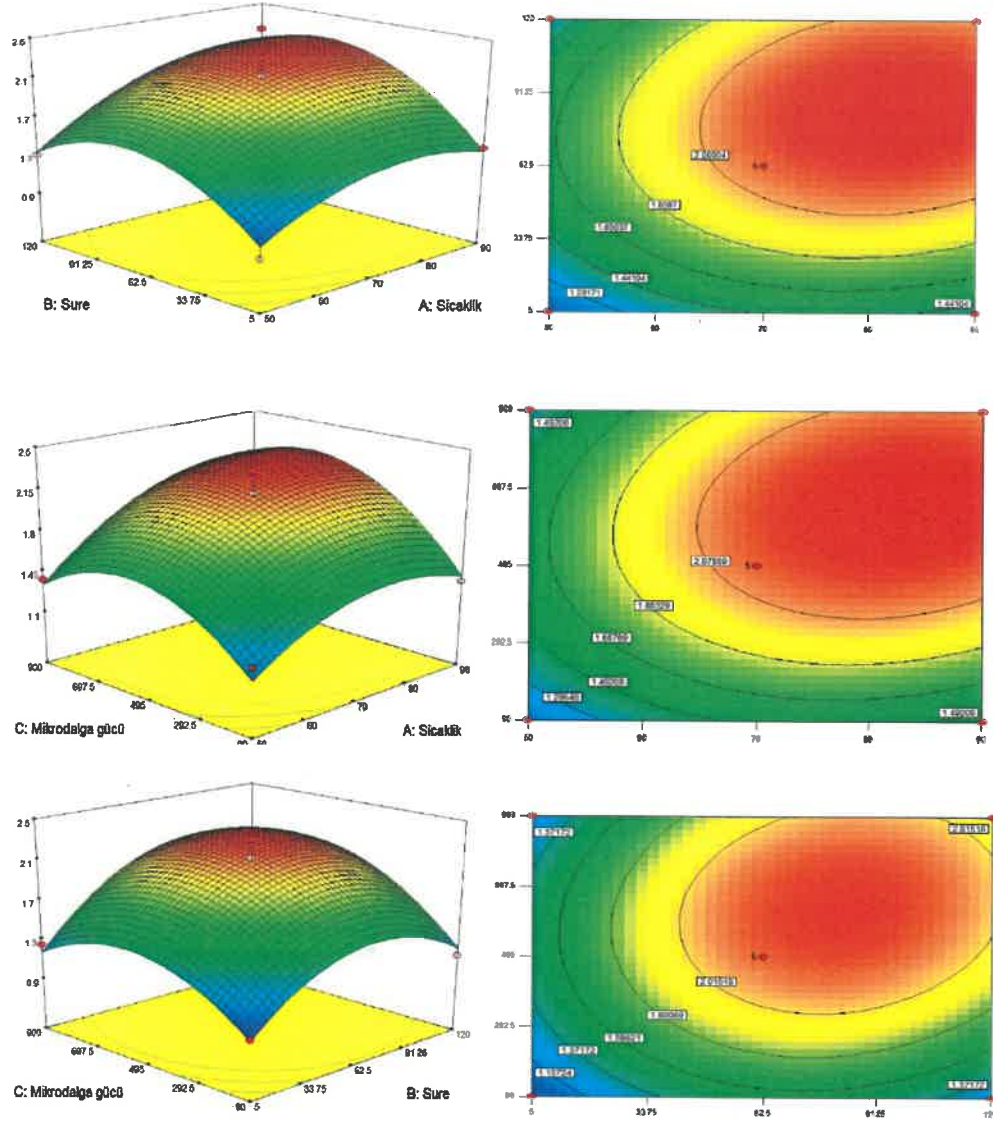
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	3.64	9	0.40	19.61	0.0004**	
A-Sıcaklık	0.61	1	0.61	29.59	0.0010**	
B-Süre	0.54	1	0.54	26.39	0.0013**	
C-Ultrason gücü	0.42	1	0.42	20.58	0.0027**	
AxB	0.044	1	0.044	2.13	0.1880	
AxC	0.051	1	0.051	2.49	0.1588	
BxC	0.054	1	0.054	2.63	0.1488	
A ²	0.28	1	0.28	13.44	0.0080**	
B ²	0.79	1	0.79	38.34	0.0004**	
C ²	0.65	1	0.65	31.67	0.0008**	
Uyum eksikliği	0.071	3	0.024	1.29	0.3931	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9618	0.9128	0.6699	8.79	1.25	10.912

** , $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge 4.27’de verilen ANOVA sonuçlarına göre, model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 10.912 olarak belirlenmiş olup bu değer 4’ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.96 ve 0.91 olarak tespit edilmiştir. Belirlenen bu değerlerin 1’e yakın olması elde edilen denklemin deneysel verileri temsil etmekte ne kadar başarılı olduğunu göstermektedir. Liquiritin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.14) elde edilmiştir.

$$\text{Liquiritin (g/100 g KM)} = +2.14 + 0.28 * A + 0.26 * B + 0.23 * C - 0.26 * A^2 - 0.43 * B^2 - 0.39 * C^2 \quad (\text{Eşitlik 4.14})$$

Şekil 4.14’de verilen liquiritin miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde optimizasyon için bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve ultrason gücünün liquiritin miktarı üzerine etkileri gözlemlenmiştir. Verilen şekil incelendiğinde, ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve ultrason gücünün artması ile ise ekstraktların liquiritin içeriğinin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.14. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların liquiritin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Deneme desenine göre elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerinin ANOVA sonuçlarına ait istatistiksel veriler Çizelge 4.28’de verilmiş, bağımsız değişkenlerin formononetin miktarı üzerindeki etkisinin verildiği izdüşüm eğrisi ise Şekil 4.15’de gösterilmiştir. Çizelge 4.28 incelendiğinde modelin önemli, uyum eksikliğinin ise önemsiz olduğu görülmektedir. Formononetin miktarı üzerinde sıcaklığın, sürenin istatistiki açıdan $p < 0.05$ önem düzeyinde, ultrases gücünün ise $p < 0.01$ düzeyinde etkisi olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.28. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin içeriklerine ait ANOVA sonuçları

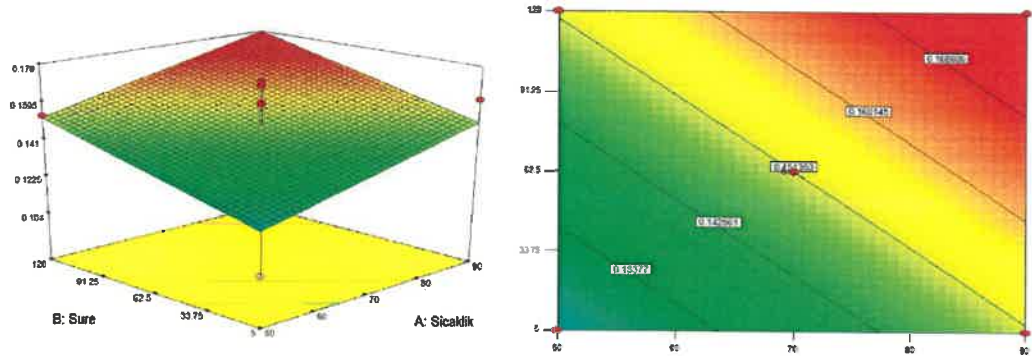
Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F Değeri	P Değeri	
Model	5.062E-003	3	1.687E-003	9.70	0.0013**	
A-Sıcaklık	1.326E-003	1	1.326E-003	7.62	0.0162*	
B-Süre	1.458E-003	1	1.458E-003	8.38	0.0125*	
C-Ultrasonikasyon gücü	2.278E-003	1	2.278E-003	13.09	0.0031**	
Uyum eksikliği	1.983E-003	9	2.203E-004	3.16	0.1399	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Linear	0.6912	0.6199	0.4541	8.71	0.003	9.495

*, $p < 0.05$ seviyesinde, **, $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

ANOVA sonuçlarına göre (Çizelge 4.28), model denkleminin yeterli kesinliğini gösteren sinyal-gürültü oranı 9.495 olarak belirlenmiş olup bu değer 4'ün üzerinde olması modeli doğrulayan denklemin yeterli olduğunu göstermektedir. Önerilen model denkleminin R² ve R²_{dzl} değerleri sırasıyla 0.69 ve 0.62 olarak tespit edilmiştir. formononetin içeriği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları düzenlenmiş ve modelin matematiksel ifade edilmesi için Eşitlik (4.15) elde edilmiştir.

$$\text{Formononetin (g/100 g KM)} = +0.15 + 0.013 \cdot A + 0.013 \cdot B + 0.017 \cdot C \quad (\text{Eşitlik 4.15})$$

Şekil 4.15'de verilen formononetin miktarının değişimine ait izdüşüm eğrileri incelendiğinde optimizasyon için bağımsız değişkenler olan ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve ultrason gücünün formononetin miktarı üzerine etkileri gözlemlenmiştir. Verilen şekil incelendiğinde, ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve ultrason gücünün artması ile ise ekstraktların formononetin içeriğinin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.15. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların formononetin miktarlarının ekstraksiyon sıcaklığı ve süresine bağlı izdüşüm eğrileri

Yukarıda verilen cevaplar kullanılarak program tarafından oluşturulan ve istenebilirlik değerleri yüksek olan çözümler Çizelge 4.29'da verilmiştir.

Çizelge 4.29. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların meyan kökü bileşenleri (g/100 g KM)

Çözümler	Sıcaklık	Süre	Ultrasonikasyon gücü	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	İstenebilirlik
1	90.493	77.052	650.017	1.000	2.310	0,175	0.97
2	90.511	77.217	647.909	1.000	2,310	0.174	0.97
3	90.601	77.140	653.891	1.000	2.310	0.175	0.97

Çizelge 4.30. Ultrasonik yöntemle su kullanılarak elde edilen ekstraktların meyan kökü bileşenlerinin optimum noktalarda doğrulama deney sonuçları (g/100 g KM)

Cevaplar	Sıcaklık	Süre	Ultrasonikasyon gücü	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin	
Glisirizik asit	90.60	77.14	653.89	Tahminlenen değer	1.000	2.310	0.175
Liquiritin	90.60	77.14	653.89	Deneyisel değer	1.009	2.319	0.178
Formononetin	90.60	77.14	653.89	Hata (%)	0.89	0.39	1.69

Hata (%) = ((d_{deneyisel}-d_{tahminlenen})/d_{deneyisel})x100

Gerçekleştirilen doğrulama denemelerinin sonuçları Çizelge 4.30'da verilmiştir. DeneySEL sonuçların, programın önerdiği modelde tahminlenen değerlere oldukça yakın ve belirlenen hata değerinin %10'un altında olduğu görülmüştür.

4.2. Meyan kökü bileşenlerinin geleneksel yöntemle su ile yapılan ekstraksiyonunun kinetik parametreleri

Meyan kökünün biyoaktif bileşenlerinin geleneksel yöntemle ekstraksiyonun süreye bağlı kinetik parametrelerinin tahminlenebilmesi için elde edilen verilerin dört farklı modele uygunluğu test edilerek modele özgü bazı veriler elde edilmiştir (Çizelge 4.31). Matematiksel modellerin uygunluğu Düzeltmiş R² (R²_{Düz}) ve hata kareler ortalaması (RMSE) değerleri kullanılarak test edilmiştir. En uygun model, en yüksek R²Adj ve en düşük RSME değerine sahip model olarak değerlendirilmiştir. Bu sonuçlara göre Çizelge 4.31 incelendiğinde liquiritin için R²_{Düz} 0.0502-0.9702, RMSE değeri ise 0.552-0.2217 arasında; formomonetin bileşeni için R²_{Düz} 0.5723-0.9861, RMSE değeri 0.028-0.0153 arasında; glisirizik asit bileşeni için R²_{Düz} 0.5735-0.9875, RMSE değeri 0.0115-0.0670 arasında değiştiği görülmektedir.

Bu sonuçlara göre test edilen biyoaktif bileşenlerin hepsi için meyan kökü ekstraksiyonunu en iyi ifade eden modelin Two-site kinetik model olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.31. Modellere ait düzeltilmiş R² ve RMSE değerleri

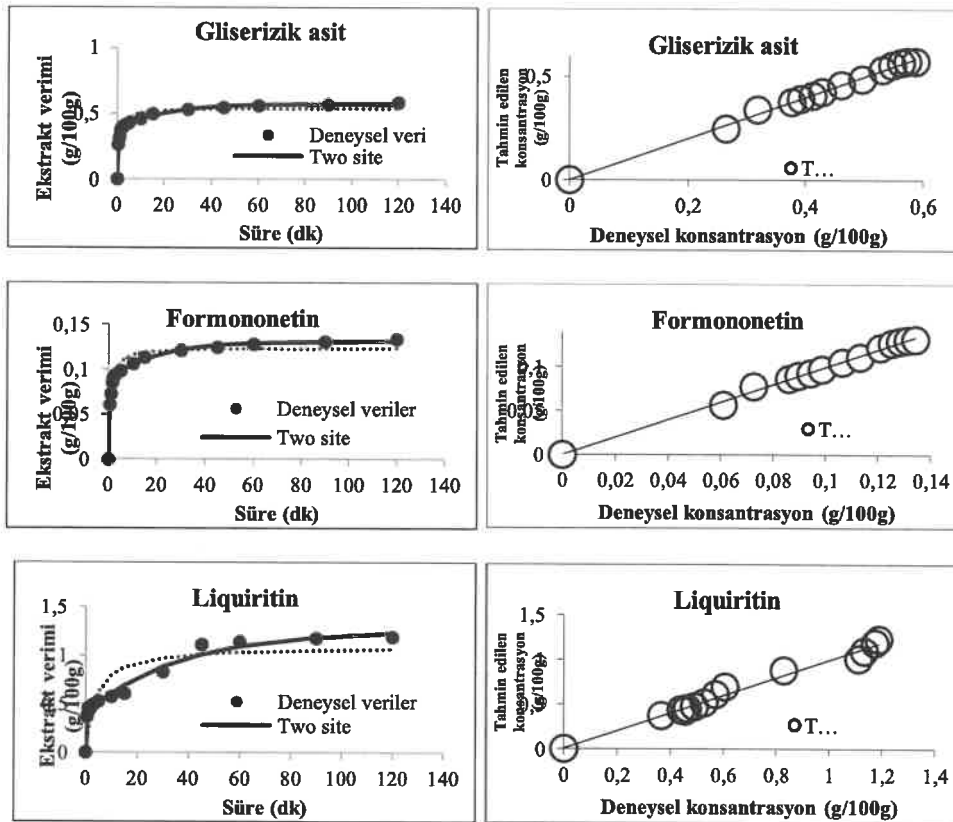
	First order		Two-site kinetik model		Modified Gompertz		Peleg's model	
	R ² _{Düz}	RMSE	R ² _{Düz}	RMSE	R ² _{Düz}	RMSE	R ² _{Düz}	RMSE
Liquiritin	0.5202	0.2217	0.9702	0.0552	0.7525	0.1592	0.7004	0.1752
Formononetin	0.7103	0.0126	0.9861	0.0028	0.5723	0.0153	0.9049	0.0072
Glisirizik asit	0.7049	0.0558	0.9875	0.0115	0.5735	0.0670	0.9009	0.0323

Meyan kökünün ekstraksiyonunda uygunluğu araştırılan modellere ait model katsayıları Çizelge 4.32’ de verilmiştir. Çizelge 4.32 incelendiğinde meyan kökü bileşenlerinin ekstraksiyonunu en iyi ifade eden Two-site kinetik modelin hızlı (K_1) ve yavaş (K_2) ekstraksiyon katsayıları liquiritin için sırasıyla 0.0270 dk^{-1} ve 4.5064 dk^{-1} olarak, formononetin için 0.0531 dk^{-1} ve 2.0335 dk^{-1} , glisirizik asit için ise 0.0530 dk^{-1} ve 2.0490 dk^{-1} olarak belirlenmiştir.

Çizelge 4.32. Modellere ait bazı kinetik parametreler (Geleneksel/ Su)

	Liquiritin	Formononetin	Glisirizik asit
Two-site kinetic model			
C_{eq} (g/100g)	1.2614	0.1315	0.5751
F	0.6797	0.3379	0.3407
K_1 (min^{-1})	0.0270	0.0531	0.0530
K_2 (min^{-1})	4.5064	2.0335	2.0490

Bileşenlerin su kullanılarak gerçekleştirilen ekstraksiyonunun kinetik parametrelerini tahminlemede en uygun iki model olan Two-site ve Peleg’s modellerine ait deneysel veriler kullanılarak hesaplanan grafikler Şekil 4.16’ da gösterilmiştir.



Şekil 4.16. Ekstraksiyon kinetiğine ait grafikler

4.3. Ekstraktların ultrafiltrasyon yöntemiyle zenginleştirilmesi

Geleneksel yöntemle optimum şartlarda elde edilen ekstraktlar 10, 30, 50 ve 100 kDa membranlardan geçirilmiş, elde edilen retentant ve permeattaki biyoaktif bileşenlerin miktarı Çizelge 4.33'de verilmiştir.

Çizelge 4.33. Ekstrakt, retentant ve permeattaki meyan kökü bileşenleri (g/100 g KM)

	Glisirizik asit	Liquiritin	Formononetin
Ekstrakt	0.79±0.01	1.56±0.05	0.18±0.00
10 kDa Retentant	2.68±0.29	3.54±0.35	0.41±0.02
10 kDa Permeat	0.14±0.01	0.89±0.01	0.03±0.00
30 kDa Retentant	2.11±0.16	3.00±0.06	0.36±0.01
30 kDa Permeat	0.31±0.07	1.04±0.02	0.07±0.02
50 kDa Retentant	1.86±0.08	2.60±0.03	0.33±0.01
50 kDa Permeat	0.36±0.00	1.05±0.04	0.08±0.00
100 kDa Retentant	1.38±0.08	2.39±0.03	0.27±0.01
100 kDa Permeat	0.53±0.04	1.22±0.01	0.12±0.01

Farklı ayırma sınırına sahip filtrelerden geçirilen meyan kökü ekstraktlarının glisirizik asit, liquiritin, formononetin miktarları kullanılan filtrelerin ayırma sınırı değerine bağlı olarak ayrı ayrı değerlendirilmiştir. Permeata geçen madde miktarı, farklı ayırma sınırına sahip filtrelerde gözenek çapı büyüdükçe artmıştır. Permeata geçen glisirizik asit miktarı, farklı ayırma sınırına sahip filtrelerin gözenek çapı büyüdükçe yaklaşık 4 kat artarak 0.14 g/100 g KM değerinden 0.53 g/100 g KM değerine yükselmiştir. Aynı durum liquiritin ve formononetin bileşiklerinde de geçerli olup, filtrelerin gözenek çapı büyüdükçe ürünlerin permeata geçen miktarı artış göstermiştir.

Meyan kökü ekstraktında bulunan glisirizik asit, liquiritin formononetin miktarlarının ultrafiltrasyon sonucu retentantta kalan miktarlarının gösterildiği Şekil 4.17-4.18-4.19'da gösterilmiştir. Verilen şekiller incelendiğinde farklı ayırma sınırına sahip filtrelerin gözenek çapı büyüdükçe retentantta kalan bileşiklerin miktarında azalış olduğu saptanmıştır. Gözenek çapı büyüdükçe bileşenlerin permeata geçen miktarlarının artıp, retentantta kalan miktarlarının azaldığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.34. UF ile zenginleştirilmiş meyan kökü ekstraktlarının (retentant) biyoaktif bileşenlerinin ortalamalarına ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	Glisirizik asit			Liquiritin			Formononetin		
	SD	KO	F değeri	SD	KO	F değeri	SD	KO	F değeri
Membran Boyutu	4	4.11	20.30**	4	1.08	20.95**	4	0.06	43.85**
Hata	5	0.24		5	0.05		5	0.00	

** $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder. KO: Kareler Ortalaması; SD: Serbestlik Derecesi

Varyans analiz sonuçlarının verildiği Çizelge 4.34 incelendiğinde, membran boyutunun retentanttaki biyoaktif bileşenlerin miktarı üzerine istatistiki açıdan önemli ($p<0.01$) etkisinin olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.35. UF ile zenginleştirilmiş meyan kökü ekstraktlarının (retentant) biyoaktif bileşenlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Membran Boyutu	10 Kda	30 Kda	50 Kda	100 Kda	Kontrol
Glisirizik asit	3.54±0.35 ^a	3.00±0.06 ^{a,b}	2.60±0.02 ^{b,c}	2.39±0.03 ^c	1.56±0.05 ^d
Liquiritin	2.68±0.29 ^a	2.11±0.16 ^{a,b}	1.86±0.08 ^{b,c}	1.38±0.08 ^c	0.79±0.00 ^d
Formononetin	0.40±0.24 ^a	0.36±0.12 ^b	0.33±0.00 ^b	0.28±0.01 ^c	0.17±0.00 ^d

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir. Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre (Çizelge 4.35), retentanttaki biyoaktif bileşenlerin miktarının filtrelerin gözenek çapı arttıkça azaldığı belirlenmiştir.

4.3.1. Meyan kökü ekstraktlarının püskürterek kurutulması

4.3.1.1. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının kurutma verimi

Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kurutma verimi değerleri Çizelge 4.36'da verilmiştir. Çizelge 4.36 incelendiğinde örneklerin kurutma verimi değerlerinin %50.77-71.52 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük kurutma verimi (%50.77) taşıyıcı madde olarak %100 peyniraltı suyu proteini (PSP) kullanılarak 160°C'de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenirken, en yüksek kurutma verimliliği (%71.52) ise %100 maltodekstrin (MD) kullanılarak 140 °C'de kurutularak elde edilen örneklerde belirlenmiştir. Nitekim Young vd. (1993) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, püskürterek kurutma yöntemi ile süt yağının mikrokapsüle edilmesinde peyniraltı suyu proteini kullanım oranının artması ile kurutma veriminin düştüğü rapor edilmiştir. Avokado yağının püskürterek kurutucuda mikroenkapsülasyonu üzerine gerçekleştirilen bir çalışmada, taşıyıcı materyal olarak peyniraltı suyu proteini ve maltodekstrin kullanılmış ve maltodekstrin kullanım oranının artması ile kurutma veriminin arttığı bildirilmiştir (Bae ve Lee 2008).

Çizelge 4.36. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kurutma verimi değerleri (%)

Sıcaklık	Taşıyıcı Oranı (MD:PSP)	Kurutma Verimi (%)
120 °C	0:2	70.73±0.78
	1:1	58.99±0.66
	2:0	70.31±1.98
140 °C	0:2	66.50±2.49
	1:1	68.58±0.33
	2:0	71.52±2.32
160 °C	0:2	50.77±3.14
	1:1	65.28±2.87
	2:0	67.81±3.73

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Çizelge 4.37' de verilen püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen meyan kökü tozunun taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kurutma verimi değerlerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde, örneklerin kurutma verimi değerleri üzerinde taşıyıcı madde oranı, kurutma sıcaklığı ve her iki uygulamanın etkisinin istatistiki açıdan önemli ($p<0.05$) olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.37. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kurutma verimi değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	93.23	6.04*
Kurutma Sıcaklığı	2	106.23	6.87*
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	98.75	6.39*
Hata	9	15.45	

(*), $P<0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder. KO: Kareler Ortalaması; SD: Serbestlik Derecesi

Çizelge 4.38'de meyan kökü tozlarının taşıyıcı madde oranı ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kurutma verimi değerleri ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları verilmiştir. Çizelge incelendiğinde taşıyıcı madde olarak maltodekstrin kullanımının artmasıyla kurutma verimi değerlerinin arttığı, bu artışın istatistiki açıdan önemli olduğu ve %72.24 ile en yüksek kurutma veriminin %100 maltodekstrin kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarında hesaplandığı görülmektedir. Kurutma giriş sıcaklığı bakımından en düşük kurutma veriminin 160 °C'de kurutulan örneklerde olduğu, en yüksek verimin ise 140 °C'de kurutulan örneklerde belirlendiği görülmüştür.

Çizelge 4.38. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kurutma verimi değerlerinin (%) ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi Sonuçları

Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	0:2	1:1	2:0
	64.62 ^b ±3.77	66.64 ^b ±2.73	72.23 ^a ±1.77
Kurutma sıcaklığı	120 °C	140 °C	160 °C
	66.67 ^b ±2.68	72.50 ^a ±1.34	64.33 ^b ±3.87

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir. Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

4.3.1.2. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun çözünürlük değişimi

Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak çözünürlük değerleri Çizelge 4.39'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde örneklerin çözünürlük değerlerinin %93.10-98.02 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük çözünürlük değeri (%93.10) taşıyıcı madde oranı olarak %50 MD-%50 PSP kullanılarak 120°C'de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenirken, en yüksek çözünürlük değeri (%98.01) ise %100 PSP kullanılarak 160 °C'de kurutulmuş elde edilen örneklerde belirlenmiştir.

Çizelge 4.39. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak çözünürlük değerleri (%)

Sıcaklık	Taşıyıcı Oranı (MD:PSP)	Çözünürlük (%)
120 °C	0:2	97.44±0.56
	1:1	93.09±1.63
	2:0	97.24±0.03
140 °C	0:2	95.94±0.16
	1:1	97.91±0.15
	2:0	96.28±0.09
160 °C	0:2	98.01±0.21
	1:1	97.47±1.56
	2:0	94.77±0.65

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Çizelge 4.40'ta verilen meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak çözünürlük değerlerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde örneklerin çözünürlük değerleri üzerinde taşıyıcı madde oranı ve kurutma sıcaklığının bir etkisi bulunmazken, her iki uygulamanın interaksyonunun istatistikî açıdan önemli ($p<0.01$) bir etkisi olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.40. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak çözünürlük değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	2.03	1.55
Kurutma Sıcaklığı	2	1.29	0.99
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	9.14	6.94**
Hata	9	1.31	

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Meyan kökü tozlarının çözünürlük değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları Çizelge 4.41’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde taşıyıcı madde olarak maltodekstrin kullanımının artmasıyla çözünürlük değerlerinin azaldığı görülmektedir. Ancak duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde; kurutma giriş sıcaklığına ve taşıyıcı oranına bağlı olarak üretilen meyan kökü tozlarının çözünürlük değerlerinde istatistiki olarak fark olmadığı görülmektedir. Nitekim, linoleik asitin püskürterek kurutucuda kapsülendiği bir çalışmada taşıyıcı materyal olarak maltodekstrin ve peyniraltı suyu proteini kullanılmış ve bu taşıyıcıların elde edilen tozların çözünürlüğü üzerine etkisinin istatistiki olarak bir fark oluşturmadığı belirtilmiştir (Choi vd 2010).

Çizelge 4.41. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak çözünürlük değerlerinin (%) ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

	0:2	1:1	2:0
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	97.13±0.423	96.16±1.13	96.09±0.48
	120 °C	140 °C	160 °C
Kurutma sıcaklığı	95.92±1.00	96.71±0.39	96.75±0.77

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

4.3.1.3. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozunun nem miktarı ve su aktivitesi değişimi

Nem miktarı ve su aktivitesi toz ürünlerin depolama stabilitesi açısından önem taşımaktadır. Su aktivitesi değerinin 0.65’nin altında olması ürünlerin mikrobiyal açıdan güvenli olması için yeterli olup, enzimatik reaksiyonlar, Maillard reaksiyonları gibi enzimatik olmayan reaksiyonlar ve lipid oksidasyonu gibi diğer kimyasal ve biyokimyasal değişimler için 0.2-0.3 su aktivitesi değeri güvenilir aralık olarak kabul edilmektedir (Cemeroğlu 1999). Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak nem miktarı ve su aktivitesi değerleri çizelge 4.42’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde örneklerin nem miktarı değerlerinin %7.18-9.66 arasında, su aktivitesi değerlerinin ise 0.23-0.28 değerleri arasında değiştiği görülmektedir. En düşük nem miktarı değeri (%7.18) taşıyıcı madde olarak %100 PSP kullanılarak 120 °C’de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenirken; en düşük su aktivitesi değeri (0.23) ise %50 PSP-%50 MD kullanılarak 160 °C’de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenmiştir. En yüksek nem miktarı (%9.66) %100 PSP kullanılarak 160 °C’de kurutulmuş elde edilen örneklerde belirlenirken, en yüksek su aktivitesi ise (0.28) %50 PSP, %50 MD kullanılarak 120 °C’de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenmiştir.

Çizelge 4.42. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak nem miktarı (%) ve su aktivitesi değerleri

Sıcaklık	Taşıyıcı Oranı (MD:PSP)	Nem miktarı (%)	Su aktivitesi
120 °C	0:2	7.18±0.63	0.25±0.05
	1:1	8.11±0.08	0.28±0.01
	2:0	7.44±0.17	0.28±0.01
140 °C	0:2	9.08±0.37	0.25±0.07
	1:1	7.81±0.11	0.25±0.00
	2:0	8.34±0.34	0.24±0.05
160 °C	0:2	9.66±0.90	0.25±0.04
	1:1	7.49±0.33	0.23±0.03
	2:0	7.92±0.50	0.24±0.00

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Çizelge 4.43' te verilen püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak nem miktarı değerlerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde örneklerin nem miktarı değerleri üzerinde taşıyıcı madde oranı ve kurutma sıcaklığının istatistiki açıdan önemli ($p<0.05$) olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.43. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak nem miktarı değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	2.39	5.32*
Kurutma Sıcaklığı	2	2.28	5.09*
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	1.29	2.88
Hata	9	0.45	

(*), $p<0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder. KO: Kareler Ortalaması; SD: Serbestlik Derecesi

Meyan kökü tozlarının nem miktarı değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları Çizelge 4.44'te verilmiştir. Çizelge incelendiğinde %9,02 ile en yüksek nem miktarı değerinin %100 PSP kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının; en düşük nem miktarı değerinin ise %7.85 ile %50 MD-%50 PSP kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının olduğu görülmektedir. Kurutma giriş sıcaklığına göre ise en düşük nem miktarının 120 °C'de ve en yüksek nem miktarının 160 °C'de kurutulan örneklerde olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.44. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak nem miktarı değerlerinin (%) ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

	0:2	1:1	2:0
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	9.02 ^a ±0.59	7.85 ^b ±0.11	8.04 ^b ±0.31
	120 °C	140 °C	160 °C
Kurutma sıcaklığı (°C)	7.70 ^b ±0.22	8.28 ^{ab} ±0.25	8.94 ^a ±0.59

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $P<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir. Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Çizelge 4.45' te verilen püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak su aktivitesi değerlerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde örneklerin su aktivitesi değerleri üzerinde taşıyıcı madde oranı, kurutma sıcaklığı ve her iki uygulamanın interaksiyonunun etkisinin istatistiki açıdan önemli ($P>0.05$) olmadığı görülmektedir.

Çizelge 4.45. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak su aktivitesi değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	0.000	0.01
Kurutma Sıcaklığı	2	0.001	0.46
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	0.000	0.10
Hata	9	0.003	

Meyan kökü tozlarının su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları Çizelge 4.46'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde % 0.25 ile en düşük su aktivitesi değerinin %100 PSP kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının; en yüksek su aktivitesi değerinin ise 0.25 ile %50 MD-%50 PSP ve %100 MD kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının olduğu görülmektedir. Kurutma giriş sıcaklığına göre ise, en düşük su aktivitesinin 160 °C'de kurutulan örneklerde olduğu, bu değer en yüksek ise 120 °C'de kurutulan örneklerde belirlendiği görülmüştür.

Çizelge 4.46. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

	0:2	1:1	2:0
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	0.25±0.02	0.25±0.01	0.25±0.01
	120 °C	140 °C	160 °C
Kurutma sıcaklığı (°C)	0.27±0.01	0.25±0.02	0.24±0.01

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

4.3.1.4. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının kitle yoğunluğu değişimi

Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerleri Çizelge 4.47'de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde örneklerinin kitle yoğunluğu değerlerinin 385.46-435.86 kg/m³ arasında değiştiği görülmektedir. En düşük kitle yoğunluğu değeri (385.460 kg/m³) taşıyıcı madde olarak %50 PSP-%50 MD kullanılarak 160 °C'de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenirken, en yüksek kitle yoğunluğu (435.860 kg/m³) ise %100 MD kullanılarak 120 °C'de kurutularak elde edilen örneklerde belirlenmiştir. Bae ve Lee (2008) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada avokado yağının mikroenkapsüle edildiği bir çalışmada toz ürünlerin kitle yoğunluğunun maltodekstrin kullanım oranının artması ile yükseldiği belirlenmiştir.

Çizelge 4.47. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerleri (kg/m³)

Sıcaklık	Taşıyıcı Oranı (MD:PSP)	Kitle yoğunluğu (kg/m ³)
120 °C	0:2	391.81±4.36
	1:1	429.70±12.43
	2:0	435.86±5.98
140 °C	0:2	396.35±10.20
	1:1	398.19±2.40
	2:0	401.68±5.30
160 °C	0:2	423.16±15.41
	1:1	385.46±0.23
	2:0	390.73±4.90

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Çizelge 4.48' de verilen püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerlerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde örneklerin kitle yoğunluğu değerleri üzerinde her iki uygulamanın interaksyonunun etkisinin istatistikî açıdan önemli ($p<0.01$) olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.48. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	558.52	4.10
Kurutma Sıcaklığı	2	562.18	4.13
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	1203.38	8.83**
Hata	9	136.25	

(**), $p<0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder. KO: Kareler Ortalaması; SD: Serbestlik Derecesi

Meyan kökü tozlarının kitle yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları Çizelge 4.49'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde taşıyıcı madde olarak MD kullanımının artmasıyla kitle yoğunluğu değerlerinin arttığı, bu artışın istatistikî açıdan önemli olduğu ve 420.81 kg/m³ ile en yüksek kitle yoğunluğu değerinin %100 MD kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının olduğu görülmektedir. Kurutma giriş sıcaklığına göre ise, en düşük kitle yoğunluğunun 160°C'de kurutulan örneklerde olduğu, bu değer en yüksek ise 120°C'de kurutulan örneklerde belirlendiği görülmüştür.

Çizelge 4.49. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak kitle yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi Sonuçları

	0:2	1:1	2:0
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	403.77 ^b ±7.88	404.45 ^b ±8.93	420.81 ^a ±9.84
	120 °C	140 °C	160 °C
Kurutma sıcaklığı (°C)	419.12 ^a ±9.47	410.13 ^{ab} ±8.71	399.78 ^b ±8.53

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir. Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

4.3.1.5. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının renk değerlerinin değişimi

Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerleri Çizelge 4.50’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde örneklerinin L değerlerinin 75.05-76.78, a değerlerinin 3.17-3.87, b değerlerinin 18.16-21.82 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük renk L değeri (75.05) taşıyıcı madde olarak %100 PSP kullanılarak 120°C’de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde, en düşük a değeri (3.17) taşıyıcı madde olarak %100 MD kullanılarak 160°C’de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde, en düşük b değeri (18.16) ise taşıyıcı madde olarak %100 PSP kullanılarak 140°C’de kurutma işleminin uygulandığı örneklerde belirlenmiştir. En yüksek renk L değeri (76.78) %50 MD-%50 PSP kullanılarak 140°C’de kurutulmuş elde edilen örneklerde, en yüksek a değeri (3.87) %100 peyniraltı suyu proteini (PSP) kullanılarak 120°C’de kurutulmuş elde edilen örneklerde, en yüksek b değeri (21.82) ise %100 MD kullanılarak 140°C’de kurutulmuş elde edilen örneklerde belirlenmiştir.

Çizelge 4.50. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü ekstraktının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerleri

Sıcaklık	Taşıyıcı Oranı (MD:PSP)	L	a	b
120 °C	0:2	75.05±0.29	3.87±0.22	18.59±0.37
	1:1	75.87±0.20	3.64±0.10	19.11±0.05
	2:0	75.37±0.20	3.51±0.00	21.59±0.44
140 °C	0:2	75.51±0.31	3.82±0.32	18.16±0.56
	1:1	76.78±0.13	3.49±0.09	19.04±0.26
	2:0	75.30±0.01	3.59±0.01	21.82±0.07
160 °C	0:2	76.17±0.43	3.74±0.10	18.23±0.11
	1:1	76.53±0.23	3.57±0.15	19.29±0.28
	2:0	76.01±0.01	3.17±0.00	20.69±0.01

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Çizelge 4.51’de verilen püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerlerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde örneklerin renk (L , a ve b) değerleri üzerinde taşıyıcı madde oranının istatistikî açıdan önemli ($p<0.01$) olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.51. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerlerine ait varyans analiz sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	L değeri		a değeri		b değeri	
		KO	F değeri	KO	F değeri	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	1.35	2.88	0.23	4.93*	14.84	80.88**
Kurutma Sıcaklığı	2	0.97	2.07	0.05	1.11	0.20	1.14
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	0.20	0.43	0.03	0.69	0.32	1.75
Hata	9	0.47		0.04		0.18	

(**), $p<0.01$ seviyesinde; (*), $p<0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder. KO: Kareler Ortalaması; SD: Serbestlik Derecesi

Meyan kökü tozlarının renk (L , a ve b) değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi Sonuçları Çizelge 4.52’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde 75.56 ile en düşük L değerinin %100 MD, en düşük a değerinin 3.42 ile %100 MD ve en düşük b değerinin ise 18.32 ile %100 PSP kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının olduğu görülmektedir. En yüksek L değerinin 76.39 ile %50 MD-%50 PSP, en yüksek a değerinin 3.81 ile %100 PSP ve en yüksek b değerinin ise 21.36 ile %100 MD kullanılarak elde edilen meyan kökü tozlarının olduğu görülmektedir. Kurutma giriş sıcaklığına göre ise, en düşük L değerinin 120°C’de, a değeri 160°C’de, b değeri ise 160°C’de kurutulan örneklerde olduğu görülmüştür. L değerinin en yüksek 160°C’de, a değerinin en yüksek 120 °C’de, b değerinin ise en yüksek 120°C’de kurutulan örneklerde belirlendiği görülmüştür.

Çizelge 4.52. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak renk (L , a ve b) değerleri ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

		0:2	1:1	2:0
L değeri	Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	75.58±0.375	76.39±0.24	75.56±0.18
	Kurutma sıcaklığı (°C)	120°C	140 °C	160 °C
a değeri	Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	3.81 ^a ±0.108	3.57 ^{ab} ±0.06	3.42 ^b ±0.08
	Kurutma sıcaklığı (°C)	3.67±0.09	3.63±0.10	3.49±0.11
b değeri	Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	18.32±0.197	19.14±0.11	21.36±0.24
	Kurutma sıcaklığı (°C)	120°C	140 °C	160 °C
		19.76±0.60	19.67±0.71	19.40±0.45

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir. Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

4.3.1.6. Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının biyoaktif bileşen miktarlarının değişimi

Püskürterek kurutulmuş meyan kökü tozlarının taşıyıcı madde ve kurutma giriş sıcaklığına bağlı olarak liquiritin, formononetin ve glisizik asit miktarları Çizelge 4.53’te verilmiştir.

Çizelge 4.53. Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen meyan kökü tozlarının liquiritin, formononetin ve glisirizik asit miktarları

Sıcaklık	Taşıyıcı Oran (MD:PSP)	Liquiritin	Formononetin	Glisirizik asit
120 °C	0:2	0.13±0.00	0.08±0.00	0.53±0.01
	1:1	0.12±0.00	0.08±0.00	0.53±0.00
	2:0	0.12±0.00	0.08±0.00	0.50±0.02
140 °C	0:2	0.14±0.01	0.08±0.00	0.51±0.00
	1:1	0.14±0.01	0.08±0.00	0.56±0.05
	2:0	0.14±0.01	0.08±0.00	0.59±0.02
160 °C	0:2	0.13±0.00	0.06±0.00	0.32±0.00
	1:1	0.13±0.00	0.06±0.00	0.29±0.00
	2:0	0.14±0.01	0.06±0.00	0.29±0.00

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu protein

Çizelge 4.54’de verilen püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak biyoaktif bileşen miktarlarına ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde, glisirizik asit ve formononetin miktarlarının kullanılan taşıyıcı oranından istatistiki açıdan önemli ($p<0.01$) düzeyde etkilendiği belirlenmiştir. Liquiritin miktarı üzerine ise taşıyıcı oranının istatistiki açıdan farklı bir önem ($p<0.05$) düzeyinde etkili olduğu saptanmıştır.

Çizelge 4.54. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak liquiritin miktarlarına ait varyans analiz sonuçları

Glisirizik asit			
Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	0.11	132.16**
Kurutma Sıcaklığı	2	0.00	0.16
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	0.00	2.30
Hata	9	0.00	
Formononetin			
Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	0.00	113.90**
Kurutma Sıcaklığı	2	0.00	0.99
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	0.00	0.67
Hata	9	0.00	
Liquiritin			
Varyasyon kaynakları	SD	KO	F değeri
Taşıyıcı oranı	2	0.00	4.30*
Kurutma Sıcaklığı	2	0.00	0.15
Taşıyıcı x Sıcaklık	4	0.00	0.39
Hata	9	0.00	

(*), $p<0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder. KO: Kareler Ortalaması; SD: Serbestlik Derecesi

Çizelge 4.55. Meyan kökü tozlarının kurutma sıcaklığı ve taşıyıcı madde oranına bağlı olarak biyoaktif bileşen miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Glisirizik asit			
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	0:2	1:1	2:0
	0.51 ^b ±0.011	0.56 ^a ±0.019	0.30 ^c ±0.005
Kurutma sıcaklığı (°C)	120 °C	140 °C	160 °C
	0.45±0.044	0.45±0.053	0.46±0.057
Formononetin			
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	0:2	1:1	2:0
	0.08 ^a ±0.001	0.08 ^a ±0.002	0.06 ^b ±0.000
Kurutma sıcaklığı (°C)	120 °C	140 °C	160 °C
	0.08±0.005	0.07±0.004	0.08±0.004
Liquiritin			
Taşıyıcı oranı (MD:PSP)	0:2	1:1	2:0
	0.12 ^b ±0.001	0.14 ^a ±0.004	0.13 ^{ba} ±0.003
Kurutma sıcaklığı (°C)	120 °C	140 °C	160 °C
	0.13 ^a ±0.004	0.13 ^a ±0.003	0.13 ^a ±0.004

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir. Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. MD: Maltodekstrin, PSP: Peyniraltı suyu proteini

Duncan çoklu karşılaştırma sonuçlarına göre (Çizelge 4.55), en yüksek glisirizik asit miktarının taşıyıcı oranı olarak %50 MD-%50 PSP kullanımının ve 160°C kurutma sıcaklığının uygulandığı kurutma denemelerine ait olduğu belirlenmiştir.

Formononetin miktarı açısından değerlendirildiğinde en yüksek formononetin miktarının taşıyıcı oranı olarak %100 MD ve %50 MD-%50 PSP kullanıldığı uygulamalara ait olduğu saptanmıştır. Kurutma sıcaklığında ise 120 ve 160°C kurutma sıcaklıklarında en yüksek formononetin miktarının elde edildiği gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.55'e göre en yüksek liquiritin miktarının, taşıyıcı materyal olarak %50 MD-%50 PSP kullanıldığı kurutma denemesine ait olduğu belirlenmiştir. Kurutma sıcaklığının değişiminin meyan kökü tozlarındaki liquiritin miktarını etkilemediği gözlemlenmiştir.

5. SONUÇLAR

Bu tez kapsamında meyan kökünde önemli miktarda bulunan glisirizik asit, liquiritin ve formononetinin ekstraksiyon şartları bazı değişkenler açısından optimize edilmiş, elde edilen ekstakt ultrafiltrasyon tekniğiyle zenginleştirilmiş ve püskürterek kurutma yöntemiyle toz forma dönüştürülerek ürünün bazı özellikleri belirlenmiştir. Yapılan bu çalışmalar sonrasında elde edilen bazı sonuçlar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir;

- Meyan kökünde bulunan glisirizik asitin geleneksel yöntemle su ile yapılan ekstraksiyon denemeleri sonucunda 0.897-1.335 g/100 g KM arasında ekstrakte edilebildiği görülmüş, elde edilen miktarlar metanol ile yapılan ekstraksiyonlar sonucu belirlenen miktarlardan yüksek bulunmuştur. Bu sonuçlar neticesinde tez kapsamında çalışılan faktörler açısından meyan kökünden glisirizik asit ekstraksiyonunda en uygun çözücünün su olduğu görülmüştür.
- Glisirizik asite benzer şekilde liquiritin ve formononetin için de en uygun çözücünün su olduğu görülmüş olup, su ile yapılan ekstraksiyonlar sonucu ekstrakttaki liquiritin miktarının 0.981-2.394 g/100 g KM arasında, formononetin miktarının ise 0.158-0.245 g/100 g KM arasında değiştiği belirlenmiştir.
- Ultrases destekli su ile yapılan ekstraksiyon sonucunda ise ekstrakttaki glisirizik asit miktarı 0.522-1.046 g/100 g KM arasında, liquiritin miktarı 0.901-2.310 g/100 g KM arasında, formononetin miktarı ise 0.106-0.173 g/100 g KM arasında belirlenmiş olup, ekstraksiyonun optimum şartları ise program tarafından 90 °C, 77 dakika ve 653 Watt olarak verilmiştir.
- Geleneksel yöntemle yapılan ekstraksiyonlarda optimum ekstraksiyon süresi >120 dakika olmasına rağmen, 653 Watt ultses gücünde bu sürenin 77 dakikaya azaldığı görülmüş olup, ultrases kullanımının ekstraksiyon süresini azalttığı sonucuna ulaşılmıştır.
- Geleneksel yöntemle su kullanılarak yapılan ekstraksiyon kinetiği çalışması sonucunda meyan kökü bileşenlerinin ekstraksiyonunu en iyi ifade eden Two-site kinetik modelin olduğu; modelde geçen hızlı (K_1) ve yavaş (K_2) ekstraksiyon katsayıları liquiritin için sırasıyla 0.0270 dk⁻¹ ve 4.5064 dk⁻¹ olarak, formononetin için 0.0531 dk⁻¹ ve 2.0335 dk⁻¹, glisirizik asit için ise 0.0530 dk⁻¹ ve 2.0490 dk⁻¹ olarak belirlenmiştir.
- Ultrafiltrasyon yöntemiyle 10, 30, 50 ve 100 kDa ayırma sınırlarına sahip membranlardan geçirilen ekstraktların retentant kısımlarında oransal olarak biyoaktif bileşenlerinin miktarının arttırıldığı, bu artışın en fazla 10 kDa ayırma sınırına sahip membranlarda elde edildiği sonucuna ulaşılmıştır.
- Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen meyan kökü tozlarının kurutma verimliliklerinin % 50.77-71.52 arasında olduğu, en yüksek verimin % 100 MD kullanılarak 140 C'de yapılan kurutma sonucunda elde edildiği sonucuna ulaşılmıştır.
- Elde edilen toz ürünlerin su aktivitesi değerlerinin 0.23-0.28 arasında olduğu görülmüştür. Toz ürünlerde 0.2-0.3 su aktivitesi aralığının kimyasal, biyokimyasal ve mikrobiyolojik değişimler için kritik ve güvenilir olduğu

bildirilmekte olup, elde edilen ürünlerin bu aralıkta olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

- Toz ürünlerin çözünürlük değerlerinin % 93 üzerinde, kitle yoğunluğu değerlerinin ise 385.46-435.86 kg/m³ arasında olduğu görülmüştür.
- 140 °C'de, 1:1 oranında MD:PSP kullanılarak yapılan kurutma sonucunda meyan kökünün biyoaktif bileşenlerinin en yüksek oranda kazanıldığı sonucuna ulaşılmıştır.

6. KAYNAKLAR

- Akan, H. ve Balos, M. 2008. GAP Bölgesi'nden toplanan meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra* L.) taksonunun ihracat durumu, etnobotanik özellikleri ve tıbbi önemi. *Fırat Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 20 (2): 233-241.
- Amagaya, S., Sugishita, E., Ogihara, Y., Ogawa, S., Okada, K. ve Aizawa, T. 1985. Separation and quantitative analysis of 18 α -glycyrrhetic acid and 18 β -glycyrrhetic acid in *Glycyrrhizae Radix* by gas/3-liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, 320 (2): 430-434.
- Azmir, J., Zaidul, I., Rahman, M., Sharif, K., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M., Ghafoor, K., Norulaini, N. ve Omar, A. 2013. Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, 117 (4): 426-436.
- Azwanida, N. 2015. A review on the extraction methods use in medicinal plants, principle, strength and limitation. *Med Aromat Plants*, 4 (196): 2167-0412.1000196.
- B, B. 1988. Meyan Kökünün Özütlenmesi ve Saflaştırılması İşlemleri. X. Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir.
- B, G. 2011. Keçiboynuzu pekmezinin püskürtmeli kurutucu ile kurutulması ve elde edilen tozların ekmek üretiminde kullanılması. Ege Üniversitesi / Fen Bilimleri Enstitüsü / Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir, 131ss.
- Baek, J.-Y., Lee, J.-M. ve Lee, S.-C. 2008. Extraction of nutraceutical compounds from licorice roots with subcritical water. *Separation and Purification Technology*, 63 (3): 661-664.
- Bhandari, B., Dumoulin, E., Richard, H., Noleau, I. ve Lebert, A. 1992. Flavor encapsulation by spray drying: application to citral and linalyl acetate. *Journal of Food Science*, 57 (1): 217-221.
- Bi, W., Tian, M. ve Row, K.H. 2010. Solid-phase extraction of liquiritin and glycyrrhizin from licorice using porous alkyl-pyridinium polymer sorbent. *Phytochemical analysis*, 21 (5): 496-501.
- Brglez Mojzer, E., Knez Hrnčič, M., Škerget, M., Knez, Ž. ve Bren, U. 2016. Polyphenols: extraction methods, antioxidative action, bioavailability and anticarcinogenic effects. *Molecules*, 21 (7): 901.
- Bruschi, M., Cardoso, M., Lucchesi, M.ve Gremião, M. 2003. Gelatin microparticles containing propolis obtained by spray-drying technique: preparation and characterization. *International journal of pharmaceutics*, 264 (1-2): 45-55.
- C., D. 2014. Ultrases pastörizasyon ve membran konsantrasyon yöntemlerinin karadut (*Morus nigra* L.) suyu konsantresi üretiminde uygulanabilirliğinin araştırılması. Akdeniz Üniversitesi, Doktora Tezi, 187s.
- C., İ.N. 2012. Nar kabuğu fenolik bileşiklerinin su ile ekstraksiyonu ve ekstraktların mikroenkapsülasyonu. Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 110 s.

- Cano-Chauca, M., Stringheta, P., Ramos, A. ve 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.
- Cassano, A., Marchio, M. ve Drioli, E. 2007. Clarification of blood orange juice by ultrafiltration: analyses of operating parameters, membrane fouling and juice quality. *Desalination*, 212 (1-3): 15-27.
- Charpe, T.W. ve Rathod, V.K. 2012. Extraction of glycyrrhizic acid from licorice root using ultrasound: process intensification studies. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 54 37-41.
- Cheel, J., Van Antwerpen, P., Tůmová, L., Onofre, G., Vokurková, D., Zouaoui-Boudjeltia, K., Vanhaeverbeek, M. ve Nève, J. 2010. Free radical-scavenging, antioxidant and immunostimulating effects of a licorice infusion (*Glycyrrhiza glabra* L.). *Food chemistry*, 122 (3): 508-517.
- Cheryan, M. 1998. Ultrafiltration and microfiltration handbook. CRC press s.
- Condón, S., Raso, J., Pagán, R., Barbosa-Cánovas, G., Tapia, M.ve Cano, M. 2005. Microbial inactivation by ultrasound. *Novel food processing technologies*, 423-442.
- Ç., K. 2013. Yüksek güçlü ultrases işleminin fermente süt içeceğinin fiziksel özelliklerine etkisi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 173s.
- Dai, J., Orsat, V., Raghavan, G.V. ve Yaylayan, V. 2010. Investigation of various factors for the extraction of peppermint (*Mentha piperita* L.) leaves. *Journal of Food Engineering*, 96 (4): 540-543.
- Damle, M. 2014. *Glycyrrhiza glabra* (Licorice)-a potent medicinal herb. *International Journal of Herbal Medicine*, 2 (2): 132-136.
- Djeridane, A., Yousfi, M., Nadjemi, B., Boutassouna, D., Stocker, P. ve Vidal, N. 2006. Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food chemistry*, 97 (4): 654-660.
- Duman, Ş.ve Özkal, B. Farklı Püskürtmeli Kurutucu Proses Parametreleri ve Çözelti Konsantrasyonunda ZnO Nanopartiküllerin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu. *Akademik Platform Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi*, 7 (2): 1-1.
- Durling, N.E., Catchpole, O.J., Grey, J.B., Webby, R.F., Mitchell, K.A., Foo, L.Y. ve 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.
- Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M.-E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.ve Dumoulin, E. 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 75 (1): 27-35.
- G., S. 2013. Kızılıcak püresinin püskürtmeli kurutucuda optimum kurutma parametrelerinin belirlenmesi. Ege Üniversitesi / Fen Bilimleri Enstitüsü / Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir, Yüksek Lisans Tezi.

- Ghafoor, K., Choi, Y.H., Jeon, J.Y. ve Jo, I.H. 2009. Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants, and anthocyanins from grape (*Vitis vinifera*) seeds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57 (11): 4988-4994.
- Ghafoor, K., Park, J. ve Choi, Y.-H. 2010. Optimization of supercritical fluid extraction of bioactive compounds from grape (*Vitis labrusca* B.) peel by using response surface methodology. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 11 (3): 485-490.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. ve Saurel, R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food research international*, 40 (9): 1107-1121.
- Gouin, S. 2004. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science & Technology*, 15 (7-8): 330-347.
- H., Ö.V. 2013. Fındık zarı ve keçiyoynuzu fenolik bileşiklerinin ve diyet lifinin ultrasonik ve klasik ekstraksiyon eldelerinin karşılaştırılması. Ege Üniversitesi, İzmir, Doktora Tezi, 187s.
- H., K.İ. 2014. Meyan (*Glycyrrhiza glabra* L.) bitkisinin anitoksidant enzim ve pigment içeriğinin belirlenmesi. Dicle Üniversitesi, Diyarbakır, 94.
- HARAGUCHI, H., YOSHIDA, N., ISHIKAWA, H., TAMURA, Y., MIZUTANI, K. ve KINOSHITA, T. 2000. Protection of mitochondrial functions against oxidative stresses by isoflavans from *Glycyrrhiza glabra*. *Journal of pharmacy and pharmacology*, 52 (2): 219-223.
- Hedayati, A. ve Ghoreishi, S. 2015. Supercritical carbon dioxide extraction of glycyrrhizic acid from licorice plant root using binary entrainer: experimental optimization via response surface methodology. *The Journal of Supercritical Fluids*, 100 209-217
- Hedayati, A. ve Ghoreishi, S. 2015. Supercritical carbon dioxide extraction of glycyrrhizic acid from licorice plant root using binary entrainer: experimental optimization via response surface methodology. *The Journal of Supercritical Fluids*, 100 209-217.
- Kemal 1987. Süzme Mekanizmalarının incelenmesi ve Meyan Kökü Ekstraktının Süzülmesine Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir.
- K, Ç. 2017. Palm yağı ve fraksiyonlarının püskürtmeli kurutucu ile mikroenkapsülasyonu. Erciyes Üniversitesi / Fen Bilimleri Enstitüsü / Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, 93ss.
- K, Ö. 2015. Geleneksel ve ultrasonik yöntemlerle kırmızı lahana antosiyaninlerinin ekstraksiyon koşullarının optimizasyonu. Gaziosmanpaşa Üniversitesi, 83s.
- Kähkönen, M.P., Hopia, A.I., Vuorela, H.J., Rauha, J.-P., Pihlaja, K., Kujala, T.S. ve Heinonen, M. 1999. Antioxidant activity of plant extracts containing phenolic compounds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 47 (10): 3954-3962.

- Khattak, K.F. ve Simpson, T.J. 2010. Effect of gamma irradiation on the antimicrobial and free radical scavenging activities of Glycyrrhiza glabra root. *Radiation Physics and Chemistry*, 79 (4): 507-512.
- Kiso, Y., Tohkin, M., Hikino, H., Hattori, M., Sakamoto, T.ve Namba, T. 1984. Mechanism of antihepatotoxic activity of glycyrrhizin, I: Effect on free radical generation and lipid peroxidation. *Planta Medica*, 50 (04): 298-302.
- Knorr, D., Zenker, M., Heinz, V.ve Lee, D.-U. 2004. Applications and potential of ultrasonics in food processing. *Trends in Food Science & Technology*, 15 (5): 261-266.
- Konak, Ü.İ., Certel, M. ve Helhel, S. 2009. Gıda sanayisinde mikrodalga uygulamaları. *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 4 (3): 20-31.
- M., B. 2011. Ultrases, fotosonikasyon ve vurgulu elektriksel alan işlemlerinin elma suyunun bazı kalite özelliklerine etkisi. Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Doktora Tezi, 129s.
- M., K. 2015. Farklı kurutma yöntemleri ile bal tozu üretim koşullarının optimize edilmesi ve depolama stabilitesinin belirlenmesi. Ege Üniversitesi / Fen Bilimleri Enstitüsü / Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir, Doktora Tezi.
- M.Y., K. 2017. Ginkgo biloba bitkisinin yapraklarından toplam fenoliklerin ve toplam flavonoidlerin ekstraksiyon koşullarının optimizasyonu. Uşak Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 94s.
- Majors, R.E. 1999. An overview of sample preparation methods for solids. *LC GC*, 17 (6S): S8-S13.
- Marle, C. 1981. Multiphase flow in porous media. *Éditions technip s.*
- McClements, D.J.ve Gunasekaran, S. 1997. Ultrasonic characterization of foods and drinks: Principles, methods, and applications. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 37 (1): 1-46.
- Mukhopadhyay, M. ve Panja, P. 2008. A novel process for extraction of natural sweetener from licorice (Glycyrrhiza glabra) roots. *Separation and Purification Technology*, 63 (3): 539-545.
- N, Ş. 2010. Aspir (Carthamus tinctorius L.) Tohumlarından Ham Yağ Ekstraksiyonu İçin Sokselet Ekstraksiyonuna Alternatif Hızlı Bir Metodun Optimizasyonu: Ultrason Destekli Ekstraksiyon. Yüksek Lisans Tezi, Sütçü İmam Üniversitesi, Kahramanmaraş.
- Naczki, M. ve Shahidi, F. 2004. Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A*, 1054 (1-2): 95-111.
- Nielsen, J.P. ve Munck, L. 2003. Evaluation of malting barley quality using exploratory data analysis. I. Extraction of information from micro-malting data of spring and winter barley. *Journal of Cereal Science*, 38 (2): 173-180.
- Onsekizoğlu, P. 2015. Membran Ayırma. Gıda Mühendisliğine Giriş, Nobel Akademik Yayıncılık, 645-674.
- Piyasena, P., Mohareb, E. ve McKellar, R. 2003. Inactivation of microbes using ultrasound: a review. *International journal of food microbiology*, 87 (3): 207-216

- S, A. 2018. Meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra* L.) şerbetinin asitlendirme ve yüksek basınç teknolojisi ile raf ömrünün arttırılması. Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Çanakkale, 122.
- S, D. 2016. Diyarbakır Yöresinde Doğal Olarak Yetişen Meyan Kökü (*Glycyrrhiza Glabra*) Bitkisinde Bazı Eser Elementlerin Spektroskopik Yöntemlerle Tayini. Yüksek Lisans Tezi. Fırat Üniversitesi, Diyarbakır.
- S., G. 2016. Yüksek Hidrostatik Basınç Uygulamasının Meyan Kökü Şerbetinin Sporlu Bakteri Yükü ve Fizikokimyasal Kalite Özellikleri Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Onsekiz Mart Üniversitesi, Çanakkale.
- S., Ö. 2010. Çilek meyvesinden doğal aroma bileşenlerinin katı faz ekstraksiyon sistemleriyle elde edilmesi ve karakterizasyonu. Erciyes Üniversitesi, Kayseri, Yüksek Lisans Tezi.
- Sabbioni, C., Mandrioli, R., Ferranti, A., Bugamelli, F., Saracino, M.A., Forti, G.C., Fanali, S. ve Raggi, M.A. 2005. Separation and analysis of glycyrrhizin, 18 β -glycyrrhetic acid and 18 α -glycyrrhetic acid in liquorice roots by means of capillary zone electrophoresis. *Journal of Chromatography A*, 1081 (1): 65-71.
- SAPPE, F., ARCHAVLIS, A., LATRIDES, M.-C. ve ARTAUD, J. 1993. Identification et dosage des acides 18 α et 18 β glycyrrhétiniques. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, 223-232 ss,
- Sharma, M. ve Agrawal, S. 2013. Impact of liquid loading in hydraulic fractures on well productivity. SPE hydraulic fracturing technology conference, ss,
- Torun, M., Dincer, C., Topuz, A., Sahin-Nadeem, H. ve Ozdemir, F. 2015. Aqueous extraction kinetics of soluble solids, phenolics and flavonoids from sage (*Salvia fruticosa* Miller) leaves. *Journal of food science and technology*, 52 (5): 2797-2805.
- Uma, D., Ho, C. ve Wan Aida, W. 2010. Optimization of extraction parameters of total phenolic compounds from henna (*Lawsonia inermis*) leaves. *Sains Malaysiana*, 39 (1): 119-128.
- Ü, Ü. 2016. Bazı tıbbi bitkilerin farklı ekstraksiyon koşullarında elde edilen özütlerinin antimikrobiyal etkilerinin belirlenmesi ve karşılaştırılması. Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Karaman.
- Wang, Y.-C., Chuang, Y.-C. ve Hsu, H.-W. 2008. The flavonoid, carotenoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan. *Food chemistry*, 106 (1): 277-284
- Y., D. 2004. Ratlarda Meyan Kökünün Oksidatif- Antioksidatif Sistem Üzerine Etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Harran Üniversitesi, Şanlıurfa.
- Z, K. 2013. Meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra*) ve karanfil (*Syzygium aromaticum*) baharatlarından elde edilen ekstraktların invitro antioksidan özelliklerinin araştırılması.
- Z., İ. Turunçgil meyve ve yapraklarının farklı ekstraksiyon yöntemleriyle ekstraksiyonu ve matematik modellemesi. İstanbul Üniversitesi, Doktora Tezi.
- Zhang, Q. ve Ye, M. 2009. Chemical analysis of the Chinese herbal medicine Gan-Cao (licorice). *Journal of Chromatography A*, 1216 (11): 1954-1969.

ÖZGEÇMİŞ

Melis ÖZGÜNER KABAK

melisozguner_91@hotmail.com



ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek lisans 2016-2019	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü/ Gıda Mühendisliği Bölümü/ Antalya
Lisans 2009-2013	Mustafa Kemal Üniversitesi Ziraat Fakültesi/ Gıda Mühendisliği Bölümü/ Hatay