



T.C.
TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

BAL KABAĞI KABUKLARINDAN ULTRASON DESTEKLİ
YÖNTEM İLE PEKTİN EKSTRAKSİYONU VE
KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Seda IŞIK

Danışman: Prof. Dr. Özlem AKPINAR

TOKAT-2022



Bu tez çalışması

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından 2021/66 nolu proje ile desteklenmiştir.

ETİK SÖZLEŞME

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. Özlem AKPINAR danışmanlığında hazırlamış olduğum “**Bal Kabağı Kabuklarından Ultrason Destekli Yöntem ile Pektin Ekstraksiyonu ve Karakterizasyonu**” adlı Yüksek Lisans tezinin bilimsel etik değerlere ve kurallara uygun, özgün bir çalışma olduğunu, aksinin tespit edilmesi halinde her türlü yasal yaptırımını kabul edeceğimi beyan ederim.

10/08/2022

Seda IŞIK

JÜRİ KABUL VE ONAY



ONAY

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdür

ÖZET

BAL KABAĞI KABUKLARINDAN ULTRASON DESTEKLİ YÖNTEM İLE PEKTİN EKSTRAKSİYONU VE KARAKTERİZASYONU

Işık, Seda

Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Özlem Akpınar

Ağustos 2022, xii + 115

Bu çalışmada, bal kabağı kabuklarından ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi ile pektin üretilmiş ve üretilen pektinin fizikokimyasal özellikleri klasik ekstraksiyon yöntemi ile üretilen pektinle karşılaştırılmıştır. İki ekstraksiyon yöntemi de pektin verimi için yanıt yüzey yöntemi ile optimize edilmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyon (UDE) için optimum ekstraksiyon koşulları, 10.6 ml/g sıvı/katı oranı, 33.42 dakika, 1.04 pH olarak belirlenmiştir. Klasik ekstraksiyon (KE) için optimum ekstraksiyon koşulları ise, 32.27 ml/g sıvı/katı oranı, 2.91 saat, 1.08 pH olarak belirlenmiştir. Bu optimum koşullarda elde edilen pektin verimleri, UDE için %9.02, KE için %12.19 olarak tespit edilmiştir. Her iki ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen pektinlerin FTIR analiz sonuçlarında yapılarının birbirleriyle benzer olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca iki yöntemle de elde edilen pektinlerin yüksek metoksilli pektin ($DE > 50$) olduğu belirlenmiştir. UDE yöntemi ile üretilen pektinin emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi KE yöntemi ile üretilen pektine göre daha yüksek bulunmuştur. KE ile üretilen pektinin köpük kapasitesi ve stabilitesi, UDE yöntemi ile üretilen pektine göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma bal kabağı kabuklarının pektin için hammadde olarak ve UDE yönteminin de balkabağı kabuklarından pektin izolasyonunda etkili bir şekilde kullanılabileceğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Pektin, Ekstraksiyon, Ultrason, Bal kabağı kabuğu, Atık

ABSTRACT

ULTRASOUND ASSISTED EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF PECTIN FROM PUMPKIN PEELS

Işık, Seda

Master's Thesis, Food Engineering Department

Advisor: Prof. Dr. Özlem Akpınar

August 2022, xii +115

In this study, pectin was produced from pumpkin peels by ultrasound assisted extraction method and the physicochemical properties of the produced pectin were compared with the pectin produced by the classical extraction method. Both extraction methods are optimized by the response surface method for the pectin yield. The optimum extraction conditions for ultrasound assisted extraction (UAE) were determined as 10.6 ml/g liquid/solid ratio, 33.42 minutes and pH 1.04. Optimum extraction conditions for classical extraction (CE) were determined as 32.27 ml/g liquid/solid ratio, 2.91 hours and pH 1.08. The pectin yields obtained at these optimum conditions were determined as 9.02% for UAE and 12.19% for CE. It was determined that the structures were similar to each other as results of the FTIR analysis of pectins obtained by both extraction methods. In addition, pectins obtained by both methods were determined to be high methoxyl pectin (DE>50). The emulsion activity and stability of pectin produced by the UDE method were found to be higher than the pectin produced by the KE method. The foam capacity and stability of pectin produced with CE were found to be higher than pectin produced by UAE method. This study showed that pumpkin peels can be used as a raw material for pectin and UAE method can be used effectively in the isolation of pectin from pumpkin peels.

Keywords: Pectin, Extraction, Ultrasound, Pumpkin Peel, Waste

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tezimin bütün aşamalarında yardımlarını esirgemeyen değerli danışman hocam Sayın Prof. Dr. Özlem AKPINAR'a çok teşekkür ederim. Gıda Mühendisliği bölüm hocalarından Sayın Dr. Öğr. Üyesi Ali CİNGÖZ'e, Sayın Arş. Gör. Hilal Meral'a, Arş. Gör. İzzet TÜRKER'e ve Arş. Gör. Semra TOPUZ'a, tezimin değerlendirilmesinde değerli katkılarda bulunan jüri üyeleri Sayın Dr. Öğr. Üyesi Tuğba DEMİR ve tekrardan Sayın Dr. Öğr. Üyesi Ali CİNGÖZ'e, ve bu tez süreci boyunca desteklerini esirgemeyen aileme teşekkürlerimi sunarım.

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne tez çalışmam için veren proje desteği için de teşekkür ederim.

Seda IŞIK

Tokat, Ağustos 2022

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGE ve KISALTMALAR	vii
ŞEKİL LİSTESİ.....	x
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	4
2.1. Pektin ve Yapısı	4
2.2. Pektinin Tarihçesi.....	8
2.3. Pektinin Fizikokimyasal Özellikleri.....	9
2.3.1. Fiziksel özellik.....	9
2.3.2. Kimyasal özellik	10
2.4. Pektinin Jelleşmesi.....	11
2.5. Pektin Çeşitleri.....	12
2.6. Pektin Kaynakları	16
2.7. Pektin Ekstraksiyon Yöntemleri	19
2.7.1. Klasik ekstraksiyon yöntemi.....	21
2.7.2. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi	23
2.7.3. Enzim destekli ekstraksiyon yöntemi	26
2.7.4. Sub-kritik su destekli ekstraksiyon yöntemi	29
2.7.5. Ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi	30
2.8. Pektinin Endüstriyel Kullanımları	39
2.9. Bal Kabağı	41
2.10. Yanıt Yüzey Yöntemi (Response Surface Methodology-RSM).....	43
3. MATERYAL ve YÖNTEM	47
3.1. Materyal	47

3.2. Yöntem.....	47
3.2.1. Pektinin klasik yöntemle ekstraksiyonu	47
3.2.2. Pektinin ultrason destekli yöntem ile ekstraksiyonu.....	48
3.2.3. Deneysel tasarım ve cevap yüzey metodu (Response Surface Methodology RSM) ile ekstraksiyon koşullarının optimizasyonu.....	48
3.3. Pektin Analizleri	50
3.3.1. Nem içeriği	50
3.3.2. Kül içeriği	50
3.3.3. Toplam şeker tayini	50
3.3.4. İndirgen şeker tayini	50
3.3.5. Protein tayini.....	51
3.4. Pektin Karakterizasyonu	51
3.4.1. Pektinin soğuk ve sıcak suda çözünürlüğü	51
3.4.2. Pektinin sıcak ve soğuk alkalide (NaOH) çözünürlüğü.....	51
3.4.3. Pektinde eküvalent (eşdeğer) ağırlık.....	52
3.4.4. Pektinin metoksil içeriği	52
3.4.5. Pektinin anhidronik asit analizi.....	52
3.4.6. Pektinin esterleşme derecesi	53
3.4.7. Pektinin üronik asit içeriği.....	53
3.4.8. Renk analizi	53
3.4.9. Emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi	54
3.4.10. Köpük kapasitesi ve stabilitesi.....	54
3.4.11. Yağ ve su tutma kapasitesi.....	55
3.4.12. Antioksidan aktivitelerinin belirlenmesi.....	55
3.4.13. Fourier transform infrared (FTIR) spektroskopisi	56
3.5. İstatistiksel Analiz.....	56
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	57
4.1. Pektinin Ultrason Destekli Ekstraksiyonu ve Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu	57
4.2. Pektinin Klasik Yöntemle Ekstraksiyonu ve Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu	63
4.3. Pektinlerin Kuru Madde, Kül, Toplam Şeker, İndirgen Şeker ve Protein Miktarları.....	68

4.4. Pektin Örneklerinin Çözünürlüğü	71
4.5. Pektinlerin Eşdeğer Ağırlığı, Metoksil İçeriği, Galakturonik Asit, Anhidronik Asit İçeriği ve Esterleşme Derecesi	72
4.6. Pektinlerin Yağ Bağlama ve Su Bağlama Kapasitesi	75
4.7. Pektin Örneklerinin ve Bal Kabağı Kabuğu'nun Renk Özellikleri	76
4.8. Pektin Örneklerinin Emülsiyon Aktivesi, Emülsiyon Stabilitesi, Köpük Kapasitesi ve Köpük Stabilitesi.....	78
4.9. Pektin Örneklerinin Antioksidan Kapasitesi.....	81
4.10. Fourier Transform İnfrared (FTIR) Spektroskopisi.....	82
5. SONUÇ	85
6. KAYNAKLAR	86
7. EKLER	108
EK I. Toplam Şeker Analizinde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı	109
EK II. DNS Çözeltilisinin Hazırlanışı.....	110
EK III. Bradford Yönteminde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı.....	111
EK IV. Üronik Asit Yönteminde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı.....	112
Ek V. 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) Toplam Antioksidan Tayininde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı.....	113
EK VI. Troloks Eşdeğeri Antioksidan Kapasitesi Tayininde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı	114
8. ÖZGEÇMİŞ	115

SİMGE ve KISALTMALAR

Simge	Açıklama
a*	Kırmızı
b*	Sarılık
g	Gram
GHz	Gigahertz
KHz	Kilohertz
L*	Açıklık-Koyuluk
MHz	Megahertz
mg	Miligram
mL	Mililitre
mm	Milimetre
v/v	Hacim/hacim
w/v	Ağırlık/hacim
W	Watt
λ	Dalga boyu

Kısaltma	Açıklama
AUA	Anhidronik asit
BSA	Bovin Serum Albumin
C.V	Varyans Katsayısı
DE	Esterleşme Derecesi
DNS	Dinitrosalisilik asit
DPPH	2,2-difenil-1-pikrilhidrazil
EA	Eşdeğer Ağırlık
FTIR	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
FAO	Food and Agriculture Organization
HMP	Yüksek Metoksilli Pektin
HCl	Hidroklorik asit
H ₂ SO ₄	Sülfürik asit
HNO ₃	Nitrik asit
KE	Klasik Ekstraksiyon
KMnO ₄	Potasyum permanganat
LMP	Düşük Metoksilli Pektin
NaCl	Sodyum klorür
NaOH	Sodyum hidroksit
PRESS	Tahminlenmiş Hata Kareler Toplamı
R ²	Regresyon Katsayısı
RSM	Yanıt Yüzey Yöntemi (Response Surface Methodology)
TEAC	Trolox Eşdeğeri Antioksidan Kapasitesi

TÜİK

Türkiye İstatistik Kurumu

UDE

Ultrason Destekli Ekstraksiyon



ŞEKİL LİSTESİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1. Bitki hücre duvarındaki pektin ve diğer polimer moleküllerin üç-boyutlu gösterimi (Yuliarti, 2011)	4
Şekil 2.2. Pektinin bitkisel dokularda bulunma yeri (Chan ve ark., 2017)	5
Şekil 2.3. Pektin molekülü ve fonksiyonel grupların tekrarlanması (A), pektinde bulunan galaktronik asitlerin (GalA) formları (B), metillenmiş GalA (C), o-asetillenmiş GalA (D)) (Sriamornsak, 2003; Chan ve ark., 2017)	6
Şekil 2.4. Pektin molekülünün yapısı (Feritas ve ark., 2021)	8
Şekil 2.5. Yüksek metoksilli pektinin kimyasal yapısı (Tharanathan, 2003)	13
Şekil 2.6. Düşük metoksilli pektinin kimyasal yapısı (Tharanathan, 2003)	13
Şekil 2.7. Yüksek metoksilli pektinin jel oluşturma mekanizması (Thakur ve ark., 1997)	14
Şekil 2.8. Düşük metoksilli pektinin jelleşme mekanizması ‘‘yumurta kutusu modeli’’ (Kirtil ve ark., 2014)	16
Şekil 2.9. Düşük metoksilli (LMP) ve yüksek metoksilli (HMP) pektin üretim akım şeması (Dixon, 2008)	20
Şekil 2.10. Ultrasonik banyo (Mason ve Cintas, 2002)	36
Şekil 2.11. Ultrasonik prop (Khadhraoui ve ark., 2021)	36
Şekil 4.1. Yanıt yüzey ve kontur grafikleri (UDE)	60
Şekil 4.2. Model yeterlilik grafikleri (ultrason destekli ekstraksiyon)	61
Şekil 4.3. Yanıt yüzey ve kontur grafikleri (klasik ekstraksiyon)	66
Şekil 4.4. Model yeterlilik grafikleri (klasik ekstraksiyon)	67
Şekil 4.5. Pektin örneklerinin süreye bağlı köpük stabilitesi	80
Şekil 4.6. Ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen pektinin FTIR spektrumu	83
Şekil 4.7. Klasik yöntemle elde edilen pektinin FTIR spektrumu	83
Şekil 4.8. Ticari ve standard pektinin FTIR spektrumları	84

ÇİZELGE LİSTESİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1. Kaynaklarına göre ticari pektinlerin özellikleri (Zitko ve ark., 1965).....	10
Çizelge 2.2. Jel oluşturma özelliğine göre pektinlerin sınıflandırılması (Belitz ve ark., 2004).....	13
Çizelge 2.3. Meyve ve sebzelerde bulunan pektin miktarları.....	18
Çizelge 2.4. Çeşitli bitkisel gıda atıklarından KE yöntemiyle elde edilen pektin verimleri.....	22
Çizelge 2.5. Çeşitli bitkisel gıda atıklarından mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri	25
Çizelge 2.6. Çeşitli bitkisel gıda atıklarından enzim destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri	28
Çizelge 2.7. Çeşitli gıda atıklarından sub-kritik su destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri	30
Çizelge 2.8. Çeşitli bitki atıklarından ultrason destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri	38
Çizelge 3.1. UDE için denenen bağımsız değişkenlerin değerleri	49
Çizelge 3.2. KE için denenen bağımsız değişkenlerin değerleri	49
Çizelge 4.1. Deneysel tasarım ve bal kabağı kabuklarından UDE ile elde edilen pektin verimleri.....	57
Çizelge 4.2. Bal kabağı kabuklarından UDE ile elde edilen pektin verimlerinin ANOVA çizelgesi	59
Çizelge 4.3. Optimum koşullarda UDE ile elde edilen deneysel ve tahmini pektin verimleri.....	62
Çizelge 4.4. Deneysel tasarım ve bal kabağı kabuklarından KE ile elde edilen pektin verimleri.....	63
Çizelge 4.5. Bal kabağı kabuklarından klasik ekstraksiyonla elde edilen pektin verimlerinin ANOVA çizelgesi	65
Çizelge 4.6. Optimum koşullarda KE ile elde edilen deneysel ve tahmini pektin verimleri.....	68

Çizelge 4.7. Pektin örneklerinde kuru madde, kül, toplam şeker, indirgen şeker ve protein miktarları.....	71
Çizelge 4.8. Pektin örneklerinin çözünürlüğü	71
Çizelge 4.9. Pektin örneklerinde eşdeğer ağırlık, metoksil, anhidronik asit, esterleşme ve galakturonik asit miktarları.....	75
Çizelge 4.10. Pektin örneklerinin yağ ve su bağlama kapasitesi	76
Çizelge 4.11. Pektin örneklerinin ve bal kabağı kabuğunun renk özellikleri	78
Çizelge 4.12. Pektin örneklerinin emülsiyon aktivite, emülsiyon stabilite, köpük kapasite değerleri	80
Çizelge 4.13. Pektin örneklerinin antioksidan kapasitesi	82

1. GİRİŞ

Pektin, tüm yüksek yapılı bitkilerin hücre duvarı ve hücreler arasında bulunan karmaşık yapılı bir heteropolisakkarittir. Gıda sektöründe E 440 kodlu bir gıda katkı maddesidir (Sundarraaj ve Ranganathan, 2017). Reçel, jöle, marmelat, şekerlemeler ve süt ürünlerinde jelleştirme, emülgatör, stabilizatör, yağ ikamesi ve kıvam arttırmak amaçlarıyla yaygın olarak kullanılmaktadır (Rascon-Chu ve ark., 2009). Bitkinin gelişmesi ve büyümesinde rol oynayan pektin dokulara mekaniksel olarak dayanıklılık ve sertlik sağlar (Gawkowska ve ark., 2018).

Heteropolisakkarit yapıda olan pektin; α -D-galakturonik asit moleküllerin α -1,4 glikozidik bağlarla birbirlerine bağlanmasıyla oluşan bir polimerdir. Yapısında D-galakturonik asit molekülünün dışında farklı şekerler de bulunmaktadır. Bu şekerlerden en önemlileri D- galaktoz, L-arabinoz ve L-ramnoz'dur (Dranca ve Oroian, 2018). Pektin polimerinin ana omurgasını oluşturan galakturonik asit birimlerinin karboksil gruplarının bir bölümü metil alkol ile esterleşmiştir. Esterleşme derecesi pektinin jel oluşturma özelliği üzerinde etkilidir. Esterleşme derecesine göre yüksek metoksilli pektin ve düşük metoksilli pektin olmak üzere 2'ye ayrılır. Esterleşme derecesi %50'nin üstünde olan pektinler yüksek metoksilli pektinler (high-methoxyl pectin, HMP); %50'nin altında olan pektinler ise düşük metoksilli pektinler (low-methoxyl pectin, LMP) olarak isimlendirilir. Düşük metoksilli pektinler; ortamda Ca^{+2} varlığında jelleşirken, yüksek metoksilli pektinlerde jel oluşması için ortamda %55 oranında şeker olması ve pH'ın da 3.6 değerinin altında olması gerekmektedir (Hosseini ve ark., 2016). Bu pektinler reçel ve jölelerde jelleştirici, emülgatör ve koyulaştırıcı olarak kullanılmaktadır. Düşük metoksilli pektinler ise jel oluşması için şeker ihtiyacı duyulmadığından diyabetik ürünlerde sıkça kullanılmaktadır (Marić ve ark., 2018). Pektin gıda sektörü dışında ilaç ve tıp alanlarında da kullanılmaktadır. Bu alanlarda; yaraları iyileştirmek, lipaz aktivitesini azaltmak, kan kolesterol seviyesini düşürmek, bağışıklığı güçlendirmek amaçlarıyla kullanılmaktadır. Ayrıca kanser hücrelerinin apoptozunu sağlayarak kanseri önlemektedir (Arslan, 1994).

Günümüzde ticari pektin kaynağı olarak elma posası, turunçgil kabukları, ayçiçeği başı ve şeker pancarı posası kullanılmaktadır (Güzel ve Akpınar, 2017). Pektinin, galakturonik asit miktarı, esterleşme derecesi, metoksil miktarı ve molekül ağırlığı pektinin kalitesini

ve uygulama alanlarını belirlemektedir. Ek olarak pektin üretiminde kullanılacak hammadde ile ekstraksiyon yöntemi de pektinin niteliklerini belirlemektedir. Kullanılan hammadde ve ekstraksiyon yöntemine göre pektinin özellikleri değişkenlik göstermektedir (Azad ve ark., 2014). Pektin üretiminde en önemli etkenlerden birisi ekstraksiyon yöntemidir. Ekstraksiyon yöntemleri arasında en yaygın yöntem geleneksel asit ekstraksiyonudur. Bu yöntemde kullanılan HCl, H₂SO₄, HNO₃ gibi asitlerin hem ekipmanlara hem de çevreye zarar vermesi, pektinin uzun süre yüksek sıcaklıkta asite maruz kalmasından dolayı geleneksel yöntemle göre daha kısa sürede, daha az enerji ile daha yüksek verimde pektin elde etmek için yeni ekstraksiyon yöntemleri (ultrason, mikrodalga, enzimatik, vurgulu elektrik alan, sub-kritik gibi) üzerinde çalışılmaktadır (Wen ve ark., 2018).

Yeni ekstraksiyon yöntemleri arasında ultrason destekli ekstraksiyon (UDE), son yıllarda oldukça yaygın kullanılmaya başlanan ve araştırılan (Feritas ve ark., 2021), bu çalışmada da kullanılan ekstraksiyon yöntemidir. Sıvı içinde uygulanan ultrason dalgalarına sonikasyon denilmektedir. Ultrasonik ses dalgaları sıvı içerisinde ilerlerken kasılıp-gevşeme hareketleri gösterir ve sonucunda büyüyen kabarcıklar oluşturur, bunlar kritik bir değere geldiğinde patlar ve bu duruma kavitasyon denmektedir. Bu şekilde hücre duvarı parçalanarak, hücre içerisinde bulunan bileşenler hücre dışına rahat bir şekilde çıkmaktadır. Bu nedenle UDE diğer ekstraksiyon yöntemlerine göre daha hızlı gerçekleşir (Khedmat ve ark., 2020). Ayrıca ekstraksiyon süresinin kısaltması ile daha az enerji tüketilir, daha düşük oranda çözücü kullanılır ve çevreye verilen zarar daha düşüktür (Wen ve ark., 2018).

Bal kabağı kabak *Cucurbitacea* (kabakgiller) familyasında yer alan bir sebzedir. Meyveleri gıda, ilaç ve kozmetik sektöründe, tohumları ise çerezlik olarak kullanılmaktadır (Koca ve Kütük, 2020). Polisakkaritler, diyet lifi, protein, peptitler, terpenoit, steroller, fenolik bileşikler, karotenoidler (özellikle α ve β karoten), doymamış yağ asitleri, vitamin, mineraller bakımından zengin önemli bir gıdadır (Hamed ve Mustafa, 2018). Bal kabağının meyve eti tatlı yapılarak tüketilmekte, pastacılık ve meyve suyu sektöründe bal kabağı suyu ve şurup olarak kullanılmaktadır. Kabuklar ise hayvan yemi olarak kullanılabilen (Demir ve Kılınç, 2018) ise de, bu kullanımın ekonomik değeri düşük olduğundan kabuklar çoğunlukla çöpe atılmaktadır. Bal kabağı kabukları

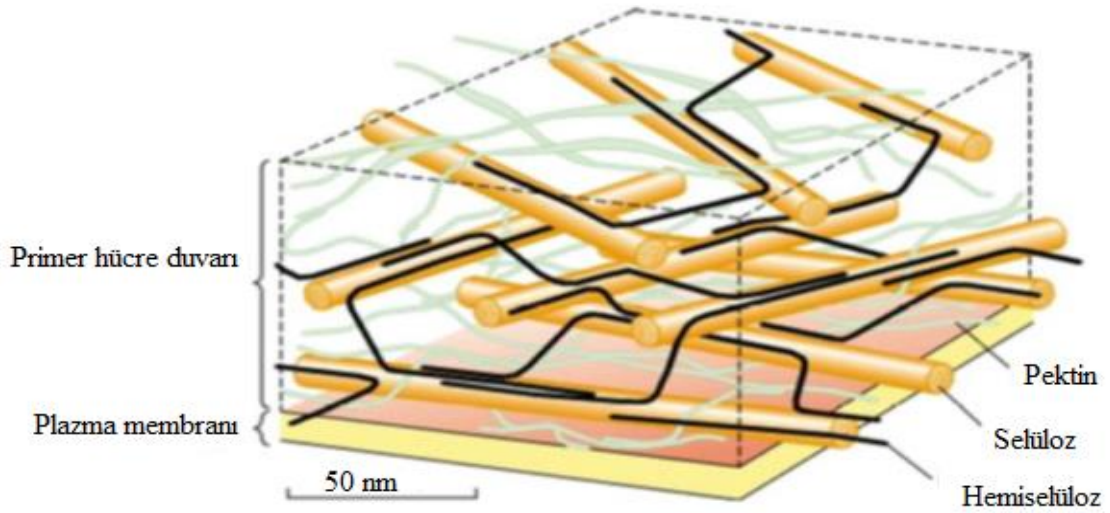
toplam meyvenin yaklaşık %20'sini oluşturmakta ve yaklaşık %6-10 oranında pektin içermektedir (Hamed ve Mustafa, 2018). Bu nedenle bal kabağı kabukları potansiyel ve alternatif bir pektin kaynağı olarak kullanılabilir.

Bu çalışmanın amacı bal kabağı kabuklarını ekonomik değeri daha yüksek bir ürüne dönüştürmek için verimli bir şekilde UDE yöntemi ile pektin üretimini gerçekleştirmektir. UDE yöntemi ile pektin ekstraksiyonu çok yeni bir yöntemdir. Bu nedenle yapılan çalışmalar çok azdır ve hala hammaddeye, verime, saflığa, kaliteye odaklı çalışmalara ihtiyaç vardır. Bu çalışmada bal kabağı kabuklarından UDE ile pektin ekstraksiyonu ve ekstraksiyon koşullarının sıvı/katı oranı, pH ve süre açısından optimizasyonu amaçlanmıştır. Ayrıca klasik yöntem (KE) ile de pektin ekstraksiyonu yapılarak ve iki farklı yöntemle ekstrakte edilen pektinlerin fiziksel, kimyasal, yapısal ve fonksiyonel özellikleri incelenerek karşılaştırılmıştır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

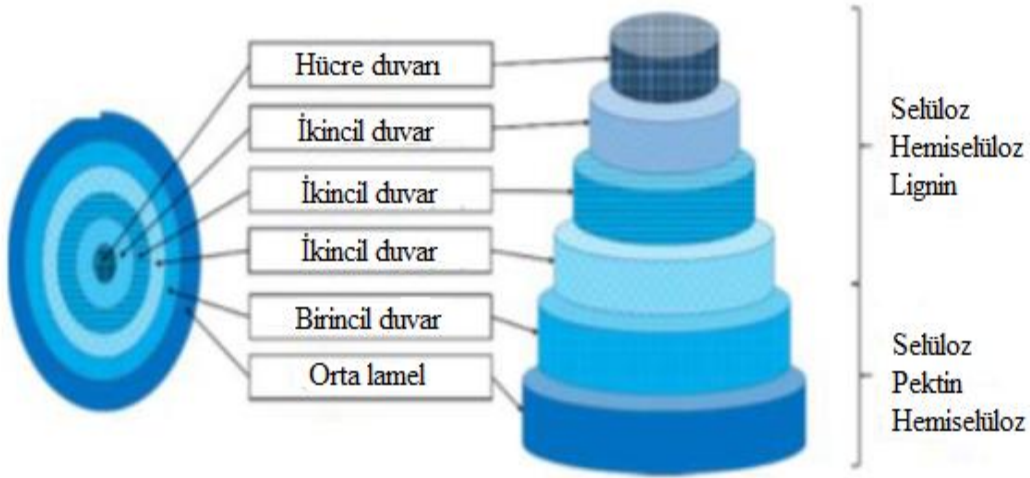
2.1. Pektin ve Yapısı

Pektin, bitkilerin hücre duvarında bulunan selülozik ağ içinde doğal harç maddesi işlevi görerek hücreleri birbirine bağlayan kompleks bir heteropolisakkarittir. Bitkiye mekanik güç ve esneklik sağlayarak, hücre bütünlüğünü ve sertliğini korumaktadır (Oumer, 2017). Birincil hücre duvarı büyümesinin ilk aşamalarında oluşarak, çift çenekli ve tek çenekli bitkilerin hücre duvarındaki kuru maddelerin üçte birini oluştururlar. Bitki hücre duvarı; orta lamel, birincil hücre duvarı ve plazma zarı olmak üzere üç tabakadan oluşmakta ve yapısında %30 oranında selüloz, %30 oranında hemiselüloz ve yaklaşık %35 oranında pektik maddeler ve %5 protein bulundurmaktadır (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Bitki hücre duvarındaki pektin ve diğer polimer moleküllerin üç-boyutlu gösterimi (Yuliarti, 2011)

Orta lamel tabakasında pektin miktarı oldukça fazladır ve hücre duvarından plazma zarına doğru gittikçe miktarı azalmaktadır (Şekil 2.2). Ayrıca pektin, çimlerde %2-10 ve odunsu dokularda %5 oranlarında bulunmaktadır (Zaitseva ve ark., 2020). Pektinler, hızlı büyüme gösteren nem içeriği yüksek yumuşak bitkilerde daha fazla bulunmaktadır (Thakur ve ark., 1997). Bitkisel dokularda olgunlaşmanın ilerlemesiyle pektin, pektinaz ve pektin esterase enzimleri ile hidroliz olmakta ve yapıdaki pektin miktarında azalma görülmektedir (Üstün, 2021).



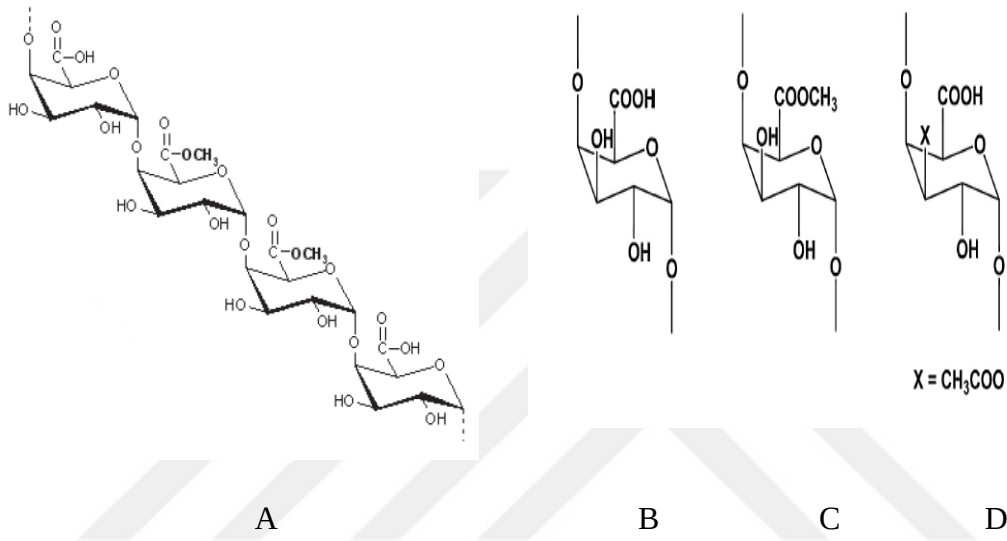
Şekil 2.2. Pektinin bitkisel dokularda bulunma yeri (Chan ve ark., 2017)

Pektik maddeler hücre duvarındaki kuru maddelerin yaklaşık olarak %30'unu oluşturmaktadır (Buggenhout ve ark., 2009). Amerikan Kimya Derneği 1944 yılında bu maddeleri protopektin, pektin, pektik asit, pektinik asit olmak üzere 4 gruba ayırmıştır. Genellikle hepsi pektin olarak adlandırılmaktadır. Bu şekilde gruplandırılmasının sebebi ise polimer zincirlerinde bulunan galakturonik asit ünitelerinin kimyasal niteliklerinin birbirlerinden farklı olmasından dolayıdır (Tapre ve Jain, 2014).

Protopektin olgunlaşmamış bitki hücre duvarının orta lamel tabakasında yer alır ve suda çözünmez. Asit ve tuz çözeltileri ile kısmi hidrolizasyona uğrayarak pektin ve pektinik asiti meydana getirir (Hoondal ve ark., 2002). Pektik asit poligalakturonik asit birimlerinden oluşan ve metoksil grubu bulundurmeyen pektik maddedir. Suda çözünme özelliği yoktur, asit formundadır, kısmi nötralizasyonu sonucunda suda çözünür ve Ca varlığında jel oluşumu gözlenir. Pektatlar, pektik asitlerin nötral veya asit tuzlarıdır (Tapre ve Jain, 2014). Pektinik asit lineer galakturonik asit zinciridir ve yapısında orta derecede metil esteri bulunur. Pektinatlar ise, pektinik asidin nötral veya asit tuzlarıdır (Kashyap ve ark., 2001). Pektin suda çözünen ve farklı miktarlarda metil ester (-OCH₃) grubu içeren heteropolisakkarittir. Şeker ve asit varlığında jel oluşturur (Yılmaz ve ark., 2016).

Pektin α -D-galakturonik asit moleküllerin α -1,4 glikozidik bağlarla birbirlerine bağlanmasıyla oluşan ve karboksilik grupların bir kısmı metil alkol ile esterleşmiş düz

zincirli bir polisakkarittir (Dranca ve Oroian, 2018). Hidrolize uğradıklarında metanol ve galakturonik asit bileşenlerine ayrılmaktadır (Arslan ve Aşan, 1993). D-galakturonik asit bir üronik asittir ve galaktoz molekülündeki son alkol grubunun yükseltgenmesi sonucu oluşmaktadır. Galakturonik asitler (GalA), pektin yapısında GalA, metillenmiş GalA ve O-asetillenmiş GalA olmak üzere üç formda bulunabilmektedir (Şekil 2.3) (Chan ve ark., 2017).



Şekil 2.3. Pektin molekülü ve fonksiyonel grupların tekrarlanması (A), pektinde bulunan galakturonik asitlerin (GalA) formları (B), metillenmiş GalA (C), o-asetillenmiş GalA (D)) (Sriamornsak, 2003; Chan ve ark., 2017)

Pektin zincirindeki karboksil grupları metil grupları ile kısmen esterleşme ve nötralleşme gösterebilir ya da serbest halde de bulunabilir. Örneğin şeker pancarından elde edilen pektinde hidroksil grupları kısmen asetilleşme göstermiştir. Pektik maddeler arasındaki bu farklılığın temel sebebi; metoksil derecesi, metil ester gruplarının poligalakturonik asit zinciri boyunca dağılım şekli, molekül ağırlığı ve nötral şekerlerin türü ve miktarı gibi kimyasal yapının farklı olmasından dolayıdır (Arslan ve Aşan, 1993; Muslu, 2016).

Pektinin yapısında galakturonik asit molekülünün dışında pektine kovalent bağ ile bağlanmış arabinoz, fruktoz, galaktoz, glukoz, mannoz, ksiloz gibi dallanmaları oluşturan nötral şekerler de bulunmaktadır (Gharibzahedi ve ark., 2019). Bu bağlanmalar nedeniyle pektin, düz bölgeler homogalakturonanlar (HG) ve dallı bölgeler ramnogalakturonanlar (RG) olmak üzere iki farklı bölgelerden oluşur. Düz ve dallanmış bölgelerde

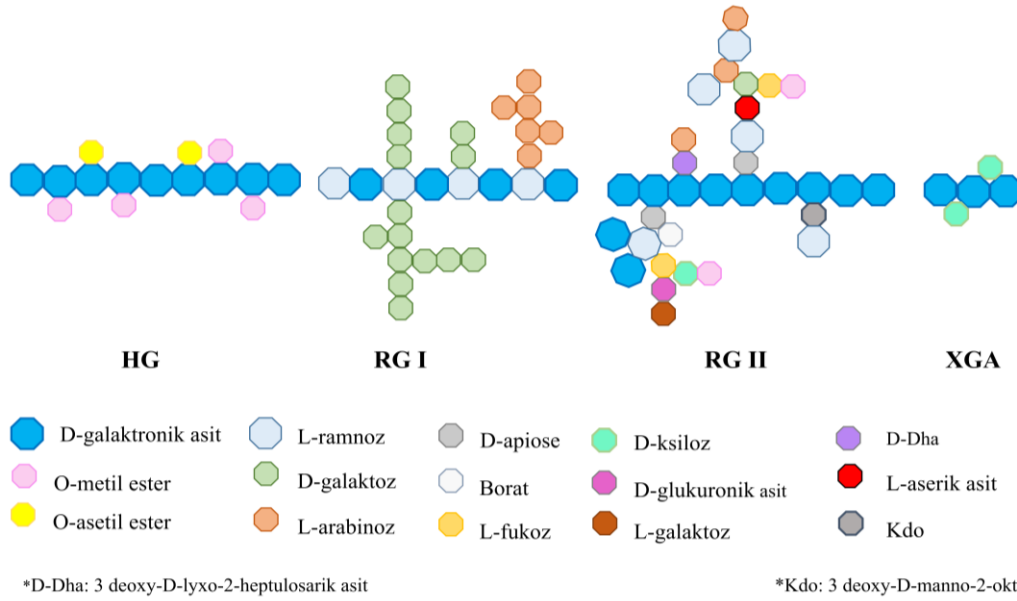
homogalakturnon (HG), ramnogalakturnon I (RG I), ramnogalakturnon II (RG II) ve ksilogalakturnon (XG) olmak üzere dört temel yapı bulunur (Şekil 2.4) (Khedmat ve ark., 2020).

Homogalakturnon (HG-düz bölge): Pektinin %60-65'ini oluşturur ve D-galakturnonik asit birimlerinin α -1,4 glikozidik bağları ile bağlanmış düz polimer zincirlerinden oluşmaktadır. Homogalakturnonların yapısındaki karboksilik gruplar metil grupları ile farklı oranlarda C-6'da esterleşir. Ayrıca bitkisel dokunun kaynağına göre de O-3 veya O-2 de asetillenir (Mellinas ve ark., 2020). Homogalakturnonlar ayçiçeği tablaları ve elma posası pektininden izole edilmiştir (Sharma ve ark., 2006).

Ramnogalakturnon I (RG I-dallanmış bölge): Bu yapı pektinin %20-35'ini oluşturur ve α (1-4)-D-galakturnonik asit ile α (1-2)-L-ramnoz moleküllerinin bağlanması ile oluşmuştur. Pektin molekülünün dallanmış bölgesinde yer alır ve yan zincirlerinde nötral şekerler (arabinoz, fruktoz, galaktoz, glukoz, mannoz, ksiloz) bulunmaktadır. RGI ana zincirindeki galakturnonik asit birimlerinin C-2 ve C-3'lere O-asetil grubu, C-4 ve nadir olarak da C-3'e ramnoz bağlanmaktadır (Feritas ve ark., 2021).

Ramnogalakturnon II (RG II-dallanmış bölge): Pektinin yaklaşık %10'unu oluşturur ve en karmaşık yapıya sahip pektindir. HG zincirine (en az sekiz) 12 farklı şeker içeren yan dallar bağlanmıştır. Bu yan zincirde ramnoz, apioz, fruktoz gibi moleküller bulunmaktadır (Gerschenson ve ark., 2021).

Ksilogalakturnon (XG-dallanmış bölge): Ana zincir galakturnonik aside β (1,3)-D-ksiloz molekülünün yan zincir olarak bağlanması ile meydana gelmektedir (Tan ve Nie, 2020).



Şekil 2.4. Pektin molekülünün yapısı (Feritas ve ark., 2021)

2.2. Pektinin Tarihçesi

Pektin, ilk defa elma suyunda Louis Nicolas Vaugelin tarafından 1790 yılında keşfedilmiş ve 1825 yılında Henri Braconnot tarafından izole edilmiştir. Yunan dilinde katılaştırıcı ve sertleştirici anlamlarına karşılık gelen “pektikos” kelimesinden türetilmiş ve “pektin” olarak isimlendirilmiştir (Gawkowska ve ark., 2018). Pektin, keşfedildiğinden itibaren reçel üretiminde kullanılmıştır. Reçel üretim firmaları pektin ihtiyaçlarını karşılamak için meyve suyu fabrikalarına başvurarak hammadde talebinde bulunmuşlar, meyve suyu fabrikaları da atık olarak çıkan elma posalarını kurutup satışa sunmuştur. Sanayi devriminin başlaması ile kaliteli ve kıvamlı reçel üretimi için pektin gereksinimi artmış ve ticari olarak pektin üretimine geçilmiştir (Dranca ve Orion, 2018). Ticari olarak ilk pektin, 1908 yılında Almanya’da elma posasından sıvı şeklinde üretilmiştir. Almanya’nın pektin üretimine başlamasıyla 1913 yılında Amerika Birleşik Devletleri de patent olarak pektin üretimine geçmiş ve endüstriyel olarak büyük ilerleme göstermiştir. Dünya pektin pazarı geliri 2013 yılında 850 milyon dolar iken (Fidalgo ve ark., 2016), 2019 yılında 1 milyar dolara ulaşmıştır. Günümüzde başlıca pektin üretici firmalar arasında; Cargill, CP Kelco, Calleva, Herbstreith & Fox, DSM Andre Pectin, CEAMSA, Dupont, JRS

Silvateam ve Dangshan Haisheng Pectin bulunmaktadır (Reichembach ve Petkowicz, 2021).

2.3. Pektinin Fizikokimyasal Özellikleri

2.3.1. Fiziksel özellik

Pektin açık renklidir, en iyi çözücüsü sudur, molekül ağırlığı ve esterleşme derecesi arttıkça çözünürlüğü azalmaktadır. İyi bir pektin jeli oluşumu isteniyorsa, pektin tamamen çözündürülmelidir. Pektinin lineer yapısı ve viskoz sulu çözeltisi sebebiyle en çok %4'lük pektin çözeltisi hazırlanabilir. Formamid, dimetil sülfoksit, dimetil formamid ile sıcak gliserol çözeltilerinde çözünebilirken, diğer organik çözücülerde çözünmemektedir. Bu nedenle sulu çözelti içindeki pektinin çökmesini sağlamak amacıyla metanol, etanol, propanol veya aseton gibi suyla karışabilen çözücüler, Cu^{+2} ve Al^{+3} gibi çok değerlikli katyonlar, setiltrimetil amonyum bromür, polietilenimin gibi suda çözünebilir polimerler ve kazein gibi proteinler eklenebilir (Yıldırım, 2013).

Pektin erime noktasına sahip olmayan bir polisakkarittir, ısıtıldığında kömürleşmektedir ve 30.000-300.000 dalton arasında ortalama molekül ağırlığına sahiptir ve bu ağırlık hammadde çeşidine, ekstraksiyon yöntemine ve ölçme yöntemine göre değişmektedir (Arslan, 1994). Pektin molekülü diğer polisakkaritlere göre daha düşük viskoziteye sahiptir. Viskozitesinin düşük olmasının nedeni ise pektinin molekül ağırlığının diğer polisakkaritlere göre daha düşük olmasıdır ve koyulaştırıcı, stabilize edici ve jelleşme özellikleri pektinin moleküler ağırlığına göre değişmektedir. Bu nedenle viskozite ölçümleri pektinin molekül ağırlığının tayin edilmesi için çok önemlidir. Pektin çözeltisinin viskozitesi üzerine sıcaklık ve konsantrasyonunda önemli etkisi bulunmaktadır. Sıcaklık artışı viskozitenin azalmasına neden olurken, konsantrasyonun artması viskoziteyi arttırmaktadır; sıcaklık, konsantrasyona göre viskozitede üzerinde daha çok etkiye sahiptir. Esterleşme derecesi, molekül ağırlığı, elektrolitlerin varlığı, pH'da viskoziteyi etkileyen diğer faktörlerdir. Pektinin, molekül ağırlığı ve nötralizasyon derecesi arttıkça intrinsik viskozite artmaktadır (Kar ve Arslan, 1999; Zhang ve ark., 2020; Kumar ve ark., 2021).

Pektinlerin düşük konsantrasyonlarda hazırlanan çözeltileri (<%1.0, w/v) newton tipi akış gösterirken, konsantrasyon arttıkça (>%1.0, w/v) newton tipi olmayan yani psedoplastik akış gösterirler. Psedoplastik akışlarda kayma hızı arttıkça viskozite azalmaktadır (Hosseini ve ark., 2016; Kumar ve ark., 2021). Pektin çözeltileri yüksek optik çevirme açılara sahiptir. Optik çevirme açıları polimerizasyon derecesine (molekül ağırlığına) göre değişmektedir. D-galakturonik asidin spesifik rotasyonu +51.9°; pektinin spesifik rotasyonu ise yaklaşık +230°'dur (Kar, 1998). Farklı kaynaklardan üretilen ticari pektinlerin özellikleri Çizelge 2.1'de özetlenmiştir (Zitko ve ark., 1965).

Çizelge 2.1. Kaynaklarına göre ticari pektinlerin özellikleri (Zitko ve ark., 1965)

Kaynak	Galakturonik asit %	Esterleşme derecesi %	Spesifik rotasyon	Viskozite (mL/g)
Ayçiçeği	71.7	38.7	+227°	340
Elma	87.1	62.5	+253°	600
Turunçgil	72.9	67	+215°	500
Şekerpancarı	68.5	54.8	+215°	174

2.3.2. Kimyasal özellik

Pektin molekülünün yapısında serbest karboksil grupları bulunur. Bu serbest karboksil grupları pektinin sulu çözeltisinin asidik olmasına neden olmaktadır ve %0.5-1'lik çözeltisinin pH'sı 3.2-3.4 aralığındadır. Pektinin sıcak asit ile tepkimeye girmesi sonucu metil ester grupları ve glikozidik bağlar hidrolize olur ve sonucunda galakturonik asit oluşur. Kullanılan asitin konsantrasyonu ve uygulanan sıcaklık, hidrolizasyonu etkilemektedir. Sıcaklığın 1 derece artırılması glikozik bağların hidrolizinin hızlanmasına neden olmakta ve bu şekilde pektin molekülü küçülme ve molekül ağırlığı azalmaktadır. Düşük sıcaklıkta, metil ester grupları hidroliz olarak, pektin molekülünün deesterifikasyonu gerçekleşir. Pektinin deesterifikasyonu ile düşük metoksilli pektinler hazırlanır. Oda sıcaklığında pektinin seyreltik alkali ile reaksiyona girmesi sonucu metil ester grupları sabunlaşmakta ve poligalakturonik asit zincirleri de parçalanmaktadır. Sıcaklık yükseldikçe de parçalanma daha hızlı olmaktadır (Arslan, 1994; Yıldırım, 2013).

Kurutulup toz haline getirilmiş pektine su ilave edildiğinde hidratlaşır ve toz haldeki pektin hızlıca birleşerek küme haline gelir. Bu kümeler, yüksek oranda hidratlanmış dış bir kılıftan oluşmakta ve bu kılıfın içinde de yarı kuru pektin tanecikleri bulunmaktadır (Sriamornsak, 2003). Çözelti içinde pektin molekülünün yüksek oranda iyonlaşma göstererek ve bu esnada oluşan itme kuvveti pektin molekülünü uzun bir forma dönüştürür ve polimer zincirlerin kümeleşmesi engellenir. Bu şekilde moleküldeki bütün polisakkarit zincirleri ve karboksil grupları hidrate edilir. Karboksilat gruplarının iyonlaşması düşük pH ortamında en aza indirilir ve bu durum hidrasyonun azalmasını sağlar. İyonizasyonun azalması ile polisakkaritler birbirini itmez ve böylece birleşerek jel meydana getirirler (Thakur ve ark., 1997).

Çözünmemiş pektik maddeler katyon değiştirici olarak rol oynarlar ve Ca^{+2} iyonu ve Zn^{+2} , Cu^{+2} , Fe^{+3} gibi ağır metal iyonlarına karşı seçimli davranırlar (Yıldırım, 2013; Li ve ark., 2021a). Ayrıca $KMnO_4$, Cl_2 , H_2O_2 , Fe^{+2}/H_2O_2 , oksijen veya su ile oksidasyon ajanları ile bozunma gösterebilir. Bitkisel dokudaki ya da çözünmüş haldeki pektin radyasyonla muamele edildiğinde bozulabilmektedir (Kar, 1998).

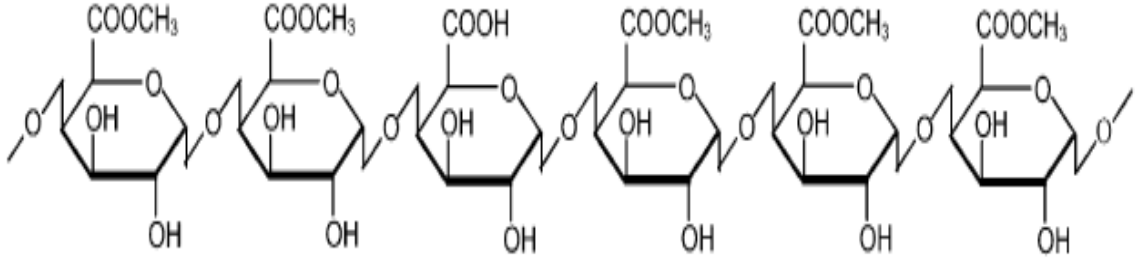
2.4. Pektinin Jelleşmesi

Pektinin çeşitli gıda ürünlerin de kullanılmasını sağlayan en önemli ve en öne çıkan özelliği şeker ve asit ($pH= 1.5-3.5$) veya Ca^{+2} iyonları jel oluşturmalarıdır. Asit ve şeker katılarak hazırlanan pektin çözeltisi önce ısıtılır, sonra soğumaya bırakılır ve bu şekilde pektin jeli elde edilir. Pektin molekülünün zincir uzunluğu arttıkça, daha iyi bir jel oluşumu gözlenir. Ana zincir galakturonik asitte yer alan metil grupları ile esterleşen karboksil metil grupları oluşan jelin kıvamını, jel gücünü ve jel oluşturma zamanını belirlemektedir. Pektinin molekül ağırlığı ve esterleşme derecesi arttıkça jel gücü kuvveti ve jel oluşumu artmaktadır. Bunların yanında su içinde çözünürlüğü, elektrolitlerin varlığı, kullanılan şekerin türü ve miktarı jelin oluşumunu ve mekaniksel özelliklerini etkileyen diğer önemli etkenlerdir. İyi bir jelin oluşması içinde pektin suda tamamen çözündürülmesi gerekmektedir. Jel oluşumunda su miktarı azalmaktadır. Ortama %1 oranında pektin ilavesi iyi bir jel oluşumu için yeterlidir (Thakur ve ark., 1997; Novosel'skaya ve ark., 2000; Yuliarti, 2011).

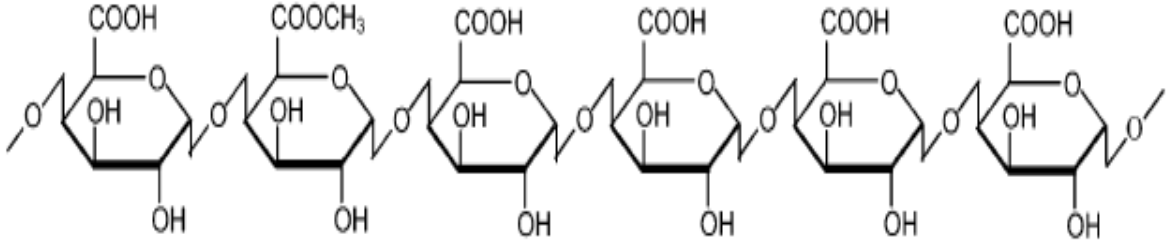
Asit, şeker ve pektin varlığında oluşan jel'e etki eden en önemli etkindir. Asit miktarı düşük olan meyveler iyi bir jel oluşturmaz. Jel oluşumu için pH değerinin 3.5'in altında olması gerekmektedir, iyi bir jel pH 2.8-3.2 aralığında oluşmaktadır. Eğer pH 2.8'den düşük olursa, asidik ortamın pektin liflerini esnek forma dönüştürmesinden dolayı, jelde sulanma görülür ve gevşek bir jel yapısı oluşur (Çopur, 1988). Jel oluşumunda diğer önemli bir faktör, molekül ağırlığıdır. Pektinin molekül ağırlığının artması ile daha iyi jel oluşumu görülmektedir. Molekül ağırlığı düşük pektinlerin jel oluşturma özellikleri düşüktür. Bu tip pektinler yapılarında fazla miktarda asetil grupları bulundurur ve bu gruplar, sterik etkilerinden dolayı jel oluşumunu engellemektedirler. Sterik etkinin giderilmesi için ekstraksiyon kuvvetli asit varlığında yapılması gerekmektedir. Bu şekilde asit, asetil fonksiyonel grupların deasetilasyonunu sağlar ve bu grupların kısmi hidrolizini gerçekleştirir. Kısmi hidroliz ile sterik etki giderilmesi sağlanır ve düşük molekül ağırlıklı pektinlerin jelleşme gücü düzeltilir (Arslan, 1994; Kumar ve ark., 2021; Du ve ark., 2022).

2.5. Pektin Çeşitleri

Galakturonik asit zincirindeki esterleşmiş karboksil gruplarının toplam karboksil gruplarına oranı pektinin esterleşme (metilasyon) derecesini göstermektedir. Esterleşme derecesi (DE), pektin için oldukça önemlidir ve pektinin fonksiyonel özelliklerini belirleyen en önemli parametredir. Bu değer bitkisel dokunun cinsine ve olgunlaşma durumuna göre farklılık gösterir (Pérez ve ark., 2000). Esterleşme derecesine göre pektinler 2 gruba ayrılmaktadır. Galakturonik asit zincirindeki karboksil gruplarının %50'den fazlası metil grubu ile esterleşme göstermiş ise yüksek metoksilli pektin (HMP), karboksil gruplarının %50'den azı metil grubu ile esterleşme göstermiş ise düşük metoksilli pektin (LMP) olarak adlandırılır (Noreen ve ark., 2017). Genel olarak bitkisel kaynaktaki esterleşme derecesi (DE) %60-90 arasındadır. Endüstriyel olarak üretilen yüksek metoksilli ticari pektinler %60-75, ticari düşük metoksilli pektinler ise %20-40 arasında esterleşme gösterirler (Sriamornsak, 2003). Yüksek metoksilli ve düşük metoksilli pektinin kimyasal yapıları Şekil 2.5 ve Şekil 2.6'da gösterilmiştir.



Şekil 2.5. Yüksek metoksilli pektinin kimyasal yapısı (Tharanathan, 2003)



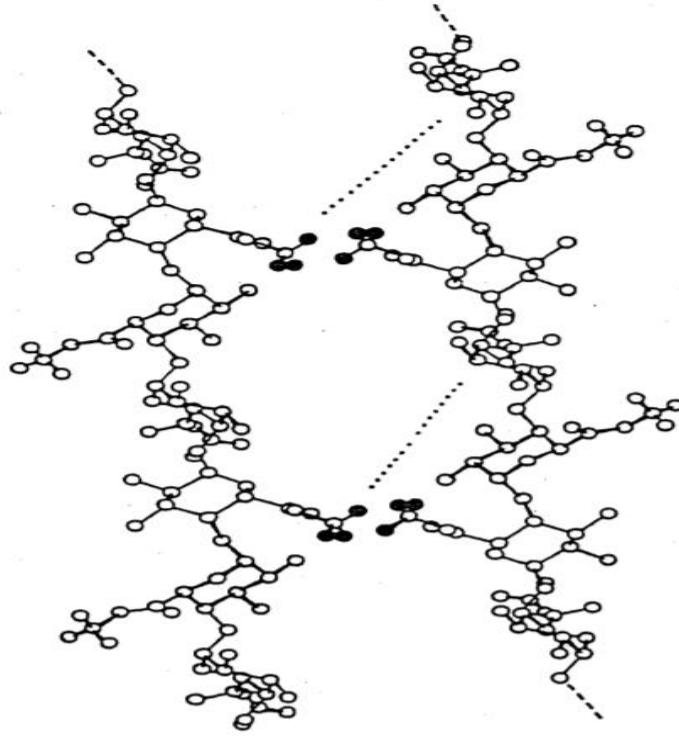
Şekil 2.6. Düşük metoksilli pektinin kimyasal yapısı (Tharanathan, 2003)

Esterleşme derecesi ile jel yapısı ve jellerin oluşum mekanizmaları belirlenir. Esterleşme derecesi arttıkça pektinin jel gücü ve jelleşme hızı da artar. Esterleşme derecelerine göre pektinler hızlı, normal ve yavaş jelleşen pektinler olarak gruplandırılmaktadır (Kar, 1998; Belitz ve ark., 2004). Çizelge 2.2’de pektinin esterleşme derecelerine göre jelleşme hızları gösterilmiştir.

Çizelge 2.2. Jel oluşturma özelliğine göre pektinlerin sınıflandırılması (Belitz ve ark., 2004)

Pektin Çeşidi	Esterleşme Derecesi %	Jel oluşturma süresi (sn)
Hızlı jelleşen	72-75	20-70
Normal jelleşen	68-71	100-135
Yavaş jelleşen	62-22	180-250

Yüksek metoksilli pektin ile düşük metoksilli pektinlerin jelleşme mekanizmaları birbirlerinden farklıdır. Yüksek metoksilli pektinlerin jel oluşturabilmeleri için ortamda fazla miktarda şeker ve asite ihtiyaç vardır. İyi bir jelin oluşması için şeker konsantrasyonunun %50'nin üzerinde olması ve pH değerinin de 3.6'dan düşük olması gerekmektedir (Hosseini ve ark., 2016). Hidrojen bağları ve hidrofobik etkileşimler yüksek metoksilli pektinin jel oluşum mekanizmasında gerçekleşen önemli etkileşimlerdir. Pektin zincirindeki serbest karboksil grupları ile komşu moleküldeki hidroksil grupları arasında hidrojen bağlarının oluşması sonucu 3 boyutlu ağı yapıya sahip jel oluşmaktadır (Şekil 2.7). Oluşan bu jel yapı su moleküllerini bünyesine alarak hapsedmektedir (Li ve ark., 2021). Ortama asit eklendiğinde pektin zincirindeki negatif yükler azalır ve bu şekilde hem pektin ile su hem de pektin molekülleri arasındaki itme kuvveti azalır ve hidrojen bağları oluşur. Ayrıca iyi bir hidrofobik etkileşim olması için ortamın su aktivitesinin düşürülmesi gerekmektedir (Rascon-Chu ve ark., 2009); bu amaçla ortamın şeker konsantrasyonu artırılarak su aktivitesi düşürülür ve pektinin jelleşmesi sağlanır (Moslemi, 2021).

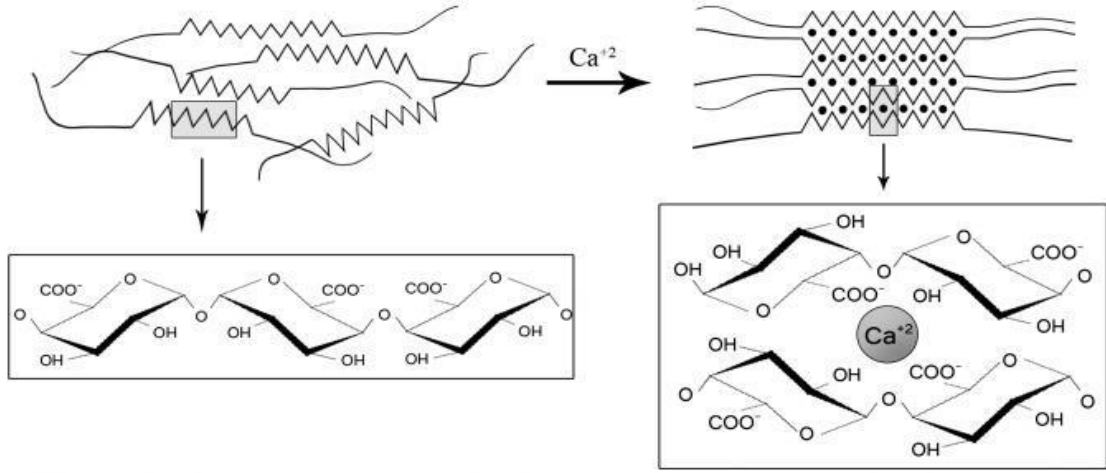


Şekil 2.7.Yüksek metoksilli pektinin jel oluşturma mekanizması (Thakur ve ark., 1997)

Yüksek metoksilli pektinler yüksek esterifikasyon derecesine sahiptir. Esterleşme derecesi arttıkça zincirdeki metil grupları arasında gerçekleşen hidrofobik etkileşimler artar, hidrofobik etkileşimlerin artması ile jelleşme hızlanır. Dolayısıyla yüksek metoksilli pektinler hızlı jelleşirler (Yapo ve Koffi, 2013; Sadi-Döner, 2019; Chen ve ark., 2022). Bu tip pektinler gıda sanayisinde reçel ve jöle ürünlerinde jelleştirici, koyulaştırıcı ve emülgatör olarak kullanılmaktadır (Marić ve ark., 2018).

Düşük metoksilli pektinler, geniş pH aralığında, Ca^{+2} katyonu varlığında, şeker ihtiyacı duymadan jel oluştururlar. Birbirlerine paralel olan galakturonik asit zincirlerindeki karboksil grupları, Ca^{+2} katyonu ile iyonik bağ oluşturarak jelleşirler (Yapo ve Koffi, 2013). Düşük metoksilli pektinlerin esterleşme dereceleri düşük olduğu için, zincirdeki düz bölgeler hidrojen bağları ile bağlanamayıp, ortamdaki Ca^{+2} katyonu ile kuvvetli bir şekilde iyonik bağ yaparlar (Birlik, 2019; Liu ve ark., 2020). Jelleşme için Ca^{+2} katyonu haricinde Mg^{+2} , Al^{+3} , Cu^{+2} gibi iki ve üç değerlikli katyonlarda kullanılabilir (Chen ve ark., 2022). Ayrıca yüksek metoksilli pektinlerin jelleşmesinde olduğu gibi ortamda şeker olması gerekli değildir; bununla beraber az miktarda (%10-20) şeker ilave etmek sineresisi azaltır. Bu şekilde hem jelin istenen sertliği sağlanmış olur hemde gerekli Ca miktarını da azaltılır. Ancak şeker konsantrasyonunu %20'nin üzerine çıktığında şekerin dehidrasyon etkisi hidrojen bağını destekler ve iki değerlikli katyonlarla çapraz bağlanmayı azaltır. Dolayısıyla yüksek şeker konsantrasyonu jel oluşumunu engellemiş olur (Sriamornsak, 2003; Yılmaz ve ark., 2016). Düşük metoksilli pektinlerin jelleşme mekanizması ‘‘yumurta kutusu’’ modeli ile açıklanmaktadır. Bu modele göre; ortamdaki Ca^{+2} katyonu varlığında poligalakturonik zincirlerin her biri 2'ye bükülmüş simetri şeklinde dizilim oluşturur ve bu dizilimler negatif boşluklardan oluşur. Ca^{+2} katyonu da bu negatif boşluklara yerleşir. Bu şekilde yumurta kutusu modeli ile düşük metoksilli pektinler jelleşir (Kirtil ve ark., 2014).

Düşük metoksilli pektinlerin jelleşmeleri yavaştır ve gıda sanayisinde, jelleşmek için şeker ihtiyacı duymadığından dolayı özellikle şeker hastaları için şeker içeriği düşük ürünlerde, diyabetik ürünlerde, sakızlarda, dondurmada, et ve balık konservelerinde sıkça kullanılmaktadır (Thakur ve ark., 1997; Fu ve Rao, 2001). Düşük metoksilli pektinin jelleşme mekanizması Şekil 2.8'de gösterilmiştir.



Şekil 2.8. Düşük metoksilli pektinin jelleşme mekanizması “yumurta kutusu modeli” (Kirtil ve ark., 2014)

2.6. Pektin Kaynakları

Pektin çoğunlukla bütün meyve ve sebzelerin hücre duvarının yapısında bulunur; fakat her kaynak üretimi yapılacak düzeyde pektine veya kalitesine sahip değildir (Perussello ve ark., 2017; Grassino ve ark., 2018). Pektinin molekül ağırlığı ve esterleşme derecesi pektinin jel oluşumunu belirleyen en önemli özelliklerdir. Her kaynaktan elde edilen pektin farklı molekül ağırlığa ve esterleşme derecesine sahip olduğundan jel oluşturma kabiliyetleri de birbirinden farklıdır. Dolayısıyla bir meyvenin fazla miktarda pektin içermesi, o meyveyi tek başına ticari bir pektin kaynağı olarak nitelendirmek için yeterli değildir (May, 1990).

Ticari pektin üretiminde meyve suyu atıkları olan elma posası ve turunçgil kabukları ile ayçiçeği tablası ve şeker pancarı küspesi kullanılmaktadır, bunlar arasında turunçgil kabukları ticari pektin üretiminde fizikokimyasal özelliklerden dolayı daha çok kullanılmaktadır (Simpson ve ark., 1984). Elma posası %10-15 pektin, turunçgil kabukları %20-30 (Sundarraj ve Ranganathan, 2017), şeker pancarı %15-30 (Adetunji ve ark., 2017) ve ayçiçeği tablaları %5-25 (Wiesenborn ve ark., 1999) pektin içermektedir. Şeker pancarı ticari pektin kaynağı bakımından değerlendirildiğinde; üretime geçecek miktarda yüksek pektin verimine sahiptir ve maliyeti de düşüktür, fakat pektinin molekül

ağırlığının düşük olması ve yüksek asetil grupları bulundurmasından dolayı jelleşme gücü elma posası ve turunçgil kabuklarına göre zayıftır (Jarvis, 1982; Thakur ve ark., 1997). Diğer bir kaynak olan ayçiçeği tablaları ise; yüksek miktarda galakturonik asit içerir ve düşük metoksilli pektin açısından zengindir ve %14.3 düşük ve %3.3-5.0 yüksek metoksilli pektin içeriğine sahiptir (Syetkhajy, 2017).

Yukarda sayılan kaynakların dışında farklı bitkisel kaynaklardan elde edilecek pektinlerin de ticari pektin üretimi için kullanılabilmesi için çeşitli bitkisel kaynaklar üzerinde çalışmalar yapılmaktadır. Özellikle meyve sebze atıkları bu amaçla en çok araştırılan kaynaklardır. Bu atıklar genellikle hayvan yemi olarak kullanılmakta ya da atılmaktadır. Bununla beraber bunlardan gıda, ilaç kozmetik gibi pek çok endüstriyel alanlarda kullanılabilecek daha değerli katma değeri yüksek ürünler elde edilebilmektedir. Bunlardan bir tanesi de pektindir (Naqash ve ark., 2017; Gavahian ve ark., 2021; Gerschenson ve ark., 2021). Şimdiye kadar nar kabukları (Keleş, 2019; Güzel ve Akpınar, 2019), kakao kabukları (Chan ve ark., 2013), mango kabuğu (Sommano ve ark., 2018; Nguyen ve ark., 2019), dut dalı kabuğu (Liu ve ark., 2011), sisal atıkları (Santos ve ark., 2015), karpuz kabuğu (Prakash-Maran ve ark., 2014), portakal, elma, kavun, kivi kabukları (Güzel ve Akpınar, 2019), greyluft kabuğu (Wang ve ark., 2015; Tektaş-Taşan, 2018), muz kabukları (Oliveira ve ark., 2016), patates posası (Yang ve ark., 2018), faba fasulyesi kabuğu (Korish, 2015), kurt elması (*Solanum lycocarpum*) (Torralbo ve ark., 2012), havuç posası (Jafari ve ark., 2017), elma posası (Wikiera ve ark., 2015), çarkıfelek meyvesi kabuğu (Oliveira ve ark., 2016a), enginar (*Cynara scolymus L.*) (Sabater ve ark., 2018), jackfruit meyvesi kabuğu (Xu ve ark., 2018) ve patlıcan kabuğu (Kazemi ve ark., 2019) gibi farklı bitkisel kaynaklar pektin üretimi için alternatif kaynak olarak araştırılmıştır. Çizelge 2.3’de farklı bitkisel kaynaklardan üretilen pektin ve verim sonuçları gösterilmiştir.

Çizelge 2.3. Meyve ve sebzelerde bulunan pektin miktarları

Meyve- sebze	Pektin (%)	Kaynaklar
Karpuz kabuğu	14.2-19.3	Petkowicz ve ark., 2017
Kavun kabuğu	6.54	Güzel ve Akpınar, 2019
Papaya kabuğu	11.11-49,83	Koubala ve ark., 2014
Pomela kabuğu	8.32–27.63	Methacanon ve ark., 2014
Elma posası	4.60–20.92	Canteri-Schemin ve ark., 2005
Portakal kabuğu	10.90–24.80	Kaya ve ark., 2014
	11.46	Güzel ve Akpınar, 2019
Greyfurt kabuğu	23.10-27.51	Wang ve ark., 2015
Mandalina kabuğu	15.53	Güzel ve Akpınar, 2017
Limon kabuğu	16.45	Güzel ve Akpınar, 2017
Misket limon kabuğu	15.91	Rodsamran ve Sothornvit, 2019
Şeker pancarı posası	22.4	Mesbahı ve ark., 2005
Havuç kabukları	8.90–9.10	Christiaens ve ark., 2015
Kereviz kabukları	15.40–16.40	Christiaens ve ark., 2015
Muz kabuğu	2.58	Swamy ve Muthukumarappan, 2017
Domates kabuğu	25.42	Sengar ve ark., 2020
Nar kabuğu	7.19	Keleş, 2019
Patates posası	22.86	Yang ve ark., 2019
Pırasa kesme atıkları	10.60–11.00	Christiaens ve ark., 2015
Nefesi meyvesi kabuğu	8.94–15.19	Begum ve ark., 2014
Faba fasulyesi kabukları	9.57–15.75	Korish, 2015
Durian kabuğu (<i>Durio zibethinus</i>)	2.13–10.25	Wai ve ark., 2010

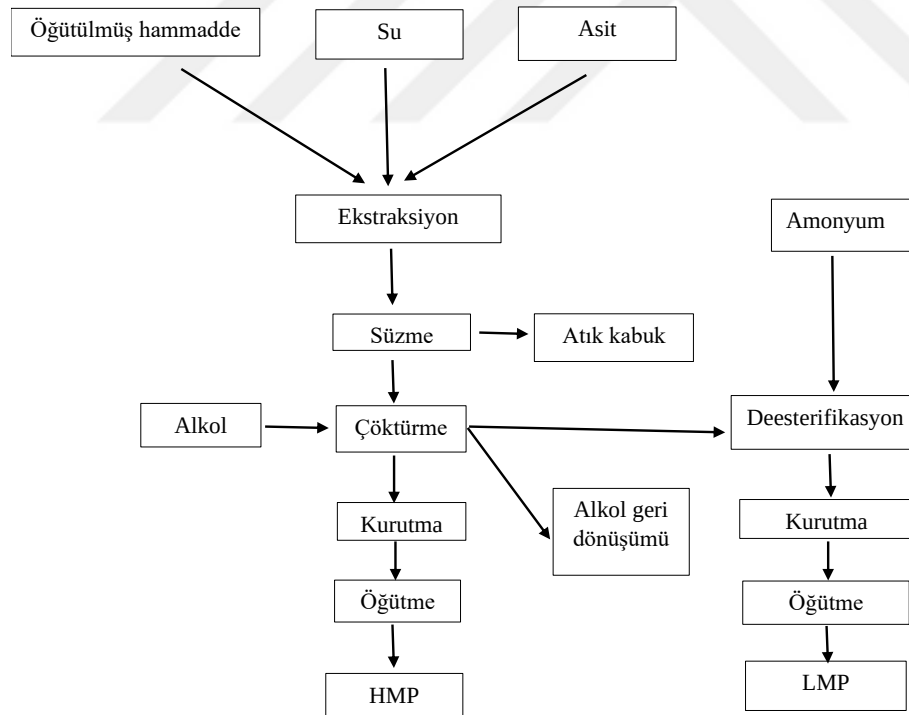
2.7. Pektin Ekstraksiyon Yöntemleri

Bitkisel dokulardan pektin eldesinde, çeşitli ekstraksiyon yöntemleri kullanılmaktadır. Her ne kadar ekstraksiyon yöntemleri farklı olsa da bütün ekstraksiyon yöntemlerinde kullanılan ortak üretim aşamaları bulunmaktadır. Öncelikle kullanılacak hammadde yıkama, kurutma ve öğütme gibi ön işlemlerden geçirilir. Daha sonra asit çözeltisi içinde pektin çözündürülerek ekstrakte edilir, ekstrakt filtre edilir, ekstrakte edilen pektin alkol ile çöktürülür, yıkanır, filtre edilir, kurutulur ve son olarak da öğütülür (Şekil 2.9) (Turakhovhaev ve Khodzhaev, 1993; Srivastava ve Malviya, 2011). Kullanılan ekstraksiyon yöntemi elde edilen pektinin hem kalitesini hem de verimini büyük ölçüde etkilemektedir. Bunun dışında kullanılan bitkisel materyalin cinsi, bitkisel materyalin partikül boyutu, pH, ekstraksiyon süresi ve sıcaklığı, solvent türü ve miktarı verim ve kaliteyi etkileyen faktörlerdir (Grassino ve ark., 2016; Wandee ve ark., 2019).

Ticari pektin, sıcak asit ekstraksiyon yöntemi ile üretilmektedir. Ekstraksiyonda asit olarak çoğunlukla maliyeti az olan HCl ile H_2SO_4 gibi mineral asitler kullanılmaktadır. Mineral asitlerin haricinde bazı organik asitlerde (sitrik asit, propiyonik asit ve asetik asit) kullanılabilir (Fishman ve ark., 2006; Kumar ve ark., 2020). Pektin meyve ve sebzelerin yapısında protopektin formunda bulunmaktadır. Ekstraksiyon işleminin ana prensibi protopektinin asit hidrolizi ile çözünür pektine dönüştürülmesidir. Pektinin bitkisel dokudan ekstraksiyonu üç basamaktan meydana gelir.

- Birinci basamakta protopektin asit ile pektine hidroliz olur ve asit çözeltisi içinde katı faz oluşur.
- İkinci basamakta; hidroliz sonucunda oluşan pektin, katı faz gözeneklerinde çözünmeye başlar.
- En son basamakta ise; katı faz gözeneklerinde çözünen pektin sınır tabakadan dış tarafa doğru dağılmaya başlar. Sonuç olarak bitkisel dokuda bulunan suda çözünmeyen protopektin, suda çözünür özelliğe sahip pektine dönüştürülür ve ekstraksiyonda kullanılan çözeltiliye geçiş yapar (Das ve Arora, 2021).

Pektin üretiminde asit ile ekstraksiyon maliyet olarak düşük olsada, ekstraksiyonda kullanılan HCl, H₂SO₄, HNO₃ gibi asitlerin toksik etkileri, insan sağlığına, çevreye, ekipmanlara zarar vermesi ve ekstraksiyon süresinin uzun olmasından dolayı daha kısa zamanda, daha az enerji ile yüksek verimde pektin elde etmek için yeni ekstraksiyon yöntemleri üzerinde çalışılmaktadır. Ultrason destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon, enzimatik ekstraksiyon, subkritik su (sıvı) ekstraksiyon araştırılan ekstraksiyon yöntemlerinden bazılarıdır. Bu ekstraksiyon yöntemleri, daha az çözücü kullanılmasını, dolayısıyla çözücülerin neden olduğu toksik etkileri azaltarak insan ve çevre sağlığına zararın engellenmesini, ekstraksiyon süresini ve kullanılan sıcaklığı düşürerek daha kısa sürede ve daha kaliteli pektin elde edilerek kullanılan enerji tüketimi azaltmayı hedefler. Bu nedenle bu ekstraksiyon yöntemlerine “Yeşil Teknikler” de denilmektedir (Wen ve ark., 2018).



Şekil 2.9. Düşük metoksilli (LMP) ve yüksek metoksilli (HMP) pektin üretim akım şeması (Dixon, 2008)

2.7.1. Klasik ekstraksiyon yöntemi

Klasik asit ekstraksiyonunda pektin asitli su ile belirli bir süre muamele edilir. Genellikle ekstraksiyon 80-100°C sıcaklıklarında 0.05M- 2M sülfürik, nitrik, fosforik, asetik, sitrik asit veya hidroklorik asit ile asitlendirilmiş su içerisinde gerçekleştirilir. Ekstraksiyonda kullanılan asit, hücre duvarının kompleks çapraz bağlı ağlarını hidrolize ederek, çözünmeyi ve pektin salınımını kolaylaştırır, yüksek sıcaklık ise, hücre duvarını parçalayarak, asit difüzyonunu ve bitki matrisinden pektin salınımını sağlar (Cui ve ark., 2020). Sıcaklık, zaman, hammaddenin partikül boyutu, hammadde kaynağı, katı/solvent oranı, solvent, pH gibi faktörler pektin verimini ve kalite özelliklerini etkiler (Kulkarni ve Vijayanand, 2010; Torralbo ve ark., 2012).

KE yönteminin ekonomik avantajın dışında pek çok da dezavantajı bulunmaktadır. Kullanılan güçlü mineral asitler, yüksek ekstraksiyon sıcaklıkları ve ekstraksiyon süresinin de uzun olması pektin molekülünün yapısına zarar verir ve bu durum daha düşük kaliteli ve daha düşük verimde pektinin üretilmesine neden olur (Bagherian ve ark., 2011; Georgiev ve ark., 2012). Bu asitler sadece pektin yapısına değil çevreye de oldukça zarar vermektedir. Alternatif olarak çevre dostu organik asitlerinde (sitrik asit, asetik asit, laktik asit, tartarik asit vb.) ekstraksiyonda kullanılabilir ve organik asitlerin ayrıştırma sabitlerinin düşük olmasından dolayı mineral asitlere göre hidroliz etme kapasiteleri daha düşüktür. Bu durum ekstrakte edilecek pektinin daha az depolimerize olması anlamına gelmektedir (Mao ve ark., 2019). KE yönteminde pektin ekstraksiyonu uzun sürede ve yüksek sıcaklıkta gerçekleşir. Süre ve sıcaklığa bağlı olarak özellikle sıcaklığa hassas bileşiklerde termal bozunum gerçekleşir ve pektin yüksek sıcaklıktan dolayı zarar görür. Dolayısıyla pektin veriminde ve kalitesinde azalma görülmektedir. Ayrıca ekstraksiyon süresinin uzun olması ve yüksek sıcaklıklar kullanılması, yüksek enerji tüketimine de sebep olmaktadır. Çizelge 2.4’de KE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmaları özetlenmiştir. Çizelgeden görüldüğü üzere yüksek ekstraksiyon sıcaklığı ve çözücünün asitliğinin artırılması (düşük pH) bitki hücre duvarını daha iyi parçaladığından pektinin çözünmesini ve salınımını arttırmış, sonuç olarak daha yüksek pektin verimleri elde edilmiştir.

Çizelge 2.4. Çeşitli bitkisel gıda atıklarından KE yöntemiyle elde edilen pektin verimleri

Bitki materyali	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	Çözücü	Verim (%)	Kaynak
Portakal kabuğu	82	50	pH 1.7, HCl	2.95	Georgiev ve ark., 2012
Limon kabuğu	90	120	pH 1.5, HCl	28.57	El Fihry ve ark., 2022
Greyfurt kabuğu	80	180	pH 1 H ₂ SO ₄	38.88	Tektaş-Taşan, 2018
Kivi kabuğu	50	60	pH 2.2, Sitrik asit	3.83	Yuliarti ve ark., 2015
Havuç posası	50-90	30-150	pH 0.5–2.5, Sitrik asit	5–15.2	Jafari ve ark., 2017
Bal kabağı kabuğu	80	60	pH 2, Nitrik asit	6.24	Hamed ve Mustafa, 2018
Nar kabukları	70-90	40-150	pH 2-4, Sitrik asit	3.92–11.18	Pereira ve ark., 2016
Kivi meyvesi				11.46	
Nar kabuğu				6.13	
Kavun kabuğu	80	60	pH 1, Sitrik asit	6.54	Güzel ve Akpınar, 2019
Portakal				8.3	
Kabuğu				13.30	
Elma kabuğu					
Çarkıfelek meyvesi kabuğu	70-98.7	30-90	pH 1-3, HCl	7.48–14.80	Kulkarni ve Vijayanand, 2010
Pomelo kabuğu	88	141	pH 1.80, Sitrik asit	39.72	Liew ve ark., 2018
Kakao kabuğu	95	45	pH 2.5, Askorbik asit	4.2	Priyangini ve ark., 2018

2.7.2. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemi

Mikrodalga destekli ekstraksiyon, son zamanlarda yoğun bir şekilde araştırılan tekniktir. Mikrodalgalar 300 MHz-300 GHz aralığındaki elektromanyetik dalgalarlardır. Mikrodalga destekli ekstraksiyon işleminde, kullanılan ekstraksiyon çözücüsü mikrodalga enerjisi ile ısıtılır. Bu yüksek enerjili dalgalar, direkt olarak materyale etki eder. Materyal ise bu elektromanyetik dalgaların yaydığı enerjinin bir bölümünü absorbe eder ve absorblanan enerji ısıya dönüşür (Destandau ve ark., 2013). Genel olarak ticari mikrodalga cihazlarında frekans olarak en fazla 2450 MHz uygulanmaktadır ve 600-700 Watt enerjiye karşılık gelmektedir (Türken-Akçay, 2021). Mikrodalga ekstraksiyondaki ısıtma ile KE'deki ısıtma birbirinden farklıdır. Geleneksel ısıtma da ısıtma cihazından ortama ısı transferleri gerçekleşir, materyale konveksiyon akım şeklinde ısıtma yapılır. Mikrodalga teknolojisinde ise, elektromanyetik dalgalar ısıtılacak materyale direkt etki eder ve sadece bitki matriksine ısıtma yapılır, ekstraksiyon ortamı ısıtılmaz. Böylelikle numune daha hızlı bir şekilde ısıtılır ve daha yüksek verimde ekstrakt elde edilir (Chemat ve ark., 2017; Sevindik ve Selli, 2017).

Mikrodalga ekstraksiyon işleminde ışınların ısıya dönüşümü, dipol dönüşü ve iyonik iletkenlik etkileri ile gerçekleşir. Bu etkiler molekülleri harekete geçirir ve bitkisel materyalin sıkı, sert yapıdaki hücre duvarını gevşetir. Isı yardımı ile de çözücünün bitkisel doku ile etkileşimi artar ve böylece bitkisel dokunun yapısındaki pektin ekstrakte edilir (Kumar ve ark., 2020). Mikrodalga destekli ekstraksiyonda, kısa sürede hızlı ısı oluşumu KE yöntemiyle karşılaştırıldığında etkili ve avantajlı bir teknik olduğu görülmektedir. KE'deki uzun ekstraksiyon saatleri, mikrodalga ekstraksiyonunda dakikalara indirilmiştir (Pangestu ve ark., 2020).

Mikrodalga ekstraksiyon yönteminde ekstraksiyon verimine; hammadde, süre ve sıcaklık, mikrodalga gücü, çözücünün türü, pH ve numune ağırlığı gibi faktörler etki etmektedir. İyi bir verim için uygun bir çözücü seçilmesi gerekmektedir ve ekstraksiyon çözücüsünün mikrodalga ışınlarını absorplayabilme özelliği olmalıdır. Çözücülerin mikrodalga ışınlarını absorblayamadığı durumda ısınma gerçekleşemez. Dolayısıyla ısınmanın olmaması düşük bir ekstraksiyon verimine neden olur (Wang ve Weller, 2006; Panja, 2018). Yine çözücünün, bitki matriksi-çözücü etkileşimi ve matriksin çözücü de

    nebilmesi dikkate alınmalıdır. Ekstraksiyon         n n dipol momenti ne kadar y ksek olursa, ısınma hızı da o kadar hızlı olur. Dipol momenti d    k         de, y ksek dipol momente sahip         le karı  tırılarak daha hızlı ısınma sa  lanabilir (Lopez-Avila, 1999; B    ktuncel, 2013). Ekstraksiyonu etkileyen ba  ka bir fakt  r ise ekstraksiyon s  residir. Mikrodalga g  c  n n y ksek olmasıyla, y ksek derecede ısı a    a   kar; e  er s  re uzun tutulursa, uzun s  re y ksek ısıya maruz kalan bile  enler zarar g  rerek bozulabilir. Bu sebeble mikrodalga ekstraksiyonunda ekstraksiyon s  resi kısa olmalıdır (Dao ve ark., 2021).

Mikrodalga destekli ekstraksiyonun pek   ok avantajları bulunmaktadır. Daha az        kullanımı, kısa s  rede hızlı ısıtma sa  laması ve kısa ekstraksiyon s  resi, daha y ksek verimde ve d    k maliyette kaliteli   r  n elde edilmektedir. Dezavantajı ise;   retim bakımından k    k hacimlerde   alı  ılmaktadır. Bu nedenle sanayi ortamında kullanılması sınırlıdır. Ayrıca eksrakte edilecek bile  ikler veya         ler polar de  il ise veya u  ucu bile  ikler ise d    k miktar verimle ekstraksiyon ger  ekle  mektedir (Chemat ve ark., 2017).   izelge 2.5’de bitkisel kaynaklardan mikrodalga y  ntemi ile ekstrakte edilen pektin   alı  maları   zetlenmi  tir.

Çizelge 2.5. Çeşitli bitkisel gıda atıklarından mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri

Bitki materyali	Mikrodalga gücü (W)	Süre (dakika)	Çözücü	Verim (%)	Kaynak
Bal kabağı posası	1200	10	HCl, pH 2.5	7.1	Košťálová ve ark., 2016
Şeker pancarı posası	150-250	2-4	H ₂ SO ₄ , pH 1-2	5-32.4	Li ve ark., 2012
Çarkıfelek meyvesi kabuğu	356-628	3-9	Tartarik asit, pH 2	15.3-30.3	Seixas ve ark., 2014
Limon kabuğu	300-700 W	1-3	Sitrik asit, pH 1.5-3.0	5.80-25.31	Rahmani ve ark., 2020
Dragon meyvesi kabuğu	300-800	1	HCl, pH 2.07	11.8-18.5	Rahmati ve ark., 2019
Greyfut Kabuğu	360	1.5	H ₂ SO ₄ , pH 1	20.93	Tektaş-Taşan, 2018
Muz kabuğu	900	1.5	HCl, pH 3	2.18	Swamy ve Muthukumarappa n, 2017
Portakal kabuğu	300-700	1-3	Sitrik asit, pH 1-3	5.2-26.4	Hosseini ve ark., 2016
Fil elması (<i>Dillenia Indica</i>)	170-510	3-9	HCl, pH 1.50-2.50	8.60-20.22	Kamal ve ark., 2020

2.7.3. Enzim destekli ekstraksiyon yöntemi

Enzim destekli ekstraksiyon diğer bir yeni yeşil tekniktir. Enzimatik ekstraksiyonun temel amacı bitkisel materyallerin hücre duvarının enzimler tarafından hidroliz ederek hücre duvarındaki aktif bileşenlerin çözücüye geçişini sağlamaktır (Landbo ve Meyer, 2001). Enzimler, selüloz veya hemiselülozları hidrolize ederek bitki hücre duvarını parçalar, böylece kompleks selüloz/hemiselüloz ağı içinde hapsolmuş pektin serbest bırakılır. Enzimatik ekstraksiyonda pektin eldesi için en yaygın olarak kullanılan enzimler selülaz, protopektinaz, proteaz, hemiselülaz ve ksilanazdır. Bu yöntemde numune, enzim ve çözücü (çoğu durumda su) karışımı, düşük sıcaklıklarda (30-60°C), 3-48 saat aralığında, ılımlı pH'larda hidroliz edilir (Landbo ve Meyer, 2001; Dominiak ve ark., 2014; Dranca ve ark., 2020). Yöntemin ana avantajı, çevre dostu bir süreç olmasıdır. Diğer diğer ekstraksiyon yöntemlerinde kullanılan organik veya kimyasal çözücüler yerine su kullanılmaktadır (Şengül ve Topdaş, 2019). Enzimler sayesinde kullanılan solvent/kimyasal madde miktarı azaltılır, dolayısıyla daha yüksek oranda pektin elde edilerek, pektin veriminde artış sağlanır (Puri ve ark., 2012).

Enzimatik ekstraksiyon yönteminde; ekstraksiyon süresi, kullanılan enzim tipi ve konsantrasyonu, ekstraksiyon sıcaklığı, pH, sıvı/katı oranı, hammaddenin partikül boyutu pektin verimini ve kalitesini etkileyen parametrelerdir (Poojary ve ark., 2017). Bu ekstraksiyonda, 2 ana yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemler;

1. Pektini hidroliz eden enzimleri kullanarak, pektininin izole edilmesi
2. Bitkisel materyalin hücre duvarını parçalayabilen selülaz, amilaz, ve hemiselülaz gibi enzimleri kullanarak pektinin izole edilmesidir (Panouille ve ark., 2006).

Enzimatik ekstraksiyon yöntemiyle pektin eldesinde ikinci yöntem daha sık kullanılmaktadır. Bu yönteme göre; bitkisel materyalin hücre duvarı yapısındaki pektin dışındaki polisakkaritlerin hidrolizi gerçekleştirilir. Dolayısıyla diğer polisakkaritlerin hidrolizi sonucu geriye sadece pektin kalır ve pektin bu şekilde açığa çıkartılır. Bu amaç için selülaz en çok kullanılan enzimdir. Selülaz enzimi selülozun hidrolizini gerçekleştirir ve böylece pektin ekstrakte edilir. Birinci yöntem ise çoğunlukla yüksek metoksilli pektin

kaynaklarından düşük metoksilli pektin elde etmek için kullanılmaktadır (Ptichkina ve ark., 2008; Khan ve ark., 2013; Zhao ve ark., 2015).

Enzimatik yöntemin çevre dostu bir yöntem olmasının yanında, ekstraksiyon işleminin düşük sıcaklıkta ve asidik pH'ya ihtiyaç olmaması nedeniyle pektin molekülü daha az hasar görür ve ekstraksiyon sonucu elde edilen pektinler yüksek molekül ağırlığına sahiptir (Dehghan-Shoar ve ark., 2011). Ayrıca bu şekilde yüksek sıcaklıklara karşı hassas bileşenlerin de zarar görmesi engellenir. Düşük ekstraksiyon sıcaklığının kullanılması daha az enerji tüketimini sağlar, kimyasal çözücülerin kullanılmaması ve daha az çözücü kullanımı, pektini çökeltmek için kullanılacak alkol miktarını da azaltır (Ptichkina ve ark., 2008; Puri ve ark., 2012). Enzimatik ekstraksiyon yöntemi bu kadar avantaja sahip olmasına rağmen, endüstriyel ölçekte kullanımını engelleyen dezavantajlara sahiptir. Kullanılacak enzimlerin pahalı olması, endüstriyel ölçekte kullanımını engelleyen en önemli faktördür. Diğer bir dezavantajı ise; 3-48 saat arası uzun ekstraksiyon sürelerine sahip olmasıdır (Marić ve ark., 2018). Enzimatik ekstraksiyonda farklı enzim karışımları da kullanılabilir. Yapılan birçok çalışmada farklı enzim karışımlarının pektin verimini arttığı tespit edilmiştir (Abou-Elseoud ve ark., 2021). Çizelge 2.6'da bitkisel kaynaklardan enzim destekli ekstraksiyon yöntemi ile ekstrakte edilen pektin çalışmaları özetlenmiştir.

Çizelge 2.6. Çeşitli bitkisel gıda atıklarından enzim destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri

Bitki materyali	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	Enzim	Verim (%)	Kaynak
Balkabağı (<i>Cucurbita moschata</i>)	30	20	Hemicellulase (xylanase, arabinoxylanase)	6.12	Fissore ve ark., 2009
	30	20	Cellulase (endoglukanaz)	4.70	
Balkabağı posası (<i>Cucurbita mixta</i>)	30	20	Selülaz + α -amilaz	10.3	Cui ve Chang, 2014
Patates posası	35	30.4	Endo-PG	9.4	Khodaei ve Karboune, 2014
Yeşil çay yaprağı	30	3	Viscozyme® L (arabanaz, selülaz, β -glukanaz, hemiselülaz ve ksilanaz)	8.5	
			FoodPro® CBL	5.1	Zhang ve ark., 2020
Yuzu posası (<i>Citrus junos</i>)	40	1	fungal β -glukanase	7.3	Lim ve ark., 2012
			<i>Aspergillus awamori</i> (ksinaz, selülaz, β -glukozidaz, endopolygalacturonase, pectinesterase)	14.0	
Balkabağı posası	45	3	<i>Basillus macerans</i> (ksinaz, endopolygalacturonase, pectinesterase)	10.5	Ptichkina ve ark., 2008
Nar kabuğu	40	2.58	Selülaz	7.19	Keleş, 2019
Şeker pancarı posası	50	4	Selülaz	8.4	Abou-Elseoud ve ark., 2021
			Ksilanaz	6.8	
			Selülaz + Ksilanaz	28.8	
Çarkıfelek meyvesi kabuğu	35–85	0.5–2	Celluclast 1.5 L (Cellulase)	2.59–9.17	Liew ve ark., 2016

2.7.4. Sub-kritik su destekli ekstraksiyon yöntemi

KE yönteminin dezavantajlarından dolayı araştırılan diğer bir ekstraksiyon yöntemi de subkritik su ekstraksiyonudur. Bu ekstraksiyon yöntemine basınçlı sıcak su ekstraksiyonu ya da hızlandırılmış sıvı ekstraksiyonu da denilmektedir (Nieto ve ark., 2010). Ekstraksiyonda yüksek basınç uygulanarak çözücüyü sıvı formda ve kritik noktasının altında tutulması amaçlanır (Wijngaard ve ark., 2012). Subkritik su; herhangi bir faz değişimi görülmeyen, kaynama noktasından çok daha yüksek sıcaklıklara ulaşan yüksek basınçlı sıvı sudur (Zakaria ve ark., 2015). Ekstraksiyonda farklı birkaç çözücüler (metanol, toluen, diklorometan vb.) kullanılabilse de, en fazla kullanılan çözücü sudur (Sun ve ark., 2012). Suyun oda sıcaklığı ortamında dielektrik sabiti 79'dur, sıcaklık 200°C'ye artırıldığında bu değer 27'ye düşmektedir. Oda sıcaklığında metanolün dielektrik sabiti 33, etanolün ise 24'tür. Sıcaklığın artmasıyla suyun dielektrik sabiti metanol ve etanolün dielektrik sabiti arasında bir değere ulaşır ve polaritesi metanol ve etanolün polaritesine benzer, iyonik ve iyonik olmayan bileşenleri çözme yeteneğine sahip olur (Teo ve ark., 2010).

Yüksek basınç ile analit ve çözücü arasındaki etkileşim artırılır, çözücünün matriks içine penetrasyonu artar ve bu şekilde ekstraksiyon daha kolay gerçekleşir (Richter ve ark., 1996). Bu yöntem daha az çözücü kullanılmasını, difüzyon hızının ve kütle transfer hızının artmasını ve ekstraksiyonunda daha hızlı gerçekleşmesini sağlar. Ayrıca sıcaklık arttıkça çözücünün viskozitesi ve yüzey gerilimi azalır ve bu durum pektin moleküllerinin suda çözünmesini artırır ve buna bağımlı olarak verim de artar (Şengül ve Topdaş, 2019). Ekstraksiyonda süre, kullanılan solvent türü ve hacmi, numune miktarı ekstraksiyon verimine etki etmektedir (Kronholm ve ark., 2007). Subkritik su ekstraksiyonunun en önemli dezavantajı maliyetidir. Ekstraksiyon yüksek sıcaklıkta gerçekleştiği için sıcaklığa hassas bileşikler için dezavantajdır. Ayrıca ekstraksiyon verimi ekstrakte edilecek matrikse bağlıdır (Nakilcioğlu ve Ötleş, 2014). Çizelge 2.7'de bitkisel kaynaklardan sub-kritik su destekli ekstraksiyon yöntemiyle ekstrakte edilen pektin çalışmaları özetlenmiştir.

Çizelge 2.7. Çeşitli gıda atıklarından sub-kritik su destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri

Bitki materyali	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Verim (%)	Kaynak
Mandalina kabuğu	120	5	21.9	Wang ve ark., 2014
Pomelo kabuğu (<i>Citrus grandis</i> (L.) Osbeck)	120	20	19.6	Liew ve ark., 2018
Ayçiçeği başları	120	20	6.57	Ma ve ark., 2020
Muz kabukları	140	5	4.10	Rasidek ve ark., 2021
Soğan kabuğu	145	10.5	9	Benito-Román ve ark., 2022

2.7.5. Ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi

Asit ekstraksiyonunun çeşitli olumsuz etkilerini ortadan kaldırmak için araştırılan ve üzerinde çalışılan diğer bir ekstraksiyon tekniği ise ultrason destekli ekstraksiyon (UDE)'dur. Bu yöntem ultrasonik ses dalgalarının kritik değere ulaştığında şiddetli bir şekilde patlaması ve patlama sonucu bitki hücre duvarının parçalanarak, hücrenin içindeki bileşenlerin çözücüye geçişi esasına dayanmaktadır (Zhu ve ark., 2017; Fu ve ark., 2020).

Ultrasonik dalgaların ilk keşfi 1880 yılında Pierre Curie tarafından pizoelektrik etkinin bulunmasıyla başlamıştır. Pizoelektrik etkinin keşfedilmesi, ultrases teknolojisi çalışmalarını hızlandırmıştır (Arvanitoyannis ve ark., 2017). 1917 yılında Langev, tank içindeki balıklara ultrasesin gönderilmesiyle balıkların öldüğünü tespit etmiştir. İkinci dünya savaşlarında denizaltına gönderilen ses dalgalarının balıkları öldürdüğü görülmüş ve böylece ultrasesin biyolojik canlılara zarar verdiği tespit edilmiştir. 1940'lı yıllarda tıpta kanser tedavilerinde ve ameliyatta dokuların sterilizasyonunu sağlamak için kullanılmaya başlanmıştır. Günümüzde ise ultrases teknolojisi sağlık, nanoteknoloji, gıda endüstrisi, yüzey temizliği gibi pek çok alanda kullanılmaktadır (Shankar ve Pagel, 2011).

Ses dalgaları, boşlukta iletilmeyen, katı, sıvı ya da gaz formundaki ortamlarda yayılma gösteren boyuna dalgalardır. Ses dalgaları, yayıldığı ortamda sıkışma-genleşme hareketi ile ilerleme gösterirler ve bu dalgalar frekans, genlik ve dalga boylarına sahiptir. Ses, dengede bulunan taneciklerin mekanik titreşimleridir. Mekanik titreşimlerin 1 saniyedeki sayısı frekans, sıkışma ve genleşme alanları arasında meydana gelen basınç değişim derecesi ise genliktir (Tüfekçi ve Özkal, 2015; Dinçer ve Topuz, 2018). Ses dalgalarının birbirlerine yakın iki tepe arasındaki mesafe ise dalga boyunu (λ) ifade etmektedir (Dinçer ve Topuz, 2018). İnsan kulağı 16 Hz-20 kHz aralığındaki ses frekanslarını duyabilirken, 20 kHz frekansından yüksek ses dalgalarını duyamamaktadır. Bu ses dalgalarına ultrason (ultrases) denilmektedir. Ultrasonik ses dalgaları 20 kHz üzerindeki ses dalgalarıdır (Gavahian ve ark., 2021). Ses frekans birimi Hertz (1 devir/saniye)'dir. Ultrason, insan kulağının duyma eşiğinin çok üstündeki frekansta, katı, sıvı ya da gaz ortamında sıkışma ve genleşme döngüleriyle hareket eden ses dalgalarıdır (Mason ve ark., 1996) ve bir başka ifade ile tanımla ultrason, saniyede 20.000 ya da daha fazla titreşim gösteren ses dalgalarının oluşturduğu bir enerjidir (Okuroğlu ve ark., 2019). Ultrasonik ses dalgalarının ortam içinde yayılabilmesi için ultrasonik ses dalgaları (20 kHz ila 10 MHz frekans aralığında) üreten cihazlar kullanılmaktadır; bununla beraber uygulanacak işleme göre değişik frekanslarda kullanılabilir (Singla ve Sit, 2021). Ultrasonik ses uygulamaları ses gücü (W), ses yoğunluğu (W/m^2) veya ses enerji yoğunluğu ($W.s/m^3$) ile ifade edilmektedir (Knorr ve ark., 2004).

Ultrasonik ses dalgaları frekans ve yoğunluk aralıklarına göre yüksek enerjili (Düşük frekans, yüksek yoğunluk) ve düşük enerjili (yüksek frekans, düşük yoğunluk) olarak ikiye ayrılır. Düşük enerjili ultrason 100 kHz ve üstündeki frekanslar ve $1 W/cm^2$ 'nin altında enerji yoğunluğuna, yüksek enerjili ultrason ise 20-100 kHz frekans ile $10-1000 W/cm^2$ enerji yoğunluğu alanlarına sahiptir (Bhargava ve ark., 2021). Düşük enerjili ultrases dalgaları, uygulandığı materyalin fiziksel ve kimyasal yapısında herhangi bir değişikliğe neden olmaz ve gıdaların sertlik, olgunluk, kompozisyon, parçacık büyüklüğü gibi fizikokimyasal özelliklerinin tayininde kullanılmaktadır (Zhang ve ark., 2017). Yüksek enerjili ultrases dalgaları ise, gıdaların fiziksel ve kimyasal yapısını doğrudan etkilemektedir (Téllez-Morales ve ark., 2020) ve gıdalarda mikrobiyal ve enzimatik

inaktivikasyon, homojenizasyon, kristalizasyon ve emülsüfikasyon gibi özellikleri gerçekleştirmek için kullanılmaktadır (Ashokkumar ve ark., 2010; Awad ve ark., 2012).

UDE'nin etki mekanizması kavitasyon oluşumu ile açıklanmaktadır. Ultrases dalgaları sıvı ortamda ilerlerken birbirini takip eden sıkışma-genleşme döngüleriyle ilerler. Genleşme döngüsünde moleküller birbirlerinden ayrılırken, sıkışma döngüsünde tekrar bir araya gelirler. Ultrasonik ses dalgası genleşme döngüsünde negatif basınç oluşur ve sıvının noktasal çekme kuvvetini geçtiğinde küçük hava kabarcıklar oluşur. Bu kabarcıklar genleşme-sıkıştırma döngüleri etkisi ile giderek büyür ve kritik değere ulaştıklarında patlarlar. Bu olaya kavitasyon denilmektedir (Fu ve ark., 2020). Tüm bu kavitasyon süreci 400 μ s (mikrosaniye)'de gerçekleşir ve patlayan kabarcıkların yaklaşık sıcaklığı 5000°C ve basıncı ise 2000 atm ulaşmaktadır (Das ve Arora, 2021; Deng ve ark., 2022). Hücre duvarının yakınında kavitasyon kabarcıkları şiddetli bir şekilde patlar ve patlama ile hücre duvarı hasara uğrar ve mekanik olarak parçalanır. Hücre duvarının parçalanması ile hücrenin içinde bulunan bileşenler çözücüye kolay ve hızlı bir şekilde geçer. Ultrases uygulaması ile partikül çapı küçülür. Partikül çapının küçülmesi ile katı ve sıvı bölümler yüzey alanı da artar. Ultrasonik dalgaların mekaniksel aktivitesi ile çözücü dokulara hızlı bir şekilde dağılır ve kütle transfer hızı artar (Shirsath ve ark., 2012; Zhu ve ark., 2017).

UDE yönteminde kavitasyon oluşumunu etkileyen birkaç parametreler vardır; bunlar ultrasonik frekans, ultrasonik güç, ultrasonik yoğunluk, çözücü özellikleri (viskozite, yüzey gerilimi, buhar basıncı), sıcaklık, çözünmüş gazların varlığı ve dış basınçtır. Bu parametreler ekstraksiyon sürecinde oldukça önemli olup, ekstraksiyon verimliliğini doğrudan etkilemektedir (Capelo-Martínez ve ark., 2004; Wen ve ark., 2018). UDE işleminde frekansın düşük olması kavitasyon oluşumunu olumlu yönde etkilemektedir ve ekstraksiyonda en fazla 20 kHz-100 kHz aralıklarındaki frekanslar kullanılır. Kavitasyon kabarcıkları düşük frekanslarda daha büyük boyutta oluşur. Yüksek frekanslar ise kavitasyon oluşumunu negatif yönde etkiler (Esclapez ve ark., 2011) ve kavitasyon oluşumu da düşük olur. Kavitasyon kabarcıklarının oluşması için sıkışma-gevşeme döngülerinin çok hızlı gerçekleşmemesi, kavitasyon kabarcıklarının oluşmasına izin verecek sürede gerçekleşmesi gerekir. Yüksek frekanslar gevşeme döngüsünün kısa

sürede oluşmasına neden olur. Eğer gevşeme döngüsü kısa sürede gerçekleşirse kavitasyon kabarcıkları iyi bir şekilde büyüyemez. Frekans ile gevşeme döngüsünün süresi ters orantılıdır. Bu yüzden ekstraksiyonda yüksek frekanslar kullanılacak ise, kavitasyonun oluşabilmesi için genliğin büyük olması gerekmektedir (Chemat ve ark., 2011; Leong ve ark., 2011). Ultrasonik yoğunluk direkt olarak genlik ile ilişkilidir. Ultrasonik yoğunluğun artması akustik genliği artırır ve kavitasyon kabarcıklarının daha şiddetli şekilde patlamasına sebep olur (Niazi ve ark., 2014; Dedebaş ve ark., 2021). UDE işleminde iyi bir kavitasyon sağlanıp, yüksek verim elde edilebilmesi için ekstraksiyonda kullanılan çözücünün viskozitesi, buhar basıncı ve yüzey gerilimi önemli faktörlerdir. Bu faktörler kavitasyon eşiğini önemli derecede etkilemektedir. Sıvı içinde kavitasyon kabarcıklarının oluşması için gevşeme hareketlerinde oluşan negatif basıncın, sıvının molekülleri arasında oluşan kohezif kuvvetlerini aşması gerekmektedir. Kullanılan çözücünün viskozitesi veya yüzey gerilimi yüksek ise bu kohezif kuvvetleri aşmak zorlaşmaktadır. Sonuç olarak negatif basınç, kohezif kuvvetlerini aşmadığı için kavitasyon oluşumu zorlaşmakta ve kavitasyon eşiği de önemli ölçüde yükselmektedir. Çözücünün viskozitesi ve yüzey gerilimi yüksek ise, kavitasyon oluşumunu sağlamak için yüksek ultrasonik güç kullanılmalıdır; çünkü yüksek viskoziteli materyal, ultrases cihazının hareketine karşı direnme gösterir ve kavitasyon kabarcıklarının oluşması için gerekli ultrasonik mekanik titreşimler sağlanamaz. Ultrasonik güç yükseltildiğinde kavitasyonun oluşması için gerekli mekanik titreşimler sağlanmış olacaktır (Zia ve ark., 2020).

UDE’de, daha çok buhar basıncı düşük çözücüler kullanılmaktadır. Düşük buhar basınçlı çözücülerde kavitasyon kabarcıklarının bir araya gelmesi, buhar basıncı yüksek çözücülere göre daha iyi gerçekleşmektedir (Zia ve ark., 2020). Yüksek sıcaklık viskozite ve yüzey gerilimini düşürürken, buhar basıncının artmasına neden olmaktadır. Buhar basıncının artması buharların yoğun bir şekilde kavitasyon kabarcıklarının içine girmesine neden olmakta ve kavitasyonu olumsuz yönde etkilemektedir. Kavitasyon kabarcıkları içinin çözücü buharları ile dolması, çok düşük şiddette patlamaların oluşmasına neden olarak sonikasyon etkisi azalacaktır (Rao ve ark., 2021). UDE ile yapılan araştırmalarda 20°C-70°C arasındaki sıcaklıkların yüksek ekstraksiyon verimiyle sonuçlandığını, 70°C’nin üzerine çıkıldığında verimi düşürdüğü tespit edilmiştir. Yine birçok araştırmacının yaptığı çalışmalar, UDE sıcaklığının 30°C’nin altında tutulduğunda

verimi iyi bir şekilde arttığı tespit edilmiştir (Zhang ve ark., 2008; Esclapez ve ark., 2011). Sonuç olarak yüksek ekstraksiyon verimi için sıcaklığın düşük tutulması gerekmektedir. Ayrıca sadece verim değil, sıcaklığa hassas materyallerin bozulmaması içinde önemlidir. Bu nedenle ekstraksiyonda sıcaklık, sürekli kontrol edilerek sıcaklık artışı önlenmelidir (Sališová ve ark., 1997; Zia ve ark., 2020).

Ekstraksiyon işleminde dış basınç artırılması, sıvı buhar basıncını azaltır ve kavitasyonun oluşabilmesi için kullanılacak enerji miktarının artmasına neden olur. Kullanılan enerji eşik değerinin, üstüne çıkıldığında kavitasyon kabarcıklarının patlamaları basınç olmayan ekstraksiyon ortamına kıyasla daha şiddetli olmakta ve bu şekilde daha etkili bir ultrases oluşmaktadır (Aadil ve ark., 2017; Yaman, 2017). Kavitasyon kabarcıkları sıvı içinde bulunan çözünmüş gazlardan meydana gelmektedir. Dolayısıyla ekstraksiyon ortamında çözülebilir gazların olması kavitasyon kabarcıklarının oluşumunu kolaylaştırır (Dedebaş ve ark., 2021).

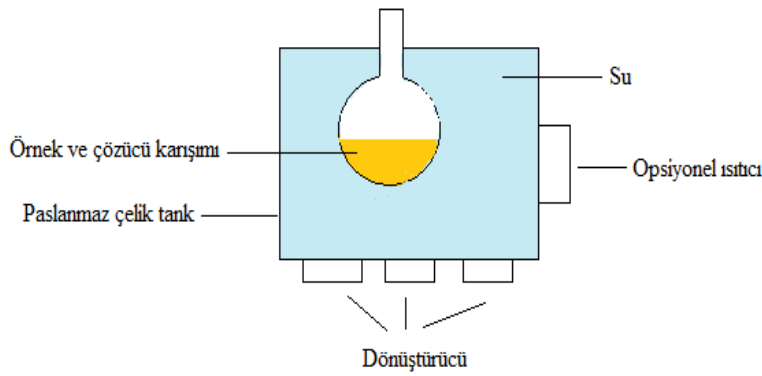
Ultrases dalgaları üreten cihaz sistemleri, jeneratör, dönüştürücü (transdüser) ve dağıtıcı olmak üzere üç ana bölümden oluşmaktadır. Jeneratör birimi, elektrik enerjisini alternatif akıma dönüştürüp, dönüştürücü birimine iletir. Bu alternatif akım, dönüştürücü yardımıyla mekanik titreşimlere dönüştürülüp, dağıtıcı bölümüne aktarılır. Dağıtıcı bölümde mekaniksel titreşimleri sıvı ortama iletir (Yaman, 2017).

Ultrasonik ses dalgalarının ortama dağıtılmasında, ultrasonik banyo (Şekil 2.10) ve ultrasonik prop (Şekil 2.11) olmak üzere iki tip cihaz sistemi kullanılmaktadır. Ultrasonik banyo, paslanmaz bir çelik tanktan oluşmakta ve tankın altında da bir veya birkaç dönüştürücü (transdüser) bulunmaktadır. Dönüştürücüler ultrasonik titreşimleri çelik tanka iletir, çelik gövde de titreşimleri banyo içindeki sıvıya, sıvıda bu titreşimleri ekstraksiyon kabına iletilir. Cihazda sıcaklığın kontrollü bir şekilde ilerlemesi için sıcaklık kontrol sistemi bulunmakta ve genel olarak çalışma frekansları 40 kHz'dir (Mulet ve ark., 2003; Chemat ve ark., 2017). Ultrasonik su banyosu ekstraksiyonunda, ekstraksiyon kabı içindeki öğütülmüş materyal ve solvent karışımı su banyosu içine yerleştirilir. Ultrases dalgaları ile oluşan kavitasyon materyalin hücre duvarına zarar verir ve hücre duvarında parçalanmalar oluşur. Fiziksel olarak hasara uğrayan hücre içine solvent kolay bir şekilde girer ve hücre içindeki bileşikler dışarıya hızlı bir şekilde çıkış

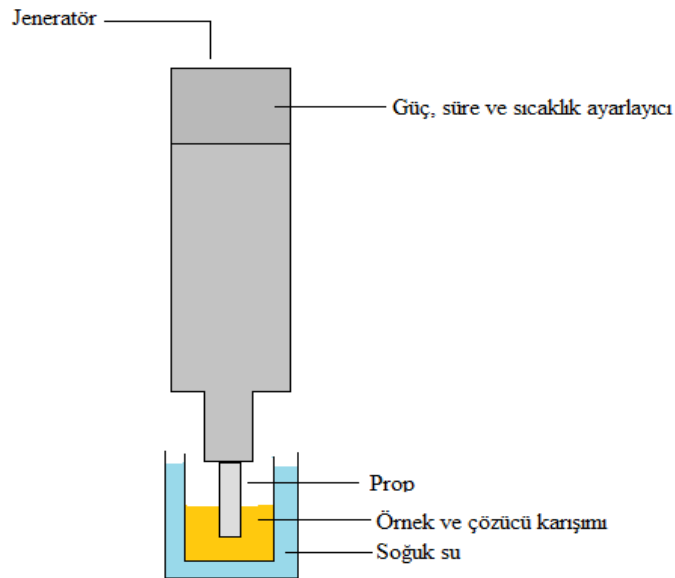
yapar (Şahin, 2019). Ultrasonik su banyolarının maliyetleri, proplara göre daha ucuzdur, cihazın kullanımı kolaydır, aynı anda birden fazla materyal ekstraksiyonu gerçekleştirilebilir. Bu avantajlarına rağmen iki önemli dezavantajı bulunmaktadır. Ultrasonik ses dalgaları direkt olarak materyale etki edememekte ve dönüştürücüden gönderilen ultrasonik ses dalgalarının yoğunluğu banyo içindeki su ve ekstraksiyon kabı tarafından zayıflatılmaktadır ve ultrason gücü düşmektedir (Luque-Garcı ve Luque de Castro, 2003; Tiwari, 2015). Diğer bir dezavantaj ise ekstraksiyon kabının banyo içindeki yerine göre ultrasonik etkinin değişmesidir. Kavitasyon kabarcıklarının en fazla oluşum yeri dönüştürücülerin üzerindeyken olmaktadır. Bu nedenle ekstraksiyon kabının dönüştürücü üzerindeki yerinden kayması veya yanlış yere konulması kaba daha az ultrasonik dalgaların girmesine neden olmaktadır (Vinatoru ve ark., 2017).

Ultrasonik proplar laboratuvar ortamında çoğunlukla kullanılan ultrasonik cihaz sistemidir. Genellikle küçük ölçekli ekstraksiyon işlemlerinde proplar daha çok kullanılır. Ekstrakte edilecek materyalin hacmine göre farklı uzunluk, çap ve şekillerde proplar kullanılabilir. Propların yapımında genel olarak titanyum ve alüminyum alaşımları kullanılmaktadır; ancak daha çok aşınmaya karşı dayanıklıktan dolayı titanyum alaşımlı olanlar kullanılmaktadır (Santos ve Capelo, 2007). Bu sistemde prop, numune ve çözücü karışımının içine direkt daldırılır. Ultrasonik ses dalgaları materyale ulaşırken ultrasonik banyoda olduğu gibi herhangi bir ekipman engeli ile karşılaşmaz ve ekstrakte edilecek materyale doğrudan etki eder (Abesinghe ve ark., 2019). Bu nedenle ultrasonik banyolara göre daha güçlü bir enerji açığa çıkmakta ve kütle transferi daha hızlı gerçekleşmektedir. Ultrasonik propta, gönderilen ultrason gücünde bir enerji kaybı yaşanmadan yüksek ultrason gücüyle ekstraksiyon tamamlanır. Dolayısıyla ekstraksiyon verimi ultrasonik banyoya göre daha fazladır. Ayrıca enerjinin, ekstraksiyon çözeltisine yayılımı daha homojen bir şekilde gerçekleşir. Prop sisteminin bu avantajlarına ek olarak bazı dezavantajları da bulunmaktadır. Bu sistemde ultrasonik banyonun tersine aynı anda birden fazla materyal ekstrakte edilemez (Yılmaz, 2011; Bromberger-Soquetta ve ark., 2018; Wen ve ark., 2018). Prop uçları maliyet olarak pahalıdır ve kavitasyon etkisiyle zamanla aşınmaya uğramaktadır. Prop ucunun aşınmasından dolayı, içine daldırılan üründe metal bulaşmaları oluşabilmektedir. Ayrıca aşınma prop etkinliğinde azalmaya da neden olmaktadır. Materyale yayılan yüksek ultrason yoğunluğu reaktörde sıcaklık

artışına sebep olur ve ekstrakte edilecek materyal hızla ısınır. Sıcaklığın yükselmesi sıcaklığa hassas bileşiklere zarar vererek bozulmalarına neden olur. Bu nedenle ekstrakte edilecek materyalde oluşacak sıcaklık yükselmelerini engellemek için; ekstraksiyon kabı soğutulmalıdır. Kesikli çalışma sisteminin kullanılması da, propta oluşacak ısınmaları ve aşınmaları azaltmaktadır (Vinatoru, 2015; Dinçer ve Topuz, 2018).



Şekil 2.10. Ultrasonik banyo (Mason ve Cintas, 2002)



Şekil 2.11. Ultrasonik prop (Khadhraoui ve ark., 2021)

UDE’de ekstraksiyon süresi, KE yöntemine göre kısadır. Ultrasonik ses dalgalarının kavitasyon kabarcıkları oluşturup şiddetli bir şekilde patlaması hücre duvarının parçalanmasına neden olur. Ultrases dalgaların etkisi ile çözücü dokulara hızlı dağılır ve hücre içindeki bileşenlerde çözücüye kolay bir şekilde geçiş yapar. Bu şekilde kütle transferi hızı artar ve daha kısa sürede, yüksek verimde ekstraksiyon gerçekleşir (Naik ve ark., 2021). KE’de kullanılan yüksek sıcaklık ve yüksek solvent miktarının aksine, UDE’nin düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmesi, sıcaklığa hassas bileşiklerin zarar görüp bozulmasını önler. Daha az miktarda çözücü kullanılması ile kimyasalların çevreye verecek zararı minimuma indirilir, hem de pahalı çözücülerin alımını azaltarak ekstraksiyon maliyetini azaltır. Ayrıca ekstraksiyonun daha kısa sürede ve düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmesi enerji tasarrufu sağlayarak, enerji tüketimini azaltır (Azmir ve ark., 2013; Zore ve ark., 2021). Diğer ekstraksiyon yöntemlerinin tersine büyük ölçekli kullanılması ve endüstriyel uygulaması daha kolaydır. Ayrıca ekstraksiyon sırasında ekstrakte edilecek maddeyi hidrolizasyona veya oksidasyona uğratmamaktadır. En önemli dezavantajı ekstraksiyon veriminin kullanılan materyale göre değişkenlik gösterebilmesidir (Wen ve ark., 2018), bu nedenle kullanılan materyale göre ekstraksiyon koşullarının optimize edilmesi gerekmektedir. Çizelge 2.8’de bitkisel kaynaklardan UDE yöntemi ile ekstrakte edilen pektin çalışmaları özetlenmiştir.

Çizelge 2.8. Çeşitli bitki atıklarından ultrason destekli ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin verimleri

Bitki materyali	Koşullar	Verim (%)	Kaynak
Greyfurt kabuğu	Frekans; 20 kHz Sıcaklık; 67°C Süre; 28 dk Solvent; HCl, pH 1.5	23.49	Wang ve ark., 2017
Ejderha meyvesi kabuğu	Frekans; 132 kHz Sıcaklık; 65°C Süre; 70 dk Solvent; Nitrik asit, pH 2	30.11	Zaid ve ark., 2020
Elma posası	Güç; 70 W Süre; 30 dk Solvent; Sitrik asit, pH 1.8	9.18	Dranca ve ark., 2020
Domates kabuğu	Güç; 600 W Sıcaklık; 60°C Süre; 8.61 dk Solvent; HCl, pH 1.5	15.21	Sengar ve ark., 2020
Şeker pancarı	Frekans; 20kHz Sıcaklık; 60°C Süre; 10 dk Solvent; HCl, pH 1.0	20.85	Jafarzadeh-Moghaddam ve ark., 2020
Muhallebi elması kabuğu (<i>Annona Squamosa</i>)	Frekans; 20 kHz Sıcaklık; 63°C Süre; 18 dk Solvent; HCl, pH 3.0	8.89	Shivamathi ve ark., 2019
Ayçiçeği tablası	Güç; 375 W Sıcaklık; 60°C Süre; 32 dk Solvent; Sitrik asit, pH 3.2	8.89	Ponmurugan ve ark., 2017
Mandalina ve Greyfurt	Güç; 130 W Sıcaklık; 80°C Süre; mandalina: 15 dk, greyfurt: 30 dk Solvent; Sitrik asit, pH 2.5	Mandalina: 13.46 Greyfurt: 26.05	Polanco-Lugo ve ark., 2019
Yeşil ceviz kabuğu	Güç; 200 W Süre; 10 dk Solvent; Sitrik asit, pH 1.5	12.78	Asgari ve ark., 2020
Patlıcan kabuğu	Güç; 50 W Süre; 30 dk Solvent; Asitli su, pH 1.5	35.36	Kazemi ve ark., 2019
Ananas kabuğu	Frekans; 20 kHz Süre; 22 dk Sıcaklık; 70°C Solvent; HCl, pH 1.0	16.24	Shivamathi ve ark., 2022

2.8. Pektinin Endüstriyel Kullanımları

Pektin gıda sektöründe E 440 kodlu bir gıda katkı maddesidir ve gıda sektöründe oldukça geniş kullanımı bulunmaktadır (Sundarraaj ve Ranganathan, 2017). Günlük tüketiminde bir sınırlama olmayıp, FAO/WHO tarafından güvenli gıda katkı maddesi olarak kabul edilmiştir. Esterleşme derecesi, galakturonik asit miktarı, metoksil miktarı ve molekül ağırlığı pektinin kalitesini ve kullanım alanlarını belirlemektedir. Pektin meyve ve sebze sularında, reçel, jöle, marmelat, şekerlemeler ve süt ürünlerinde, dondurmada, emülsifiye etler gibi birçok gıdalarda kullanılmaktadır. Reçel, marmelat gibi gıdalarda jelleştirme, süt ürünlerinde, şekerleme ürünlerinde ve meyve sularında, tatlılarda viskozite arttırıcı ve stabilizatör olarak, dondurma ve emülsifiye etlerde ise yağ ikamesi amaçlarıyla yaygın olarak kullanılmaktadır (Thakur ve ark., 1997; Umoren ve Eduok, 2016; Baldino ve ark., 2018). Gıda sektöründe bu kadar yaygın kullanılması şeker ve asitler varlığında jel oluşturabilme özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Düşük kaloriye sahip alkol içermeyen içecek ürünlerinin tekstürel özelliklerini korumak ve güçlendirmek için şeker yerine pektin kullanılmaktadır. Dondurulmuş gıdalarda pektin kullanılması ile buz kristalleri kontrol altına alınarak, tat ve renkte oluşacak bozukluklar önlenmektedir (May, 1990; Thakur ve ark., 1997).

Düşük metoksilli pektinler, şeker yokluğunda jelleşme gösterdiklerinden, balık ürünü olan surimi yapımında jel oluşumunu sağlamak için kullanılabilir (Barrera ve ark., 2002; Uresti ve ark., 2003). Pektin reçel, marmelat ve jölelerde yaygın olarak kullanılmaktadır ve bu ürünlerde kullanılması ile; jel yapısı pürüzsüz ve düzgün bir formda oluşur, gıdanın suyunu salması en aza indirilir, gıda daha parlak bir görünüme sahip olur. Ayrıca kullanıldığı ürünün tadın da bir bozulma oluşturmaz ve ürüne homojen olarak dağılır (Herbstreith ve Fox, 2017; Yabe, 2018). Pektin şekerlemelerde elastik ve parlak ürün yapının oluşması ve meyve tadının daha güçlü alınması amacıyla kullanılmaktadır. Ketçap ve soslarda kıvamın oluşmasında, mayonezde su tutma kapasitesinin ve tekstür özelliklerinin geliştirilmesi içinde kullanılmaktadır (Kar ve Arslan, 1999; Matia-Merino ve ark., 2004; Herbstreith ve Fox, 2017). Fırıncılık ürünlerinde bayatlanmanın gecikmesi ve bu fırıncılık ürünlerinde dolgu amacıyla kullanılacak meyvelerin hazırlanmasında kullanılmaktadır. Yüksek metoksilli pektinlerin

oluşturduğu jel yapısı, ısı varlığında herhangi bir değişme göstermediğinden dolayı fırıncılık ürünlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu şekilde meyvenin dolgu içinden sızması ve deformasyon oluşumu önlenir, düzgün, homojen görünümlü bir dolgu yapısı oluşur ve meyvenin de kendine has tadı zarar görmeden korunur (Thakur ve ark., 1997; Herbstreith ve Fox, 2017). Süt ürünlerinde pektin stabilizatör olarak görev alır, tekstür özelliklerini iyileştirir, sineresis oluşumunu önler ve protein topaklanmasını engelleyerek, yoğurtta faz ve serum ayrımlarının oluşmasını önler. Meyveli yoğurt üretiminde kalınlaştırıcı ajan olarak modifiye nişasta kullanılmaktadır. Ancak modifiye nişasta kullanımı meyve tadının azalmasına neden olmaktadır. Meyveli yoğurtlarda düşük metoksilli pektin kullanımı ile tat ve lezzetin korunduğu, meyve tadının ve lezzetinin daha iyi olduğu tespit edilmiştir (May, 1990; Kar, 1998; Willats ve ark., 2006; Srivastava ve Malviya, 2011).

Pektin gıda endüstrisi haricinde ilaç sektöründe de yaygın olarak kullanılmaktadır. Yüksek su tutma kapasitesine sahip olduğundan ishal tedavilerinde kullanılan bazı ilaçların bileşiminde bulunmaktadır (Srivastava ve Malviya, 2011). Pektin ince bağırsakta sindirilmez, bu nedenle diyet lifi özelliği taşır. Diyet lifi özelliğinden dolayı kandaki kolesterol miktarının düşmesini sağlamaktadır. Ayrıca kanser hücrelerinin gelişmesini ve büyüme hızını yavaşlatma etkisine sahiptir (Sriamornsak, 2003; Sánchez ve ark., 2008; Wicker ve ark., 2014). Günlük düzenli olarak oral yol ile alınması, bağışıklığı güçlendirir, bebek ve çocuklarda bağırsak enfeksiyolarının azalmasını sağlar, diyare oluşumunu yavaşlatır. Yüksek su bağlama kapasitesinden dolayı tokluk hissi verir ve gıda tüketim ihtiyacını azaltır. Bu nedenle obezite hastalığını önleyici bir etkiye sahiptir. Damardan enjekte edildiğinde kanın pıhtılaşma süresini kısaltarak kanamanın kontrol altına alınmasını sağlamaktadır. Ayrıca pektin, ilaçlarda kapsülleyici madde olarak da kullanılmaktadır (Thakur, 1997; Martau ve ark., 2019).

Pektin, su-yag emülsiyonlarında emülgatör özelliğine sahip olduğu için kozmetik ürünlerinin ince tabaka halinde olması ve doğal yapılarının kazandırılması amacıyla kullanılmaktadır (Srivastava ve Malviya, 2011). Tekstil endüstrisinde, karboksimetil selüloz içeren alginat elyafı yapımında kullanılmaktadır. Pektinin alginat ile kullanımı,

alginatın emme kapasitesi artmakta, daha emici ve dokusuz alginat yüzeyi oluşumu sağlanmaktadır (Srivastava ve Malviya, 2011; Küçükçapraz ve ark., 2016).

2.9. Bal Kabağı

Kabak, *Cucurbitacea* (kabakgiller) familyasında yer alan bir sebzedir. Meyveleri gıda, ilaç ve kozmetik sektöründe, tohumları ise çerezlik olarak kullanılmaktadır. *Cucurbitacea* familyasında taksonomik olarak 119 cins ve 825 tür yer almaktadır (Koca ve Kütük, 2020) ve içinde en çok kültürü yapılan ve ekonomik açıdan önemli olan türler; *Cucurbita pepo* L. (sakız kabağı), *Cucurbitacea maxima* Duch. (kestane kabağı) ve *Cucurbitacea moschata* Pour. (bal kabağı)'dır. *Cucurbitacea moschata* (bal kabağı) kökeni ile ilgili yapılan çalışmalarda, ilk yetiştirilme yerinin M.Ö. 3400'lü yıllarında Meksika'nın batısı olduğu, daha sonra M.Ö. 900'lü yıllarında ABD'nin güneybatısına doğru yayıldığına dair bilgiler arkeolojik bulgularla tespit edilmiştir (Balkaya ve ark., 2010). Türkiye'nin sahip olduğu iklim çeşitliliğinden dolayı bal kabağı, ülkemizin çeşitli bölgelerinde yaygın olarak yetiştirilmektedir. Türkiye, bu kapsamda ikincil gen merkezi konumuna sahiptir (Şensoy ve ark., 2007). Dünyada kabak üretiminde Çin ilk sıradadır. Çin'i Hindistan, Ukrayna, Rusya ve Meksika ve ABD izlemektedir (Sing ve Kumar, 2020). Türkiye'de 2020 yılında toplam bal kabağı üretimi 93.659 ton iken, 2021 yılında toplam bal kabağı üretimi 97.168 tona yükselmiştir. Ülkemizde bal kabağı üretimi en fazla olan il 9.832 ton ile Ankara'dır. Ankara'dan sonra sırası ile Düzce (8.090), Sakarya (7.862) ve Samsun (4.915) bal kabağı üretimi en fazla olan illerimizdir (TÜİK, 2021).

Bal kabakları, dış bölgesini çevirmiş sert, sağlam bir kabuk, yumuşak etli yapıya sahip iç bölge ve çekirdeklerden oluşan tek yıllık bir sebzedir (Dhiman ve ark., 2009). Yıl içinde 3 metreye kadar büyüme gösterir ve olgunlaşmalarını tamamladıklarında 16-20 mm uzunluğuna sahip çok sayıda tohumları oluşur. Tohumlarda ekildikten 1 hafta sonra filizlenme görülür (Ahmad ve Khan, 2019). Meyve şekli, boyutları ve kabuk kalınlıkları birbirlerinden farklı olabilmektedir. Uzun silindirik, basık yuvarlak, armut şekillerine ve düz, oluklu ve dilimli yapıda kabuklara sahiptirler. Kabuk renkleri sarı, turuncu-sarı ve turuncu renklerinde, meyve eti de, açık turuncu ile koyu turuncu arasındaki renklerde. Bu özel sarı-turuncu renk, bileşiminde bulunan β -karoten'den kaynaklanmaktadır (Noelia

ve ark., 2011; Rolnik ve Olas, 2020). Bal kabağı (*C. Moschata*) ılıman iklim özellikleri gösteren bölgelerde yetişmektedir, verimli ve sağlıklı bir şekilde büyüüp meyve verebilmeleri için 18-27°C arasındaki sıcaklıklar gereklidir. Toprağı ise iyi bir şekilde sulanmalı ve nemli olmalıdır. Kışlık bir sebzedir, temmuz, eylül aylarında çiçek açıp, 3-4 ay içerisinde olgunlaşmalarını tamamlamaktadır ve ağırlıkları ortalama 5-60 kg arasındadır (Kaya, 2006; Noelia ve ark., 2011; Kulczynski ve ark., 2019).

Bal kabağı; polisakkaritler, diyet lifi, protein, peptitler, terpenoit, steroller, fenolik bileşikler, karotenoidler (özellikle α ve β karoten), doymamış yağ asitleri, vitamin (C, B1, B2, B3 ve B9), mineraller bakımından zengin bir bitkidir (Xanthopoulou ve ark., 2009; Păucean ve Man, 2014). 100 g taze bal kabağında 475 mg kalsiyum, 175 mg fosfor ve 0.8 mg demir bulunurken, kuru ağırlığında ise 9.21 mg alüminyum, 0.29 mg kobalt, 2.84 mg krom, 15.4 mg bakır, 5.70 mg potasyum, 5.60 mg magnezyum, 6.90 mg sodyum, 113 mg çinko tespit edilmiştir (Yadav ve ark., 2010). Bal kabağının en önemli özelliklerinden biri de yüksek miktarda β -Karoten (1.0 mg/100g) içermesidir; bunun yanında tiyamin (0.08 mg/100g), riboflavin (0.06 mg/100g), niasin (0.3 mg/100g) ve askorbik asit (80 mg/100g) vitaminlerini de yeterli oranda içermektedir (Jun ve ark., 2006; Yadav ve ark., 2010). Bal kabağı içermiş olduğu biyoaktif maddelerden dolayı hepato-koruyucu, antioksidan, hipotansif, anti-diyabetik, anti-kanserojen, anti-mikrobiyal, anti-inflamatuar etkilere sahiptir (Yadav ve ark., 2010; Rico ve ark., 2020). Yapısında karotenoidleri bulundurması, A vitamini eksikliğinden oluşan görme bozukluğu hastalığını engellemektedir (Seo ve ark., 2005; Noelia ve ark., 2011), ayrıca kanser, damar tıkanıklıkları, kalp ve akciğer hastalıklarına karşı koruyucu etkileri bulunmaktadır (Lee ve ark., 2002; Glauert ve ark., 2010; Montesano ve ark., 2018). Yapısında selüloz, hemiselüloz, lignin, pektin, guar gam ve β -glukan bulunduğu diyet lifi özelliğide bulunmaktadır ve serum kolesterol seviyesini düşürücü etkiye sahiptir (Sürücüoğlu, 2003; Adams ve ark., 2011). Glisemik indeksi düşük olduğundan, serum insülin seviyesinin artmasını ve kan şekerinin de düşmesini sağlamaktadır (Caili ve ark., 2006; Adams ve ark., 2011).

Bal kabağı tatlı, çorba, reçel ve marmalet yapımında, besleyici değerinden dolayı bebek mamaları ve çorbalarında, pastacılık sektöründe şurup ve aroma yapımında

kullanılmaktadır (Atef ve ark., 2012; Demir ve Kılınç, 2018). Kozmetik sektöründe de maske ve krem yapımında kullanılmaktadır. Ayrıca çekirdekleri hem çerez olarak tüketilmekte hem de çekirdek yağı bakım ürünü olarak da kullanılabilmektedir (Kaur ve ark., 2019). Dünya'nın çeşitli yerlerinde de keklerde dolgu maddesi, besleyici değerinden dolayı ekmek yapımında katkı maddesi, meyve suyu, salata, sos, jöle, kurutulmuş atıştırmalık ürün ve doğal renk maddesi (sarı) olarak kullanımları bulunmaktadır (Ptitchkina ve ark., 1998; Xanthopoulou ve ark., 2009; Kaur ve ark., 2019).

Bal kabağının %5-20'sini kabukları, %5-10'unu da çekirdekleri oluşturmaktadır. Meyve eti gıda ve kozmetik alanında kullanılmakta, kabukları ise çöpe atılmaktadır. Daha önce yapılan çalışmalarda bal kabağı kabuğundan KE yöntemiyle, 80°C, 60 dakikada %6.24 verimde pektin elde edilmiştir (Hamed ve Mustafa, 2018). Košťálová ve ark. (2016), bal kabağı posasından mikrodalga ve KE yöntemiyle sırasıyla %7.1 ve %7.3 verimde pektin elde etmişlerdir. Cui ve Chang (2014) tarafından bal kabağı posasından enzimatik yöntem ile %10.3 veriminde pektin ekstrakte edilmiştir. Görüldüğü üzere, farklı ekstraksiyon yöntemleri ile yapılan çalışmalarda bal kabağı kabuklarının yaklaşık %6-10 oranında pektin elde edilebileceği gösterilmiştir. Bu nedenle düşük ekonomik değere sahip bal kabağı kabukları pektin üretimi için uygun potansiyel ve alternatif bir kaynak olabilir ve bu şekilde değerlendirilmesi hem çevre kirliliğinin azalmasına katkı sağlayabilir hemde ekonomik değeri düşük bir ürün katma değeri yüksek ürüne dönüştürülebilir.

2.10. Yanıt Yüzey Yöntemi (Response Surface Methodology-RSM)

Yanıt yüzey yöntemi, “proseslerin geliştirilmesi ve optimizasyonu için gerekli istatistiksel ve matematiksel tekniklerin birlikte kullanıldığı bir yöntem” olarak Box ve Wilson tarafından 1951 yılında geliştirilmiştir (Myers ve Montgomery, 1995). Amacı yapılan deneysel çalışmalarda sarfedilen maliyet ve gerekli çalışma süresini olabildiğince minimum noktaya indirerek, optimum deney koşullarını elde etmek ve üzerinde çalışan deneysel çalışmanın matematiksel formülasyonunu oluşturmaktır. Yöntem eleme denemeleri, bölge araştırması ve işlemi ve optimizasyon olmak üzere üç aşamayı içermektedir (Kumar ve Patil, 2016; Ergül, 2019). Eleme denemeleri, denemelerin daha az sayıda ve daha verimli yapılmasını sağlar. Bölge araştırması, bir önceki aşamada

belirlenen bağımsız değişkenlerin sistem yanıtında oluşturdukları değerlerin optimum noktaya yakın olup olmadığını belirlemektedir. Lineer olmayan, ikinci dereceden polinomiyal, üssel veya eksponensiyel modeller ile optimum noktalar tahminlenmektedir (Thompson, 1982; Koç ve Kaymak-Ertekin, 2009). Deneme desenlerini oluşturmak için Box-Wilson ve Box-Behnken tasarımları kullanılmaktadır.

1. Box-Wilson; merkez esaslı bileşik tasarım (CCD): Bu tasarım modeli ile tam veya kısmi merkezi noktaya sahip 2^k faktöriyel dağılımı içerir. Genişletilmiş merkez noktalarını içerir ve 3 tipi bulunmaktadır.
 - a) Merkezi esaslı bileşik tasarımı (CCC); orjinal formudur ve her faktör için 5 seviye gerekmektedir.
 - b) İçten çevreleyen merkezi tasarım (CCI); faktör limitlerinde tam ya da kısmi faktöriyel oluşturan ve her bir faktör için 5 noktaya sahip bir tasarımdır.
 - c) Yüz merkezli tasarımı (CCF); her faktör için 3 seviyeye bulunmaktadır.
2. Box-Behnken tasarım (BB) faktöriyel tasarım bulundurmayan her faktör içinde 3 seviyeye sahip tasarımdır (Değirmencioğlu ve Yazgı, 2006).

Yanıt yüzey yöntemi kullanılarak çeşitli bitki kaynaklarından pektin ekstraksiyon koşullarının optimizasyonu için çok sayıda çalışmalar yapılmıştır. Ayvadan asit ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile sıcaklık, süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 90°C, 90 dk ve pH 2 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %2.86 pektin verimi elde edilmiştir (Açıkgöz ve Poyraz, 2006). Şeker pancarı posasından pektin elde etmek için kullanılan asit ekstraksiyonunda optimum ekstraksiyon koşulları 90°C, 240 dk ve pH 1 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %22.4 pektin verimi elde edilmiştir (Meshabi ve ark., 2005). Ejderha meyvesi kabuklarından (*Hylocereus polyrhizus*) pektin elde etmek için kullanılan asit ekstraksiyonunda optimum ekstraksiyon koşulları 84°C, 91 dk ve pH 3 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %15.07 pektin verimi elde edilmiştir (Dao ve ark., 2021).

Kakao kabuğundan mikrodalga ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile mikrodalga gücü, süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 400 W, 15 dakika ve pH 1.16 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %9.64 pektin verimi elde edilmiştir (Pangestu ve ark., 2020). Çarkıfelek meyvesi kabuğundan mikrodalga ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile mikrodalga gücü, süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 218 W, 12 dakika ve pH 2.9 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %18.73 pektin verimi elde edilmiştir (Dao ve ark., 2021). Ejderha kabuğundan (*Hylocereus polyrhizus*) pektin elde etmek için kullanılan mikrodalga ekstraksiyonunda optimum ekstraksiyon koşulları 800 W, 1 dakika ve pH 2.0 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %18.59 verimde pektin elde edilmiştir (Rahmati ve ark., 2019). Greyfurt kabuğundan mikrodalga ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile sıvı katı oranı (mL/g), süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 30 mL/g sıvı katı oranı, 1.5 dakika ve pH 1 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında %20.93 pektin verimi elde edilmiştir (Tektaş-Taşan, 2018).

Ekşi portakal kabuğundan (*citrus aurantium L.*) UDE yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile ultrason gücü, süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 150 W, 10 dakika, pH 1.5 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında pektin verimi %28.1 olarak elde edilmiştir (Hosseini ve ark., 2019). Çarkıfelek meyvesi kabuğundan UDE yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile ultrason gücü, süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 664 W, 10 dakika, pH 2 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında pektin verimi %12.67 olarak elde edilmiştir (Olivera ve ark., 2016a). Muz kabuğundan (*Musa balbisiana*) UDE yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile ultrason gücü, süre ve pH optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 323 W, 27 dakika, pH 3.2 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında pektin verimi %8.99 olarak elde edilmiştir (Prakash-Maran ve ark., 2017).

Enginar (*Cynara scolymus L.*) bitkisinden enzimatik ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile enzim konsantrasyonu, substrat konsantrasyonu ve süre optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 10.1 U/g (Celluclast® 1.5L) enzim konsantrasyonu, 27.2 saat ekstraksiyon süresi ve %6.5 substrat olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında pektin verimi 176 mg/g olarak elde edilmiştir (Sabater ve ark., 2018). Hint incirinden (*Opuntia ficus-indica*), enzimatik ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile enzim konsantrasyonu, substrat konsantrasyonu ve enzim kombinasyonu optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları: 1 U/U selüloz/ksilanaz oranı, 4 U/g enzim aktivitesi ve substrat konsantrasyonu ise 22 mL/g olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında pektin verimi %16.67 elde edilmiştir (Bayar ve ark., 2018). Nar kabuklarından enzimatik ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektin çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi ile enzim konsantrasyonu, substrat konsantrasyonu ve süre optimize edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşulları 0.075 U/mL (selüloz) enzim konsantrasyonu, 2.58 saat ekstraksiyon süresi ve %9.99 substrat olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında pektin verimi %7.19 olarak elde edilmiştir (Keleş, 2019).

Yanıt yüzey metodu ile, bağımlı ve bağımsız değişkenler arasındaki deney aralıkları belirlenerek, matematiksel model oluşturulur, ve optimum ekstraksiyon koşulları belirlenmektedir. Bu çalışmada bal kabağı kabuklarından UDE ve KE yöntemi ile pektin ekstraksiyonu yapılarak, optimum ekstraksiyon koşulları yanıt yüzey yöntemi kullanılarak belirlenmiştir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Pektin ekstraksiyonunda kullanılan bal kabağı kabukları (*Cucurbita moschata Pour.*) yerel marketlerden elde edilen bal kabaklarından elde edilmiştir. Bal kabağı kabukları doğrayıcı da parçalanarak küçük boyutlara getirilmiştir. Daha sonra oda sıcaklığında kurutulmuş ve kurutulan bal kabağı kabuklarına öğütme işlemi uygulanarak +4°C’de depolanmıştır.

Turunçgil kabuklarından elde edilen pektin standardı Sigma (Sigma Chemical Company, MO, USA), ticari pektin is Tito (Yantai Andre Pectin Co. Ltd., Çin) firmalarından alınmıştır. Gerekli olan tüm kimyasal maddeler Sigma (Sigma Chemical Company, MO, USA), Merck (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) ile Alfa Aesar (Alfa Aesar GmbH & Co KG, Germany) firmaları tarafından alınmıştır.

3.2. Yöntem

3.2.1. Pektinin klasik yöntemle ekstraksiyonu

Pektinin KE ile izolasyonu Whistler ve BeMiller, (1973)’e göre gerçekleştirilmiştir. Öğütülen bal kabağı kabukları ilk olarak, 100 mL’lik payreks şişelere 1 g kadar tartılmıştır. Daha sonra değişik hacim (20-30-40 mL) ve pH’larda (1-1.5-2) asitli sular (farklı pH’larda asitli sular hazırlamak için konsantre sülfürik asit kullanılmıştır) hazırlanmıştır. Payreks şişelere tartılan bal kabağı kabuklarına farklı hacim ve pH’lara sahip asitli sular ilave edilerek, ekstraksiyon için çalkalamalı su banyosuna (Memmert WB 22, Almanya) konulmuştur. Ekstraksiyon sıcaklığı 80°C’de sabit sıcaklıkta 3 farklı (1-2-3 saat) süre de gerçekleştirilmiştir.

Ekstraksiyondan sonra elde edilen pektine, asitli su hacmi kadar %96’lık etil alkol eklenerek çöktürülmüştür. Etil alkol ilavesinden sonra pektin buzdolabında +4°C’de 24 saat boyunca bekletilmiştir. 24 saat bekletilen pektine, daha sonra filtrasyon işlemi

uygulanmıştır. Filtrasyon işleminde pektin, %96'lık etil alkol ile 2 defa yıkanarak izole edilmiştir. İzolasyondan sonra pektin, 45°C sıcaklıkta etüvde kurumaya bırakılmıştır. Kurutma işleminin sonunda pektin, öğütülerek toz pektin elde edilmiştir (Kliemann ve ark., 2009). Pektin verimi aşağıdaki formülle bulunmuştur.

$$\text{Verim} = \text{Kuru pektinin ağırlığı (g)} / \text{Bal kabağı kabuklarının ağırlığı (g)} \times 100$$

3.2.2. Pektinin ultrason destekli yöntem ile ekstraksiyonu

Pektinin UDE ile izolasyonu Kazemi ve ark. (2019)'e göre gerçekleştirilmiştir. İlk olarak 50 mL'lik tüplere 2 g öğütülen bal kabağı kabuklarından tartılmıştır. Daha sonra değişik hacim (10-15-20 mL) ve yukarıda belirtildiği gibi farklı pH'larda (1-1.5-2) asitli sular hazırlanmıştır. Tüplere tartılan bal kabağı kabuklarına farklı hacim ve pH'lara sahip asitli sular ilave edilmiştir ve ekstraksiyon için, 100 W ultrason gücüne ayarlı ultrason cihazı (Nanolinker NL 200, 5 mm prop, 20 kHz) kullanılmıştır. Ekstraksiyon süresi için 3 farklı (15-25-35 dakika) süre kullanılmıştır. Ekstraksiyondan sonra elde edilen pektine, asitli su hacmi kadar %96'lık etil alkol eklenerek pektin çöktürülmüştür. Etil alkol ilavesinden sonra pektin buzdolabında +4°C'de 24 saat boyunca bekletilmiştir. 24 saat bekletilen pektine, daha sonra filtrasyon işlemi uygulanmıştır. Filtrasyon işleminde pektin, %96'lık etil alkol ile 2 defa yıkanarak izole edilmiştir. İzolasyondan sonra pektin, 45°C sıcaklıkta etüvde kurumaya bırakılmıştır. Kurutma işleminin sonunda pektin, öğütülerek toz pektin elde edilmiştir. Pektin verimi aşağıdaki formül ile hesaplanılmıştır.

$$\text{Verim} = \text{Kuru pektinin ağırlığı (g)} / \text{Bal kabağı kabuklarının ağırlığı (g)} \times 100$$

3.2.3. Deneysel tasarım ve cevap yüzey metodu (Response Surface Methodology RSM) ile ekstraksiyon koşullarının optimizasyonu

Optimizasyon çalışmasında bağımsız değişkenler solvent/kabuk oranı, süre ve pH değeridir, bağımlı değişken ise pektin verimi olarak alınmıştır. UDE yöntemi ile pektin ekstraksiyonunda bağımsız değişkenler Çizelge 3.1'de, KE yöntemle pektin ekstraksiyonunda bağımsız değişkenler Çizelge 3.2'de sunulmuştur. Optimizasyonda bir

yanıt yüzey yöntemi olan Box–Behnken tasarımı kullanılmıştır. Detaylar aşağıda gösterilmiştir.

Çizelge 3.1. UDE için denenen bağımsız değişkenlerin değerleri

Bağımsız Değişkenler		-1	0	1
SK oranı (ml/g)	X1	10	15	20
Süre (dakika)	X2	15	25	35
pH	X3	1.0	1.5	2.0

Çizelge 3.2. KE için denenen bağımsız değişkenlerin değerleri

Bağımsız Değişkenler		-1	0	1
SK oranı (ml/g)	X1	20	30	40
Süre (saat)	X2	1	2	33
pH	X3	1.0	1.5	2.0

Pektin veriminin maksimum olduğu koşullar optimum hidrolizasyon koşulları olarak seçilmiştir. Optimum koşullar için seçilen model aşağıdaki eşitlikte açıklanmıştır:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3$$

Eşitlikte Y bağımlı değişkenleri b_0 sabit, b_1 , b_2 ve b_3 lineer terimleri, b_{11} , b_{22} ve b_{33} kuadratik terimleri, b_{12} , b_{13} ve b_{23} ve interaksiyon katsayılarını ve X_1 , X_2 ve X_3 bağımsız değişkenleri göstermektedir. Elde edilen verilerin regresyon ve grafiksel analizinde Design-Expert V7 (Stat-Ease Inc., Minneapolis) programı kullanılmıştır. Fischer's testi model eşitliğini elde etmek için Student's t-test regresyon katsayılarının istatistiksel önemini bulmak için kullanılmıştır

3.3. Pektin Analizleri

3.3.1. Nem içeriği

Etüvde örnek kapları 100-105°C’de sabit ağırlığa getirilip, içerisine 0.25 g pektin, konulmuştur. Sonra 100-105°C’de sabit ağırlığa gelene kadar kurutulmuştur. Aşağıdaki eşitlikle kuru madde miktarı hesaplanmıştır (AOAC, 2005).

$$\text{Kuru Madde (\%)} = 100 - [\text{Ağırlık kaybı (g)}/\text{Örnek ağırlığı (g)} \times 100]$$

3.3.2. Kül içeriği

0.25 g pektin, sabit ağırlığa gelmiş porselen krozelere tartılmış ve 550 °C’de 6-8 saat kül fırınında açık gri kül rengi elde edilene kadar yakılmıştır. Pektin örneklerinin kül miktarı aşağıda gösterilen formül ile hesaplanmıştır (AOAC, 1989).

$$\text{Kül (\%)} = \text{Kalıntının ağırlığı (g)}/\text{Örnek ağırlığı (g)} \times 100$$

3.3.3. Toplam şeker tayini

Pektin örneklerinde toplam şeker miktarı, fenol sülfürik asit metodu ile glikoz standardı kullanılarak belirlenmiştir (Dubois ve ark., 1956). Pektin çözeltisi 2 mg/mL olacak şekilde hazırlanmıştır. Hazırlanan stok çözeltiden 100 µL örnek alınmış ve üzerine, %80’lik fenol çözeltisinden 50 mL eklenmiştir. Daha sonra çözeltinin üzerine 2 mL konsantre sülfürik asit eklendikten sonra 10 dakika beklenerek 490 nm’de spektrofotometre de absorbansı okunmuştur. Toplam şeker tayininde gerekli olan çözeltilerin hazırlanışı EK I’de gösterilmiştir.

3.3.4. İndirgen şeker tayini

İndirgen şeker tayini için DNS (Dinitro salisilik asit) metodu ile glikoz standardı kullanılarak tespit edilmiştir (Miller, 1959). Yukarıda hazırlanan stok çözeltiden 100 µL

alınarak 900 µL saf su ile karıştırılmış ve üzerine de 1.5 mL DNS çözeltisi eklenmiştir. Daha sonra 100°C sıcaklıkta 5 dakika boyunca kaynatma işlemi uygulanmıştır. Kaynatma işlemi sonunda numunelerin sıcaklığı, buz banyosu yardımıyla oda sıcaklığına getirilmiştir. Analiz sonunda meydana gelen rengin absorbansı 560 nm dalga boyunda, spektrofotometrede ölçülmüştür. DNS çözeltisinin hazırlanması EK II’de verilmiştir.

3.3.5. Protein tayini

Pektin örneklerinde protein miktarı Bradford metodu ve BSA (Bovin Serum Albumin) standardı ile tespit edilmiştir (Bradford, 1976). Yukarıda hazırlanan çözeltiden 0.5 mL alınmış ve 5 mL Bradford çözeltisi ile karıştırılmıştır. Oluşan çözelti oda sıcaklığı ortamında 10 dakika bekletilmiştir. 10 dakika sonunda 595 nm dalga boyuna ayarlanmış spektrofotometre de absorbans değeri okunmuştur. Bradford çözeltilerin hazırlanışı sırasıyla EK III’te verilmiştir.

3.4. Pektin Karakterizasyonu

3.4.1. Pektinin soğuk ve sıcak suda çözünürlüğü

0.25 g pektin 10 mL %95’lik etanol karıştırılmış ve üzerine 50 mL destile su ilave edilip kuvvetli bir şekilde çalkalanmıştır. Pektinin soğuk suda çözünme gösterip göstermediğine bakılmıştır. Daha sonra karışım, 85-95°C’ye ayarlanmış sıcaklıkta 15 dakika boyunca çalkalanarak ısıtılmıştır. Süre bitiminde pektinin suda çözünüp çözünmediğine bakılmıştır (Fishman ve ark., 1984).

3.4.2. Pektinin sıcak ve soğuk alkalide (NaOH) çözünürlüğü

0.25 g pektin 10 mL %95’lik etanolla karıştırılmış ve üzerine 50 mL destile su eklenerek kuvvetli bir şekilde çalkalanmıştır. Sonra hazırlanan pektin çözeltisinden 5 mL alınmış ve üzerine de 1 mL 0.1 N NaOH ilave edilmiştir. İşlem sonunda pektin örneklerinin soğuk alkali ortamında çözünme gösterip göstermediğine bakılmıştır. Daha sonra karışım, 85-

95°C'ye ayarlanmış sıcaklıkta 15 dakika boyunca çalkalanarak ısıtılmıştır. Süre bitiminde pektinin suda çözünüp çözünmediğine bakılmıştır (Fishman ve ark., 1984).

3.4.3. Pektinde eküvalent (eşdeğer) ağırlık

0.1 g pektin 1 mL etanol ile ıslatılmış ve karışımın üzerine 0.2 g NaCl, 20 mL destile su ve bir-iki damla fenolftaleyn eklenilmiştir. Çözelti 0.1 N NaOH ile pembe renge dönünceye kadar titrasyon yapılmıştır (Hamed ve Mustafa, 2018). Eküvalent ağırlık (EA) aşağıda gösterilen formül yardımı ile hesaplanmıştır.

$$EA = (\text{Örnek ağırlığı (g)} \times 1000) / (\text{NaOH sarfiyat (mL)} \times \text{Normalite NaOH})$$

3.4.4. Pektinin metoksil içeriği

Pektin örneklerinde metoksil tayini için; ilk olarak 0.1 g pektin tartılmış ve üzerine 1 mL etanol ilave edilmiştir. Etanol ile ıslanan pektinin üzerine 0.2 g sodyum klorür, 20 mL destile su ve iki damla fenolftaleyn eklenmiştir. Daha sonra 0.25 N NaOH solüsyonundan 5 mL eklenip hızlıca çalkalanmış ve 30 dakika beklemeye alınmıştır. 30 dakikanın sonunda bu çözeltinin üzerine, 0.25 N HCl solüsyonundan 5 mL ilave edilmiş ve pembe renge dönünceye kadar 0.1 N NaOH çözeltisi ile titrasyon yapılmıştır (Hamed ve Mustafa, 2018). Metoksil içeriği aşağıda verilen formül yardımı ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{Metoksil İçeriği} = [\text{NaOH sarfiyat (mL)} \times \text{Normalite NaOH} \times 31 \times 100] / [\text{örnek ağırlığı (mg)}]$$

3.4.5. Pektinin anhidronik asit analizi

Pektinin anhidronik asit (AUA) içeriği, eküvalent ağırlık ve metoksil içeriği değerleri kullanılarak aşağıda gösterilen eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır (Virk ve Sogi, 2004).

$$\%AUA = [(176 \times 0,1Z \times 100) / (W \times 1000)] + [(176 \times 0,1Y \times 100) / (W \times 1000)]$$

Z= eküvalent ağırlıkta kullanılan NaOH sarfiyat (mL)

Y= metoksil içeriği belirlemede kullanılan NaOH sarfiyat (mL)

W= örnek ağırlığı (g)

3.4.6. Pektinin esterleşme derecesi

Eküvalent ağırlık ve metoksil içeriği değerleri kullanılarak aşağıda gösterilen formül ile esterleşme derecesi (DE) hesaplanmıştır (Virk ve Sogi, 2004).

$$\%DE = [(176 \times \% \text{ MeO}) / (31 \times \% \text{ AUA})] \times 100$$

3.4.7. Pektinin üronik asit içeriği

Numunelerin üronik asit miktarını tespit etmek için; m-hidroksidifenil metodu ve D-galakturonik asit standardı kullanılmıştır (Melton ve Smith, 2001). Üronik asit miktarı için; ilk olarak tüplere 5 mg pektin örnekleri tartılmış ve konsantre sülfürik asit çözeltisinden 1 mL alınarak pektinlerin üzerine eklenmiştir. Sülfürik asit ilave edildikten sonra tüpler, buz dolu küvet içerisine konularak 5 dakika boyunca manyetik karıştırıcı da karıştırılmıştır. 5 dakika sonunda tekrardan 1 mL konsantre sülfürik asit ilave edilip buz dolu küvet içerisinde 5 dakika boyunca karıştırılmış, 0.5 mL distile su eklenerek 5 dakika buz dolu küvet içerisinde karıştırılmaya devam edilmiştir. 5 dakika sonunda 0.5 mL distile su eklenip tekrar 5 dakika karıştırılmıştır. Hacmi 10 mL distile su ile tamamlanmış ve 10 dakika 2000 xg'de santrifüj edilmiştir. Santrifüjden sonra örneklerden 400 µL alınarak 40 µL 4 M sülfamik asit/potasyum sulfamat çözeltisi (pH 1-6) ile vortekslenmiştir. Daha sonra 2.4 mL 75 mM sodyum tetraborat çözeltisi eklenip, kuvvetli bir şekilde vortekslenip, su banyosunda 20 dakika boyunca kaynatılmıştır. 20 dakikanın sonunda tüpler su banyosundan alınarak buzlu su içerisinde 10 dakika soğutulmuştur. Soğutulan tüplerin üzerine 80 µL m-hidroksidifenol çözeltisi eklenip, 10 dakika bekletilmiş ve 525 nm dalga boyunda spektrofotometre de absorbanslar okutulmuştur. Üronik asit tayininde kullanılan çözeltilerin hazırlanışı EK IV.'de verilmiştir.

3.4.8. Renk analizi

Pektinlerin renk analizlerinde Hunter kolorimetresi (Minolta, CR-300, NJ, Amerika Birleşik Devletleri) kullanılarak L*, a*, b* değerleri tespit edilmiştir (Singh ve ark., 2005). Pektinlerin renk ölçümü 3 farklı bölgeden, ölçüm yapılarak tamamlanmıştır.

3.4.9. Emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi

Emülsiyon aktivitesi için; 5 mL mısır özü yağı ve 5 mL pektin çözeltisi (%0.5, w/v) ile homojenize edilerek emülsiyonlar hazırlanmıştır. Daha sonra 5000 rpm’de 5 dk santrifüj işlemi uygulanmıştır (Yang ve ark., 2018). Emülsiyon aktivitesi (EA) aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır.

$$EA (\%) = (EPV_1 / WV_1) \times 100$$

EPV₁, emülsiyon fazının hacmi

WV₁, sistemin toplam hacmi

Hazırlanan emülsiyonlar, 80 °C’de 30 dakika ısıtılmış ve su banyosunda soğutulmuş ve 5000 rpm’de 5 dk santrifüjlenmiştir (Yang ve ark., 2018). Emülsiyon stabilitesi (ES) aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır.

$$ES (\%) = (EPV_2 / WV_2) \times 100$$

EPV₂, emülsiyon fazının hacmi

WV₂, sistemin toplam hacmidir.

3.4.10. Köpük kapasitesi ve stabilitesi

Pektin çözeltisi 10 mL %0.5’lik (w/v) olacak şekilde homojenizatörde karıştırılmıştır. Daha sonra karışım hızlı bir şekilde mezüre aktarılarak köpük hacmi kaydedilmiştir. Köpük kapasitesi, köpük hacmindeki artışıdır. Köpük stabilitesi ise; 5, 10, 20, 30 ve 60 dakika bekletme sonunda kalan köpük hacmidir (Durmuş-Fıratgil, 2008). Köpük hacmi ve köpük stabilitesi aşağıda verilen formül ile hesaplanmıştır.

$$\%Köpük \text{ kapasitesi} = (karıştırma \text{ sonrası hacim} - karıştırma \text{ öncesi hacim}) / (karıştırma \text{ öncesi hacim}) \times 100$$

$$\%Köpük \text{ stabilitesi} = (bekletme \text{ sonrası hacim} / karıştırma \text{ sonrası hacim}) \times 100$$

3.4.11. Yağ ve su tutma kapasitesi

Pektin örneklerinde su tutma kapasitesi için; ilk olarak darası alınan santrifüj tüpü içine 0.1 gram pektin örneği ile 10 mL distile su eklenmiştir. Daha sonra 200 rpm’de, 30 dakika karıştırma işlemi uygulanmış ve 30 dakika sonunda tüpler 4500 rpm’de 10 dakika santrifüjlenmiştir. Ardından tüplerdeki su ve yağ dökülmüş, tüpler, ters çevrilerek 30 dakika bekletildikten sonra fazla su ve yağ sızıntıları uzaklaştırılmış ve tüplerin ağırlığı ölçülmüştür. Yağ tutma analizi de su tutma analizi gibi aynı şekilde gerçekleştirilmiş; yalnızca su yerine ayçiçek yağı kullanılmıştır (Xu ve ark., 2020). Su ve yağ tutma kapasitesi bir gram pektinin emdiği, gram su ve gram yağ miktarı olarak ifade edilerek aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır.

$$\text{Yağ tutma kapasitesi} = [M_3 - (M_1 + M_2)]/M_2$$

$$\text{Su tutma kapasitesi} = [M_3 - (M_1 + M_2)]/M_2$$

M₁: Tüpün darası (g)

M₂: Pektin miktarı (g)

M₃: Santrifüjden sonra 30 dakika bekletilen tüplerin ağırlığı (g)

3.4.12. Antioksidan aktivitesinin belirlenmesi

2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) Toplam Antioksidan Tayini Metodu: Pektin örneklerinin antioksidan aktivitesi Radikal Süpürme Aktivitesi (DPPH) yöntemi ile spektrofotometrik olarak belirlenmiştir. DPPH (2,2 difenil-1-pikrihidrazil) çözeltisi (1.95 mL) ile örnekler (50 µL) karıştırılmış ve 10 dakika oda sıcaklığında bekletildikten sonra absorbansları spektrofotometrede 517 nm dalga boyunda okutulmuştur. Pektin örneklerin DPPH değerleri “mM troloks eşdeğeri” olarak hesaplanmıştır (Brand-Williams ve ark., 1995).

Troloks Eşdeğeri Antioksidan Kapasitesi – TEAC: Pektin örneklerinin antioksidan aktivitesi TEAC yöntemiyle de belirlenmiştir. 7 mM sulu ABTS çözeltisi ile 2.45 mM sulu potasyum persülfat çözeltisi (1/1, v/v) oranında karıştırılmış ve 16 saat boyunca karanlık bir ortamda, oda sıcaklığında reaksiyona bırakılmış ve reaksiyon süresinin bitiminde ABTS radikal katyonu (ABTS'+) stok çözeltisi elde edilmiştir. Stok çözeltinin

absorbansı 734 nm de 0.7 olacak şekilde ayarlanmıştır (ABTS'+ çalışma çözeltisi). Daha sonra 2.9 mL ABTS'+ çalışma çözeltisi ile 0.1 mL pektin çözeltisi veya troloks standart çözeltileri karıştırılarak 30 dakika, oda sıcaklığında bekletilmiştir. Süre sonunda karışımın 734 nm dalga boyunda absorbansları ölçülerek örneklerin TEAC değerleri “mM troloks eşdeğeri” olarak hesaplanmıştır (Re ve ark., 1999).

3.4.13. Fourier transform infrared (FTIR) spektroskopisi

Elde edilen pektinlerin yapısı FT-IR (Fourier Transformed Infrared) spektroskopi sistemi kullanılarak karakterize edilmiştir. Yaklaşık 1 mg pektinin 400-4000 cm⁻¹ dalga boyu aralığında spektrumu alınmıştır. Ayrıca pektinlerin esterleşme derecesi (DE) serbest karboksil gruplarının (1630 cm⁻¹) ve esterleşmiş grupların (1740 cm⁻¹) pik alan değerleri ile aşağıda gösterilen bağıntı kullanılarak da hesaplanmıştır (Torkova ve ark., 2018).

$$DE = 124.7 \times R + 2.2013, \quad R = [A_{1740}/(A_{1740}+A_{1630})] \times 100$$

3.5. İstatistiksel Analiz

SPSS istatistiksel paket programı (SPSS, Inc., Chicago, IL, USA) ile veriler, Duncan testi ile değerlendirilmiştir ve sonuçlar ortalama $\pm$ standart sapma olarak verilmiştir.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. Pektinin Ultrason Destekli Ekstraksiyonu ve Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu

Bu çalışmada UDE yöntemi kullanılarak pektin üretimi yapılmıştır. Hammadde olarak bal kabağı kabukları kullanılmıştır. Öğütülen bal kabağı kabukları farklı sıvı/katı oranlarında (10-15-20 mL/g), farklı pH'lara (1-1.5-2) ayarlı asidik su ile karıştırılmış ve 100 W ultrason gücüne ayarlanmış laboratuvar ölçekli ultrasonik prop ekstraksiyon cihazında farklı süreler (15-25-35) kullanılarak ekstraksiyon yapılmıştır. Bağımsız değişkenler X_1 sıvı/katı oranı (mL/g), X_2 süre (dakika), X_3 pH olarak belirlenmiş olup deneysel veri aralıkları Materyal ve Yöntem bölümünde Çizelge 3.1'de verilmiştir. Bağımlı değişken ise Y pektin verimi (%) olup toplam 17 farklı koşullarda ekstraksiyon yapılarak elde edilen pektin verimleri ve programın tahmin ettiği pektin verimleri Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Deneysel tasarım ve bal kabağı kabuklarından UDE ile elde edilen pektin verimleri

Deney numarası	Sıvı/Katı (mL/g)	Süre (dakika)	pH	Pektin Verimi (%)	
				Deneysel	Tahmini
1	10	25	1	8.70	8.51
2	10	15	1.5	4.12	4.28
3	10	25	1.5	5.08	5.28
4	10	25	2	4.20	4.03
5	15	15	1	7.63	7.67
6	15	35	1	8.15	8.14
7	15	25	1.5	3.99	3.83
8	15	25	1.5	3.66	3.83
9	15	25	1.5	3.82	3.83
10	15	25	1.5	3.98	3.83
11	15	25	1.5	3.69	3.83
12	15	15	2	3.78	3.79
13	15	35	2	4.76	4.73
14	20	25	1	6.95	7.12
15	20	15	1.5	4.22	4.02
16	20	35	1.5	4.59	4.43
17	20	25	2	4.12	4.32

Optimum ekstraksiyon koşullarını belirlemek için yapılan denemelerde en yüksek pektin verimi pH 1, 10 mL/g sıvı/katı oranında 25 dakika sürede elde edilip, verim %8.70 olarak tespit edilmiştir. En düşük pektin verimini veren koşullar ise; pH 1.5, 15 mL/g sıvı/katı oranında, 25 dakika sürede elde edilmiş ve verim %3.66 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.1). pH 1'deki ekstraksiyon verimleri, pH 2 ve pH 1.5'e göre daha yüksek bulunmuştur. pH 1'de %7.63 verimde pektin elde edilirken (deney 5), pH 2'de %3.78 (deney 12) verimde pektin elde edilmiştir. pH değeri düştükçe (asitlik arttıkça) verimde yükselmektedir; çünkü çözünmeyen pektin molekülü yüksek asitliğin etkisiyle daha iyi çözünmekte ve bu nedenle ekstraksiyon sonunda daha yüksek verim elde edilmektedir (Yoo ve ark., 2012). pH ve sıvı/katı oranının sabit tutulup, sürenin değiştirilmesi verimi önemli derecede arttırmamıştır. Sıvı/katı oranı 15 mL/g ve pH 1 ve sürenin 15 dakika olduğu şartlarda verim %7.63 (deney 5), sürenin 35 dakika tutulduğu verim ise %8.15 (deney 6) olarak tespit edilmiştir. Sürenin 25 dakika, pH 1 olarak sabit tutulduğu, değişken olarak sıvı/katı oranının 10 mL/g (deney 1) olduğu ekstraksiyon koşullarında verim %8.70 iken, sıvı/katı oranının 20 mL/g (deney 14) olduğunda pektin verimi %6.95 olarak tespit edilmiştir.

Deneme koşullarında birbirinden farklı pektin verimleri elde edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşullarının belirlenmesi için verilerin optimize edilmesi gerekmektedir. UDE ile elde edilen pektinlerin optimizasyonu için bağımsız değişkenler ve deneysel veri aralığı Çizelge 4.1'de gösterilmiştir. Kodlanmış değişkenlere göre kuadratik model Eşitlik 4.1'de gösterilmiştir. Kuadratik modelde gösterilen Y verimi, X_1 sıvı/katı oranını X_2 süreyi, X_3 pH'yı göstermektedir.

$$Y = 3.83 - 0.28X_1 + 0.35X_2 - 1.82X_3 - 0.15X_1X_2 + 0.42X_1X_3 + 0.13X_2X_3 + 0.30X_1^2 + 0.38X_2^2 + 1.87X_3^2 \quad (\text{Eş. 4.1})$$

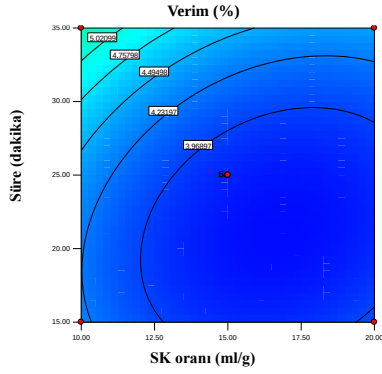
UDE yöntemi ile bal kabağı kabuklarından ekstrakte edilen pektin verimi ANOVA ile değerlendirilmiş ve sonuçları Çizelge 4.2'de gösterilmiştir. Pektin verimi için regresyon katsayısı (R^2) 0.99 olarak tespit edilmiş, model uyum eksikliği göstermeyip, regresyon katsayısı da %95 güven aralığında istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Adj R^2 (0.98) ve Pred R^2 (0.90) değerleri birbirleri ile uyumludur. Düşük varyans katsayısı (4.53) ve

standart sapma değeri (0.23) olması deneylerin yüksek hassasiyete ve güvenilirliğe sahip olduğunu gösterir. Adequate Precision değeri (>4 olması deneylerin yüksek duyarlılığa sahip olduğunu ve seçilen modelin uygun olduğunu göstermektedir) çalışmada 27.08 olarak bulunarak modelin uygun bir model olduğunu göstermiştir.

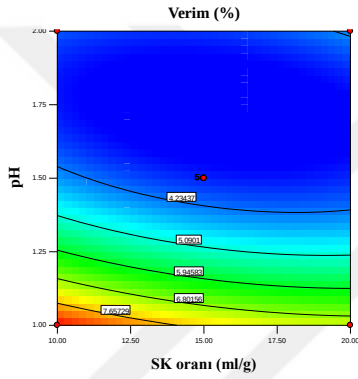
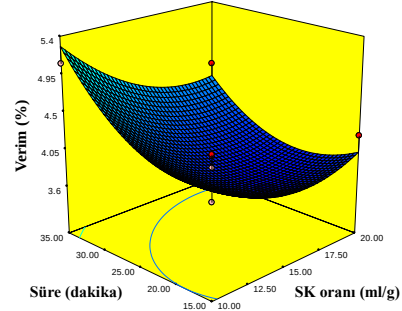
Çizelge 4.2. Bal kabağı kabuklarından UDE ile elde edilen pektin verimlerinin ANOVA çizelgesi

Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Karelerin Ortalaması	F-değeri	p-değeri Prob > F
Model	45.492	9	5.055	97.577	< 0.0001
X ₁	0.614	1	0.614	11.845	0.0108
X ₂	1.001	1	1.001	19.317	0.0032
X ₃	26.555	1	26.555	512.633	< 0.0001
X ₁ X ₂	0.088	1	0.088	1.693	0.2345
X ₁ X ₃	0.705	1	0.705	13.604	0.0078
X ₂ X ₃	0.056	1	0.056	1.077	0.3338
X ₁ ²	0.371	1	0.371	7.171	0.0316
X ₂ ²	0.615	1	0.615	11.873	0.0108
X ₃ ²	14.744	1	14.744	284.619	< 0.0001
Residual	0.363	7	0.052		
Uyum Eksikliği	0.265	3	0.088	3.596	0.1241
Saf Hata	0.098	4	0.025		
Toplam	45.855	16			
R ² : 0.99 PRESS: 4.39	Adj R ² : 0.98 C.V.: %4.53		Pred R ² :0.90 Std. Dev.: 0.23	Adeq Precision: 27.08	

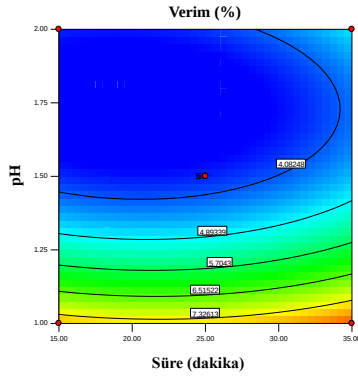
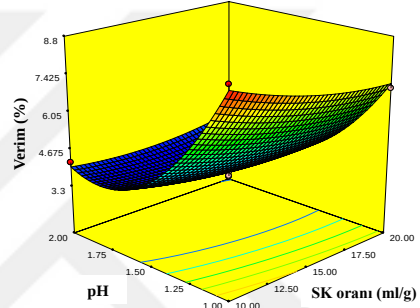
Bal kabağı kabuklarından UDE ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektinlerin verimlerine sıvı/katı oranı, süre ve pH arasındaki etkileşimi gösteren yanıt yüzey ve kontur grafikleri Şekil 4.1’de sunulmuştur. pH 1.5 da sabit tutulduğunda en yüksek verim %5.28 olarak, sıvı/katı oranının 10 mL/g, sürenin 35 dakika olduğu noktada görülmektedir (Şekil 4.1A). Ekstraksiyon süresi 25 dakika olduğunda; en yüksek verimi (%8.51), 10 mL/g sıvı/katı oranı ve pH 1 vermektedir (Şekil 4.1B). Sıvı/katı oranı 15 mL/g olduğunda; en yüksek verimin %8.14 olarak, pH 1 ve 35 dakika da olduğu görülmektedir (Şekil 4.1C). pH verim üzerinde büyük etki yaratırken, sıvı/katı oranının ve sürenin verim üzerinde etkisi daha ılımlıdır.



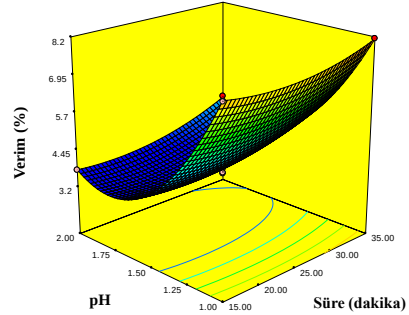
A



B



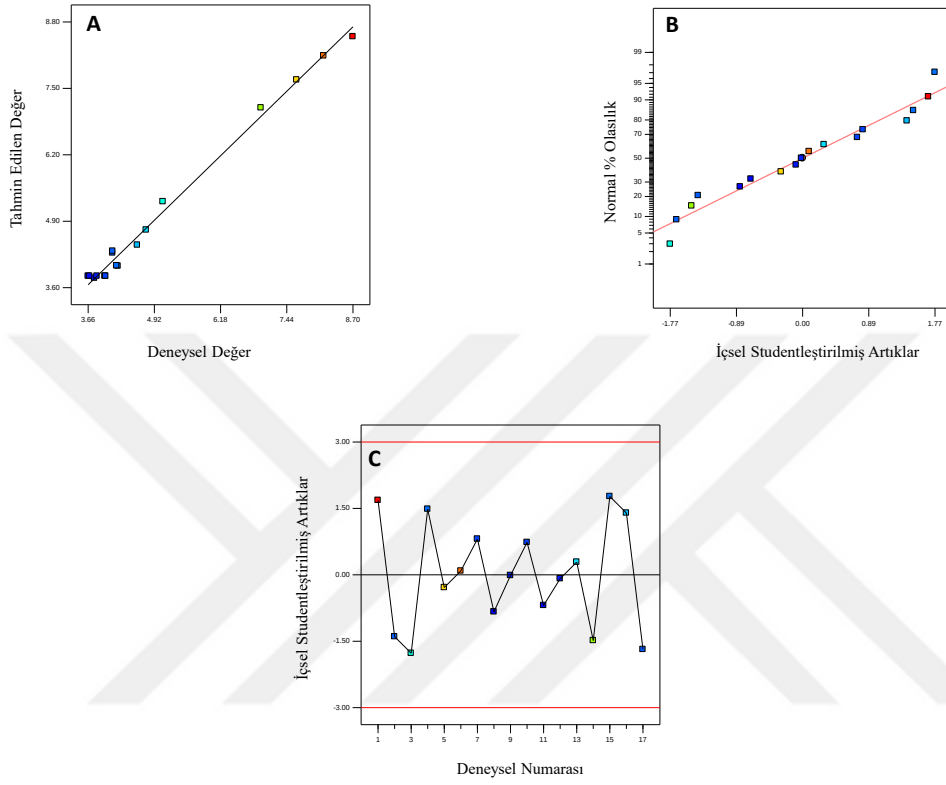
C



Şekil 4.1. Yanıt yüzey ve kontur grafikleri (UDE)

Model yeterliliği ve doğruluğu çeşitli diyagnostik eğrilerle de değerlendirilmiştir (Şekil 4.2). Sonuçlar incelendiğinde, deneyler ile tahmin edilen veriler arasında iyi bir korelasyon olduğunu göstermektedir (Şekil 4.2A). Normal % olasılık eğrisi normal dağılım göstermiş ve herhangi bir sapma oluşmamıştır. Bütün veriler (± 3) sınırlarında

kalmıştır (Şekil 4.2B ve C). Bu nedenle Şekil 4.2’de verilen eğriler geliştirilen modelin uygun olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.2. Model yeterlilik grafikleri (ultrason destekli ekstraksiyon)

Bal kabağı kabuklarından ekstrakte edilen pektinde en yüksek verimin elde edilmesi için yapılan optimizasyon çalışmasında program tarafından önerilen veriler arasında optimum ekstraksiyon koşulları; 33.42 dakika ekstraksiyon süresi, 10.6 mL/g sıvı/katı oranı ve pH 1.04 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında yapılan ekstraksiyonda pektin verimi %9.02 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.3). Optimum ekstraksiyon şartlarında yapılan deney sonucu elde edilen pektin verimi ile programın tahmin ettiği pektin verime yakın olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.3. Optimum koşullarda UDE ile elde edilen deneysel ve tahmini pektin verimleri

Sıvı/Katı (mL/g)	Süre (dakika)	pH	Deneysel Verim (%)	Tahmini Verim (%)
10.6	33.42	1.04	9.02±0.84	8.46

Bal kabağı kabuğundan daha önce yapılan çalışmalarda 80°C, 60 dakika sürede, nitrik asit ile yapılan pektin ekstraksiyonunda pektin verimi %6.24 olarak bulunmuştur (Hamed ve Mustafa, 2018). Diğer bir çalışmada bal kabağı posasından 1200 W, 10 dakika sürede ve HCl asit ile yapılan mikrodalga ekstraksiyonda pektin verimi %7.1 dir (Košťálová ve ark., 2016). Bir başka çalışmada 30°C, 20 saat sürede, enzimatik ekstraksiyonda pektin verimi %10.3 olarak elde edilmiştir (Cui ve Chang, 2014). Görüldüğü üzere yapılan çalışmalar, ekstraksiyon yönteminin verimi etkilediğini göstermektedir. Bu çalışma da UDE yöntemi ile elde edilen pektin verimi, daha önce yapılan asit ve mikrodalga ekstraksiyon yönteminden daha yüksek, enzimatik yöntem ile de benzer sonuçta çıkmıştır.

Farklı bitkisel kaynaklardan UDE yöntemi ile ekstrakte edilen pektin verimlerine bakıldığında; şeker pancarı posasından, 20 kHz, 10 dakika sürede %20.85 verim (Jafarzadeh-Moghaddam ve ark., 2020), mandalina kabuğundan, 130 W, 80°C, 15 dakika da %13.46 verim (Polanco-Lugo ve ark., 2019), elma posasından, 70 W, 30 dakika da %9.2 verim (Dranca ve ark., 2020), muz kabuğundan, 323 W, 27 dakika da %8.99 verim (Prakash-Maran ve ark., 2017), çarkıfelek meyvesi kabuğundan, 664 W, 85°C, 10 dakika da %12.67 verim (Olivera ve ark., 2016a), havuç posasından, 750 W, 20 dakika da %14 verim (Idrovo-Encalada ve ark., 2019), şeker elması kabuğundan (*Annona Squamosa*), 20 kHz, 63°C, 18 dakika da %8.89 (Shivamathi ve ark., 2019), mango kabuklarından, 500 W, 80°C, 15 dakika da %17.15 verim (Wang ve ark., 2016a), ayçiçeği tablalarından, 375 W, 60°C, 32 dakika da %8.89 verim (Ponmurugan ve ark., 2017) ile pektin elde edilmiştir. Yapılan çalışmalara bakıldığında kullanılan kaynağın verimi büyük oranda etkilediği görülmektedir.

4.2. Pektinin Klasik Yöntemle Ekstraksiyonu ve Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu

Bal kabağı kabuklarından KE yöntemi ile de pektin üretimi yapılarak ve ekstraksiyon koşulları optimize edilmiştir. Öğütülmüş bal kabağı kabukları farklı sıvı/katı oranlarında (20-30-40 mL/g), farklı pH'lara (1-1.5-2) ayarlı asidik su ile karıştırılmış ve asitli suların pH değerleri sülfürik asit ile ayarlanmıştır. Ekstraksiyon 80°C'de çalkalamalı su banyosunda farklı sürelerde (1-2-3 saat) gerçekleştirilmiştir. Burada bağımsız değişkenler X_1 sıvı/katı oranı (mL/g) X_2 süre (saat), X_3 pH olarak belirlenmiş olup deneysel veri aralıkları Materyal ve Yöntem bölümünde Çizelge 3.2'de gösterilmiştir. Bağımlı değişken ise Y pektin verimi (%) olup toplam 17 farklı koşullarda ekstraksiyon yapılarak elde edilen pektin verimleri ve programın tahmin ettiği pektin verimleri Çizelge 4.4'de verilmiştir.

Çizelge 4.4. Deneysel tasarım ve bal kabağı kabuklarından KE ile elde edilen pektin verimleri

Deney numarası	Sıvı/Katı (mL/g)	Süre (saat)	pH	Pektin Verimi	
				Deneysel	Tahmini
1	20	1	1.5	6.63	6.66
2	20	2	1	10.18	10.38
3	20	2	2	1.02	0.93
4	20	3	1.5	8.22	8.09
5	30	1	1	9.21	8.99
6	30	1	2	3.53	3.60
7	30	2	1.5	8.58	8.43
8	30	2	1.5	7.78	8.43
9	30	2	1.5	8.86	8.43
10	30	2	1.5	8.66	8.43
11	30	2	1.5	8.26	8.43
12	30	3	1	13.26	13.19
13	30	3	2	4.24	4.46
14	40	1	1.5	7.28	7.41
15	40	2	1	9.74	9.83
16	40	2	2	5.37	5.17
17	40	3	1.5	11.05	11.03

Optimum ekstraksiyon koşullarını belirlemek için yapılan deneme çalışmalarında, en yüksek pektin verimi pH 1, 30 mL/g sıvı/katı oranında ve 3 saat ekstraksiyon süresinde elde edilip, verim ise %13.26 olarak tespit edilmiştir. En düşük pektin verimi; pH 2'de,

20 mL/g sıvı/katı oranında, 2 saat ekstraksiyon süresinde elde edilmiş ve verim %1.02 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.4). Süre ve sıvı/katı oranı sabit tutulup pH değerinin değiştirilmesi verimi etkilemektedir. pH 2’de %3.53 verimde pektin elde edilirken (deney 6), pH 1’de %9.21 (deney 5) verimde pektin elde edilmiştir. UDE yönteminde olduğu gibi asitlik derecesi arttıkça verim yükselmektedir. Ekstraksiyon süresi de verimi etkileyen diğer bir faktördür. Çalışmada, en kısa ekstraksiyon süresinde (1 saat) pektin verimi %9.21 (deney 5) iken, en uzun ekstraksiyon süresinde pektin verimi %13.26 (deney 12) olarak tespit edilmiştir. Sürenin artması ile solvente pektinin kütle aktarımı daha fazla olmaktadır (Wai ve ark., 2010; Peng ve ark., 2014). Sıvı/katı oranı da pektin verimini etkilemiştir, bu oranın 20 mL/g (pH 1.5 ve süre 3 saat) olduğu ekstraksiyon koşullarında (deney 4) pektin verimi %8.22 iken, 40 mL/g olduğunda (pH 1.5 ve süre 3 saat) (deney 17) pektin verimi %11.05 dir. Ekstraksiyonda sıvı/katı oranının artması ile ekstraksiyon hacmi artar ve ektrakte edilecek materyal büyük ölçüde şişer. Şişen bitkisel materyal, sıcaklığı kolay bir şekilde absorbe eder ve pektin molekülü kolaylıkla çözünerek çözücüye geçiş yapar. Bu şekilde sıvı/katı oranının artması ile verim de artış görülür (Guo ve ark., 2012; Maran ve ark., 2013).

Farklı koşullarda ekstraksiyonlar sonucunda birbirinden farklı pektin verimleri elde edilmiştir; bu nedenle optimum ekstraksiyon koşullarının belirlenmesi için verilerin optimize edilmesi gerekmektedir. KE ile elde edilen pektinlerin optimizasyonu için bağımsız değişkenler ve deneysel veri aralığı Çizelge 4.4’de gösterilmiştir. Kodlanmış değişkenlere göre kuadratik model Eşitlik 4.2’de gösterilmiştir. Kuadratik modelde gösterilen Y verimi, X_1 sıvı/katı oranını, X_2 süreyi, X_3 pH’yı göstermektedir.

$$Y=8.43 + 0.92X_1 + 1.26X_2 - 3.53X_3 + 0.55X_1X_2 + 1.20X_1X_3 - 0.84X_2X_3 - 0.56X_1^2 + 0.43X_2^2 - 1.29X_3^2 \quad (\text{Eş. 4.2})$$

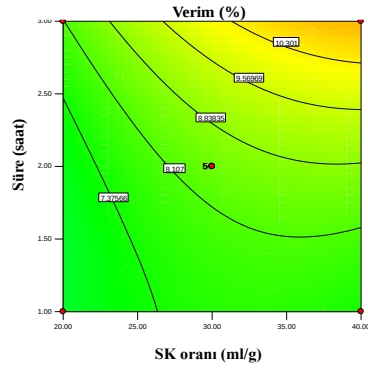
KE yöntemi ile bal kabağı kabuklarından ekstrakte edilen pektin verimi ANOVA ile değerlendirilmiş ve sonuçları Çizelge 4.5’de sunulmuştur. Pektin verimi için regrasyon katsayısı (R^2) 0.99 olarak tespit edilmiş, model uyum eksikliği göstermemiş, regrasyon katsayısı da %95 güven aralığında istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Adj R^2 (0.98) ve Pred R^2 (0.96) değerleri birbirleri ile uyumludur. Düşük varyans kaysayısı (4.73) ve

standart sapma değeri (0.37) deneylerin yüksek hassasiyete ve güvenilirliğe sahip olduğunu göstermektedir. Adequate Precision değeri çalışmada 43.58 olarak bulunarak modelin uygun bir model olduğunu göstermiştir.

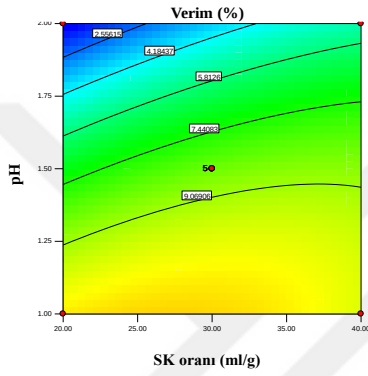
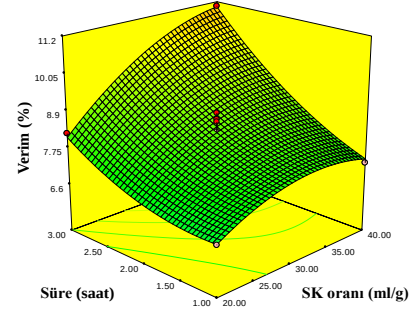
Çizelge 4.5. Bal kabağı kabuklarından klasik ekstraksiyonla elde edilen pektin verimlerinin ANOVA çizelgesi

Kaynak	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Karelerin Ortalaması	F-değeri	p-değeri Prob > F
Model	138.087	9	15.343	113.967	< 0.0001
X ₁	6.833	1	6.833	50.753	0.0002
X ₂	12.791	1	12.791	95.011	< 0.0001
X ₃	99.613	1	99.613	739.922	< 0.0001
X ₁ X ₂	1.202	1	1.202	8.930	0.0203
X ₁ X ₃	5.729	1	5.729	42.558	0.0003
X ₂ X ₃	2.796	1	2.796	20.767	0.0026
X ₁ ²	1.310	1	1.310	9.727	0.0169
X ₂ ²	0.764	1	0.764	5.678	0.0487
X ₃ ²	7.027	1	7.027	52.194	0.0002
Residual	0.942	7	0.135		
Uyum Eksikliği	0.241	3	0.080	0.457	0.7269
Saf Hata	0.702	4	0.175		
Toplam	139.029	16			
R ² : 0.99	Adj R ² : 0.98	Pred R ² : 0.96	Adeq Precision: 43.58		
PRESS: 4.95	C.V.: %4.73	Std. Dev.: 0.37			

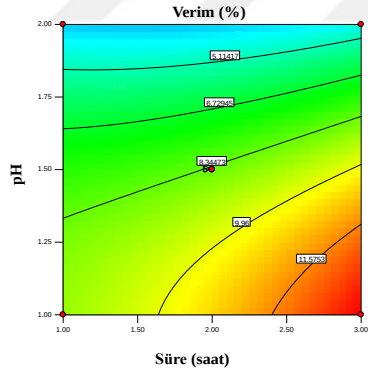
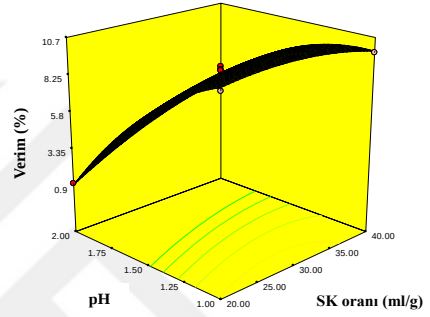
Bal kabağı kabuklarından KE yöntemiyle elde edilen pektinlerin verimlerine sıvı/katı oranı, süre ve pH arasındaki etkileşimi gösteren yanıt yüzey ve kontur grafikleri Şekil 4.3'de sunulmuştur. pH 1.5 da sabit tutulduğunda en yüksek verim %11.03 olarak, sıvı/katı oranı 40 mL/g, sürenin 2 saat olduğu noktada tespit edilmiştir (Şekil 4.3A). Ekstraksiyon süresi 2 saat olduğunda; en yüksek verimi (%10.69), 27 mL/g sıvı/katı ve pH 1 vermektedir (Şekil 4.3B). Sıvı/katı oranı 30 mL/g olduğunda; en yüksek verimin %13.19 olarak, pH 1 ve 3 saat de olduğu görülmektedir (Şekil 4.3C). pH verim üzerinde büyük etki yaratırken, sıvı/katı oranının ve sürenin verim üzerinde etkisi daha ılımlıdır.



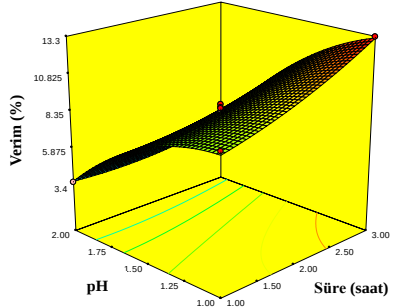
A



B

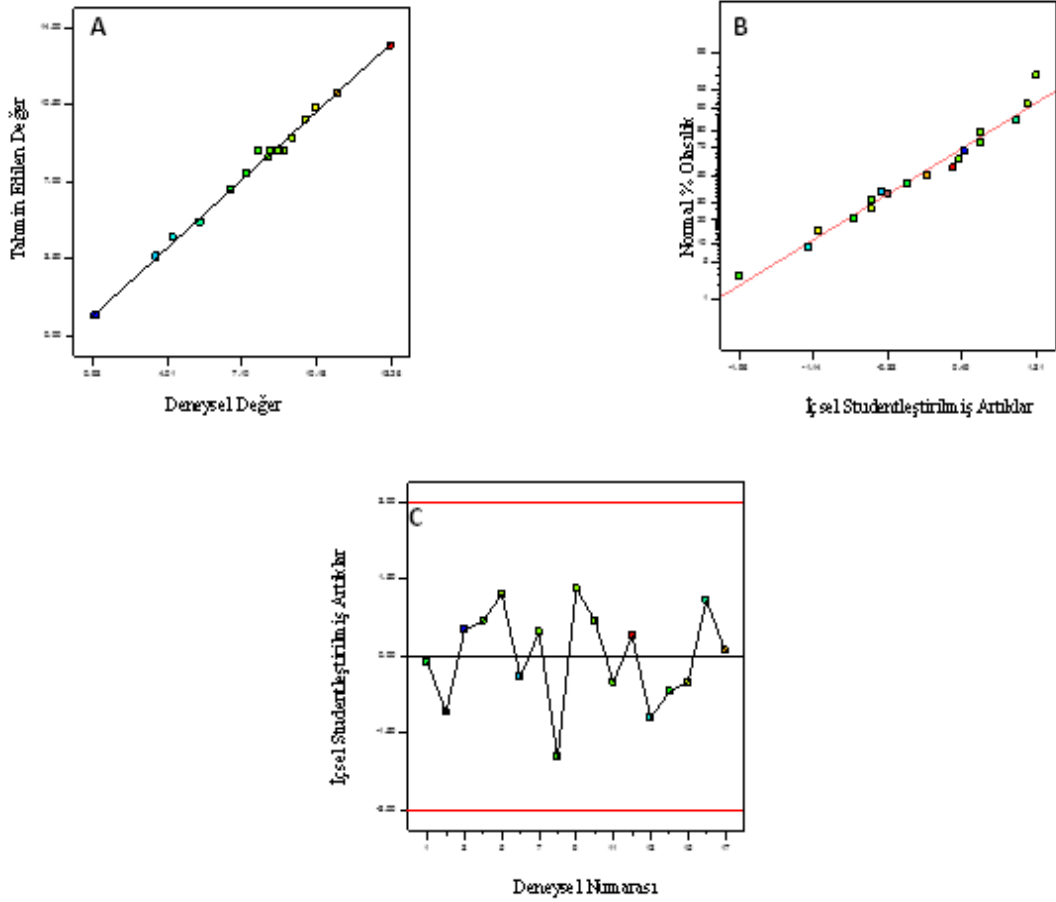


C



Şekil 4.3. Yanıt yüzey ve kontur grafikleri (klasik ekstraksiyon)

Model yeterliliği ve doğruluğunu gösteren diyagnostik eğriler Şekil 4.4’de sunulmuştur. Deneyler sonucunda elde edilen verilerle ile tahmin edilen veriler arasında iyi bir korelasyon olduğunu görülmektedir (Şekil 4.4A). Normal % olasılık eğrisi normal dağılım göstermiş ve herhangi bir sapma oluşmamıştır (Şekil 4.4B). Bütün veriler (± 3) sınırlarında kalmıştır (Şekil 4.4C).



Şekil 4.4. Model yeterlilik grafikleri (klasik ekstraksiyon)

Ekstraksiyon sonucunda yüksek pektin verimi elde edilebilmesi için yapılan optimizasyon çalışmasında program tarafından önerilen veriler arasından optimum ekstraksiyon koşulları; 2.91 saat ekstraksiyon süresi, 33.27 mL/g sıvı/katı oranı ve pH 1.08 olarak belirlenmiş ve bu optimum ekstraksiyon koşullarında yapılan ekstraksiyon sonucunda pektin verimi %12.19 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.6). Optimum ekstraksiyon şartlarında yapılan deney sonucu elde edilen pektin verimi ile programın tahmin ettiği pektin verim sonuçları incelendiğinde, deney sonucundan elde edilen pektin veriminin tahmini verim ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.6. Optimum koşullarda KE ile elde edilen deneysel ve tahmini pektin verimleri

Sıvı/Katı (mL/g)	Süre (saat)	pH	Deneysel Verim (%)	Tahmin Verim (%)
32.27	2.91	1.08	12.19±0.07	12.69

Daha önceki çalışmalar incelendiğinde bal kabağından KE ile pektin izolasyonu çalışmasında (75°C, 120 dakika, HCl asit) %5.7 (Yoo ve ark., 2012), posasında (65°C, 120 dakika, HCl asit) %7 (Shkodina ve ark., 1998), kabuk da (80°C, 60 dakika, nitrik asit) %6.24 (Hamed ve Mustafa, 2018) verim bulunmuştur. Farklı kaynaklardan KE ile yapılan pektin çalışmalarında ise; mango kabuklarında (80°C, 120 dakika da, sitrik asit ekstraksiyonunda) %16.70 (Wang ve ark., 2016a), kivi kabuğunda (80°C, 60 dakika da) %11.46, nar kabuğunda %6.13, kavun kabuklarında %6.54, portakal kabuklarında %8.3 ve elma kabuklarında %13.30 verimler ile pektin elde edilmiştir (Güzel ve Akpınar, 2019). Greyfurt kabuğundan (80°C, 180 dakika, H₂SO₄) %38.88 (Tektaş-Taşan, 2018), patates posasından (90°C, 60 dakika) %8.38 (Yang ve ark., 2018), limon kabuğundan, (82°C, 50 dakika, HCl) %3.15 (Georgiev ve ark., 2012) verimler ile pektin elde edilmiştir. Bu çalışmada, bal kabağı kabuklarından elde edilen pektin verimi literatürdeki bal kabağı çalışmalarından daha yüksek bulunmuştur. Ekstraksiyonda kullanılan sıcaklık, süre ve pH derecesi verimi önemli derecede etkilemektedir. Çalışmamızda literatürdeki çalışmalara göre daha yüksek sıcaklık ve uzun ekstraksiyon süresi kullanılmıştır. Yüksek sıcaklık ve uzun ekstraksiyon süresi verimi artırmıştır. Ayrıca kullanılan hammaddenin farklı olmasının da verim üzerinde önemli etkiye sahip olduğu görülmektedir.

4.3. Pektinlerin Kuru Madde, Kül, Toplam Şeker, İndirgen Şeker ve Protein Miktarları

UDE ve KE yöntemleri ile optimum şartlarda ekstrakte edilen pektinlerin kurumadde, kül, toplam şeker, protein ve indirgen şeker miktarları Çizelge 4.7’de verilmiştir. Ticari pektinin kuru madde miktarı %94.39, KE ve UDE yöntemle elde edilen pektinlerin kuru madde miktarları ise sırası ile %90.47 ve %94.79 olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektinin kuru madde miktarı ile ticari pektinin kuru madde miktarı arasında

önemli bir fark yoktur. Kuru madde miktarları birbirleriyle benzerdir. KE yöntemi ile elde edilen pektinin kuru madde miktarı ise ticari pektine göre düşüktür.

Çizelge 4.7’de UDE yöntemi ile ekstrakte edilen pektinin kül miktarı %44.60, KE yöntem ile elde edilen pektinin %23.01, ticari pektinin ise %13.61 olarak tespit edilmiştir. Bal kabağı kabuğunun kül miktarı %7.39’dur. Bu çalışmada UDE ve KE yöntemi ile elde edilen pektinlerin kül miktarları ticari pektine göre daha yüksek çıkmıştır. Kül miktarı, kullanılan kaynak ve ekstraksiyon yöntemine göre değişkenlik göstermektedir. Daha önce yapılan çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir (Pérez-Martínez ve ark., 2013; Lekhuleni ve ark., 2021). Yüksek kül içeriği nedeni olarak, farklı kaynaklardan elde edilen pektinlerle daha önce yapılan çalışmalarda, asidik ortamda (düşük pH da) pektin kısmen esterleşmesinden ve negatif yüklü karboksilik gruplar ile mineraller ve iyonlar arasındaki interaksiyonlardan kaynaklandığı bildirilmiştir (Pérez-Martínez ve ark., 2013; Lekhuleni ve ark., 2021). Bal kabağı toprakta yetişen bir bitki olduğundan dolayı mineral madde içeriği yüksektir. Toprak, azot, fosfor, potasyum, kalsiyum, magnezyum, kükürt, demir, klor, bakır, mangan, çinko, molibden, bor, nikel, fosfatlar ve karbonatlar gibi çeşitli mineralleri içermektedir (Bolat ve Kara, 2017). Bal kabağının bileşiminde Na, Ca, P, Fe, Al, Cu, K, Mg, Zn, Cr minerallerini bulundurmaktadır (Yadav ve ark., 2010). Dolayısıyla pektinin çöktürülmesi esnasında hammaddenin zengin mineral madde içeriği ve karboksilik gruplar arasındaki interaksiyon nedeniyle kül miktarı yüksek çıkmıştır. KE ile elde edilen pektinin UDE ile elde edilen pektine göre yüksek sıcaklıklarda ekstrakte edilmesi ve sıcaklığın minerallerin çözünmelerine üzerine pozitif bir etkisi olmasından dolayı, KE ile elde edilen pektinin kül içeriği UDE ile elde edilen pektinin kül içeriğinden düşük olmasının neden olarak düşünülmüştür. Dikenli armut (*Opuntia humifusa*) meyvesinden mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektinin kül miktarı; mor renkli dikenli armutta %36.30, turuncu renkli de %34.26, yeşil renkli dikenli armutta %25.16 (Lekhuleni ve ark., 2021) olarak tespit edilmiştir. Hint incirinden (*Opuntia ficus indica*) KE ile elde edilen pektinin kül miktarı %30.80 (Pérez-Martínez ve ark., 2013), elma posasından elde edilen pektinin kül miktarı %18 (Kumar ve Chauhan, 2010), dragon meyvesinden elde edilen pektinin kül miktarı %11.95 (Norazelina ve ark., 2012) olarak tespit edilmiştir. Ayçiçeği tablalarından (*Helianthus annuus*) UDE yöntemi ile elde edilen pektinin kül miktarı %10.32 (Muthusamy ve ark., 2019), ekmek ağacı (*Artocarpus altilis*)

meyvesinden edilen pektinin kül miktarı ise %5.28 (Fadhilah ve ark., 2021). Kül miktarı, bir gıdada bulunan toplam mineral miktarını vermektedir. Gıdalarda bulunan mineral miktarı ne kadar yüksek olursa, kül içeriği de o kadar yüksek olur (Güzel ve Akpınar, 2017; Lekhuleni ve ark., 2021).

UDE yöntemi ile elde edilen pektinin toplam şeker miktarı 0.16 mg/mg, KE yöntemi ile elde edilen pektinin 0.2 mg/mg, ticari pektinin ise 0.34 mg/mg olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.7). Protein miktarı UDE yöntemle üretilen pektinde 0.01 mg/mg, KE yöntemi ile üretilen pektinde 0.06 mg/mg tespit edilmiş, ticari pektinde ise protein tespit edilememiştir. İndirgen şeker miktarı tüm pektinlerde 0.04 mg/mg olarak bulunmuştur. Daha önce yapılan KE ile elde edilen pektinlerin protein miktarları; şeker pancarı posasından elde edilen pektin de %1.5 (Li ve ark., 2015), cennet hurması (*Diospyros kaki Thunb.*) kabuğundan elde edilen pektin de %0.65 (Jiang ve ark., 2020), bal kabağı kabuğundan elde edilen pektin de %3.2 olarak (Hamed ve Mustafa, 2018) tespit edilmiştir. Gac meyvesinden (*Momordica cochinchinensis*) UDE yöntemi ile elde edilen pektinde protein miktarı %0.33 (Tran ve ark., 2021), ekşi portakal kabuğundan elde edilen pektinde ise %1.45 (Hosseini ve ark., 2019) olarak bulunmuştur. Toplam şeker miktarı asit ekstraksiyonu yöntemi ile domates atıklarından edilen pektinde %3.94, UDE yöntemle elde edilen pektinde ise %1.9 tespit edilmiştir (Grassino ve ark., 2016). Çalışmamızdaki UDE yöntemi ile elde edilen pektin protein miktarı literatürdeki çalışmalara benzer KE ile elde edilen pektinin protein miktarı ise literatürdeki çalışmalardan daha yüksek bulunmuştur. Her iki yöntemle elde edilen pektinlerin toplam şeker miktarları literatür çalışmalarına göre yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.7. Pektin örneklerinde kuru madde, kül, toplam şeker, indirgen şeker ve protein miktarları

Pektin	Kuru Madde (%)	Kül (%)	Toplam Şeker (mg/mg)	Protein (mg/mg)	İndirgen Şeker(mg/mg)
Ticari	94.39±0.54 ^a	13.61±0.21 ^c	0.34±0.05 ^a	0.00±0.00 ^c	0.04±0.00 ^b
KE	90.47±0.15 ^b	23.01±0.06 ^b	0.20±0.01 ^b	0.06±0.00 ^a	0.04±0.00 ^a
UDE	94.79±0.37 ^a	44.60±0.96 ^a	0.16±0.04 ^b	0.01±0.00 ^b	0.04±0.00 ^a

*Her bir değer, 3 paralelin ortalamasıdır. Aynı sütunda farklı harflerle (a, b, c) işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak Duncan testine göre birbirinden farklıdır (p<0.05)

4.4. Pektin Örneklerinin Çözünürlüğü

Pektinin suda çözünürlüğü polimerizasyon derecesi, metoksil gruplarının sayısı ve dağılımına göre değişkenlik göstermektedir. Pektinin molekül ağırlığı ve esterleşme derecesi arttıkça çözünürlüğü azalmaktadır. Ortam sıcaklığının artması ise pektin çözünürlüğünü arttırmaktadır (Thakur ve ark., 1997). Bu çalışmada bal kabağı kabuklarından UDE ve KE yöntemi ile elde edilen pektinlerin ve ticari pektinin sıcak/soğuk su ve alkali sıcak soğuk su içerisinde çözünürlükleri incelenmiş ve sonuçlar karşılaştırılmıştır (Çizelge 4.8). Ticari pektin sıcak/soğuk su ve alkali sıcak soğuk su içerisinde tamamen çözünmüştür. KE yöntemi ile elde edilen pektin soğuk suda çözünmemiş, sıcak suda ve soğuk alkali de kısmen çözünmüş, sıcak alkali de ise çözünme göstermiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektin soğuk su içerisinde kısmen çözünmüş, sıcak su ve soğuk alkalide çözünmüş, sıcak alkalide ise daha iyi çözünme göstermiştir.

Çizelge 4.8. Pektin örneklerinin çözünürlüğü

Pektin	Soğuk su	Sıcak su	Soğuk alkali	Sıcak alkali
Ticari	+4	+4	+4	+4
KE	0	+1	+1	+2
UDE	+1	+2	+2	+3

*+4: Tamamen çözündü, +3: Çözündü, +2: Çözündü, +1: Kısmen çözündü, 0: Çözünmedi

4.5. Pektinlerin Eşdeğer Ağırlığı, Metoksil İçeriği, Galakturonik Asit, Anhidronik Asit İçeriği ve Esterleşme Derecesi

Eşdeğer ağırlık pektinin galakturonik asit miktarıdır (Ramli ve Asmawati, 2011; Castillo-Israel ve ark., 2015). Bal kabağı kabuklarından KE ile elde edilen pektinin eşdeğer ağırlığı 429.33 mg, UDE ile elde edilen pektinin 883.67 mg, ticari pektinin ise 749.67 mg olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.9). UDE yöntemi ile üretilen pektinin eşdeğer ağırlığı ticari pektin ve KE yöntemi ile üretilen pektine göre daha yüksek çıkmıştır. Pektinin eşdeğer ağırlığı, kullanılan ekstraksiyon metoduna, ekstraksiyon sıcaklığına ve süresine göre değişkenlik göstermektedir (Kumar ve Chauhan, 2010; Shaha ve ark., 2013; Azad ve ark., 2014; Dranca ve ark., 2020). Diğer pektin kaynaklarından KE ile yapılan çalışmalarında eşdeğer ağırlık jackfruit meyvesi (*Artocarpus heterophyllus* L.) kabuğundan elde edilen pektinde 475.74 (Ahmed ve ark., 2017), bal kabağı kabuğundan elde edilen pektinde 1250 mg (Hamed ve Mustafa, 2018) ve bengal ayvası pektininde (*Aegle marmelos* Corr) 1209.5 mg (Jindal ve ark., 2013) olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemi çalışmalarında eşdeğer ağırlık ise; ejderha meyvesi kabuğundan elde edilen pektinde 312.79-351.03 mg (Nguyen ve Pirak, 2019), karpuz kabuğundan elde edilen pektinde 479.88 mg (Abidin ve ark., 2020), şeker elması (*Annona Squamos*) kabuğundan elde edilen pektinde 886 mg (Shivamathi ve ark., 2019), elma posasından elde edilen pektinde 704 mg (Dranca ve ark., 2020) olarak tespit edilmiştir. KE ve UDE yöntemi ile elde edilen pektin örneklerinin eşdeğer ağırlıkları literatür çalışmaları ile kıyaslandığında; KE yöntemi ile elde edilen pektinin eşdeğer ağırlığı literatür çalışmalarına göre daha düşüktür. UDE yöntemi ile elde edilen pektinin eşdeğer ağırlığı ise literatür çalışmalarına göre daha yüksek veya benzer bulunmuştur. Pektinde eşdeğer ağırlığın düşük olması, pektin molekülünün zarar görüp bozulduğunu ve jelleşme yeteneğinin de daha az olacağını göstermektedir. KE’de kullanılan yüksek sıcaklık ve uzun ekstraksiyon süresi pektin molekülünün yapısına zarar vererek parçaladığı ve dolayısıyla eşdeğer ağırlığı UDE ile elde edilen pektine göre daha düşük olduğu sonucuna varılmıştır.

Metoksil içeriği pektin zincirindeki 100 mol galakturonik asitte bulunan metil alkolün mol oranını ifade etmektedir (Ramli ve Asmawati, 2011). Bal kabağı kabuklarından KE yöntemi ile elde edilen pektin %8.31, UDE yöntemi ile elde edilen pektin %4.06, ticari pektin ise %10.11 metoksil içeriğine sahiptir (Çizelge 4.9). KE yöntemi ile elde edilen

pektinin metoksil içeriği, ticari pektinin metoksil içeriğinden düşüktür. UDE yöntemi ile elde edilen pektin, KE yöntemi ile elde edilen pektine ve ticari pektine göre daha düşük metoksil içeriğine sahiptir. KE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında metoksil içeriği, kakao kabukları pektininde %4.62-6.01 (Ramli ve Asmawati, 2011), bal kabağı kabuğu pektinin de %6.20-7.23 (Hamed ve Mustafa, 2018), elma posası pektinin de %6.46 (Sato ve ark., 2011), ejderha meyvesi (*Hylocereus polyrhizus*) kabuğu pektinin de %3.43 (Ismail ve ark., 2012) olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında ise metoksil içeriği; ejderha meyvesi (*Hylocereus usundatus*) kabuğu pektinin de %4.27-6.47 (Nguyen ve Pirak, 2019), domates atıkları pektinin de %4.71 (Grassino ve ark., 2016), ekmek ağacı (*Artocarpus altilis*) meyvesi pektinin de %0.44-1.14 (Fadhilah ve ark., 2020), karpuz kabuğu pektinin de %4.86 (Abidin ve ark., 2020) olarak bulunmuştur. KE yöntemi ile üretilen pektinlerin metoksil içeriği literatür çalışmalarına göre daha yüksek çıkmıştır. UDE yöntemi ile elde edilen pektinlerin metoksil içerikleri ise literatür çalışmaları ile uyumludur.

KE yöntemi ile üretilen pektinde %85.96, UDE yöntemle üretilen pektinde %42.64, ticari pektin ise %78.24 miktarında anhidronik asit tespit edilmiştir (Çizelge 4.9). KE ile üretilen pektinin anhidronik asit miktarı ticari pektine göre daha yüksektir. UDE ile üretilen pektinin anhidronik asit miktarı ise, KE ile elde edilen pektine ve ticari pektine göre daha düşüktür. Daha önceki çalışmalarda KE yöntemi ile kaffir limonu (*Citrus hystrix*) kabuğundan elde edilen pektinde %85.07 (Shaha ve ark., 2013), citrus kabuğundan (*Citrus reticulate Blanco*) elde edilen pektinde %82.05 (Khamsucharit ve ark., 2018) miktarında anhidronik asit miktarı tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında ise; karpuz kabuğundan elde edilen pektinde %47.72 (Abidin ve ark., 2020), domates kabuklarından elde edilen pektinde %31.36-37.55 oranında anhidronik asit miktarı (Grassino ve ark., 2016) tespit edilmiştir. Üretilen pektinlerin anhidronik asit içeriği literatür çalışmaları ile benzerdir.

Galakturonik asit zincirindeki esterleşmiş karboksil gruplarının toplam karboksil gruplarına oranı pektinin esterleşme derecesini göstermektedir. Esterleşme derecesi pektinin fonksiyonel özelliklerini belirleyen en önemli parametredir. Bitkisel dokunun cinsine, olgunlaşma durumuna ve ekstraksiyon yöntemine göre farklılık gösterir (Pérez

ve ark., 2000). KE yöntemi ile elde edilen pektinde esterleşme derecesi %54.87, UDE yöntemi ile elde edilen pektinde %53.81, ticari pektinde ise %73.30 oranında tespit edilmiştir (Çizelge 4.9). Her iki yöntemle elde edilen pektin de yüksek metoksilli pektin grubundadır. KE yöntemi elde edilen pektin çalışmalarında; parmak ağacı kavun posası pektininde %50.4-66.4 (Yu ve ark., 2021), greyfurt kabuğu pektininde %55.01-51.24 (Mohamed, 2016), muz kabukları pektininde %76.93, mango kabukları pektininde %86.96 (Lai ve ark., 2022), limon kabuğu pektininde %79.54, mandalina kabuğu pektininde %73.30, portakal kabuğu pektini %69.67, greyfurt kabuğu pektininde %73.28 (Güzel ve Akpınar, 2017) oranında esterleşme dereceleri tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında ise; ejderha meyvesi (*Hylocereus polyrhizus*) kabuğu pektininde %54.94 (Zaid ve ark., 2020), parmak ağacı kavun posası pektininde %50.4-51.3 (Yu ve ark., 2021), greyfurt kabuğu pektininde %58.78 (Wang ve ark., 2016) ve mango kabuğu pektininde %61 (Guandalini ve ark., 2019) oranında esterleşme derecesi tespit edilmiştir. Çalışma da üretilen pektinlerin esterleşme dereceleri literatür çalışmaları ile uygunluk göstermekte olup, yüksek metoksilli pektin olduğu görülmektedir.

KE yöntemi ile üretilen pektinin galakturonik asit içeriği %28.84, UDE yöntemi ile elde edilen pektinin %16.10, ticari pektinin ise %54.70 dir (Çizelge 4.9). Daha önce yapılan KE ile pektin elde edilen pektin çalışmalarında galakturonik asit içeriği, kakao kabuğundan elde edilen pektin de %65.1 (Vriesmann ve ark., 2012), yeşil fıstık kabuğu pektinin de %65 (Chaharbaghi ve ark., 2017), bal kabağı posası pektini de %60 (Shkodina ve ark., 1998), muşmula meyvesi pektinin de %71.4 (Al-Amoudi ve ark., 2019), jackfruit meyvesi (*Artocarpus heterophyllus*) atığı pektinin de %62.71 (Begum ve ark., 2021), greyfurt kabuğu pektininde %25.91, portakal kabuğu pektininde %24.08, limon kabuğu pektininde %24.33 (Kaya ve ark., 2014) olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemle üretilen pektinlerde ise galakturonik asit miktarı; siyah havuç posası pektinin de %17.7 (Misra ve Yadav, 2020), domates atığı pektinin de %13.41 (Lasunon ve Sengkhampan, 2022), ejderha meyvesi (*Hylocereus polyrhizus*) kabuğu pektinin de %39.16 (Zaid ve ark., 2020), greyfurt kabuğu pektinin de %56.39 (Wang ve ark., 2016), mango kabukları pektinin de %76 (Guandalini ve ark., 2019), ekmek ağacı (*Artocarpus altilis*) meyvesi pektinin de %10.19-14.78 (Fadhilah ve ark., 2020) oranında galakturonik asit bulunmuştur. Bal kabağı kabuğundan üretilen pektinler literatür çalışmaları ile

karşılaştırıldığında, pektinlerin galakturonik asit içeriklerinin bazı çalışmalardan yüksek, bazılarından düşük olduğu görülmektedir. Kullanılan hammaddeyi yapısı, olgunluk derecesi, ekstraksiyon yöntemi ve koşulları pektinin galakturonik asit miktarını etkilemektedir. Bu nedenle çalışmalarda tespit edilen galakturonik asit içerikleri farklılık göstermiştir.

Çizelge 4.9. Pektin örneklerinde eşdeğer ağırlık, metoksil, anhidronik asit, esterleşme ve galakturonik asit miktarları

Pektin	Eşdeğer Ağırlık (mg)	Metoksil (%)	Anhidronik Asit (%)	Esterleşme Derecesi (%)	Galakturonik Asit (%)
Ticari	749.67±1.53 ^b	10.11±0.37 ^a	78.24±1.97 ^b	73.30±0.79 ^a	54.70±1.17 ^a
KE	429.33±9.29 ^c	8.31±0.33 ^b	85.96±1.92 ^a	54.87±0.97 ^b	28.84±1.36 ^b
UDE	883.67±1.53 ^a	4.06±0.57 ^c	42.64±3.54 ^c	53.81±3.96 ^b	16.10±1.70 ^c

*Her bir değer, 3 paralelin ortalamasıdır. Aynı sütunda farklı harflerle (a, b, c) işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak Duncan testine göre birbirinden farklıdır (p<0.05)

4.6. Pektinlerin Yağ Bağlama ve Su Bağlama Kapasitesi

Su bağlama kapasitesi ve yağ bağlama kapasitesi, 1 gram pektinin tuttuğu su/yağ miktarıdır (Ezzati ve ark., 2020) ve pektinin önemli fonksiyonel özellikleridir. Yüksek su bağlama kapasitesine sahip pektin, gıda hacim artışını, duyu ve dokusal özelliklerin iyileştirilmesini sağlar. Yoğurt gibi bazı gıdalarda da sinerji oluşumunu önler. Yüksek yağ bağlama kapasitesine sahip pektinler ise, yağlı gıdalarda ve emülsiyonlarda stabilizatör ve yağ ikame maddesi olarak kullanılır (Yuan ve ark., 2018). KE yöntemi ile üretilen pektinin yağ bağlama kapasitesi, 3.62 g yağ/g pektin, su bağlama kapasitesi 4.06 g su/g pektin, UDE yöntemi ile elde edilen pektinin yağ bağlama kapasitesi 3.10 g yağ/g pektin, su bağlama kapasitesi 6.10 g su/g pektin, ticari pektinin ise yağ bağlama kapasitesi 4.38 g yağ/g pektin, su bağlama kapasitesi 6.91 g su/g pektin olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.10). UDE yöntemi ile elde edilen pektinin ise yağ bağlama kapasitesi ticari pektine göre biraz düşük çıkarken, su bağlama kapasitesi ticari pektinle istatistiksel olarak uyumlu bulunmuştur. Daha önceki çalışmalar incelendiğinde KE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında su ve yağ bağlama kapasiteleri; siyah havuç posasından elde edilen

pektinde su bağlama kapasitesi 0.6 g su/g pektin, UDE yöntem ile elde edilen pektinde 0.5 g yağ/g pektin (Misra ve Yadav, 2020), ejderha meyvesi kabuğundan elde edilen pektinde su bağlama kapasitesi 5.50 g su/g pektin, yağ bağlama kapasitesi 1.24 g yağ/g pektin (Izalin ve ark., 2016) oranında tespit edilmiştir. UDE yöntemle yapılan çalışmalarda ise; ayçiçeği tablasından elde edilen pektinde su bağlama kapasitesi 5.37 g su/g pektin, yağ bağlama kapasitesi 2.51 g yağ/g pektin (Ezzati ve ark., 2020), diken kabağından (*Sechium edule*) elde edilen pektinde su bağlama kapasitesi 3.14 su/g pektin, yağ bağlama kapasitesi 3.73 g yağ/g pektin (Ke ve ark., 2020), patlıcan kabuğundan elde edilen pektinde su bağlama kapasitesi 6.22 g su/g pektin, yağ bağlama kapasitesi 2.12 yağ/g pektin (Kazemi ve ark., 2019) olarak bulunmuştur. Literatür çalışmaları göre üretilen pektinlerin su ve yağ bağlama kapasiteleri bazı çalışmalarla benzer, bazılarında da daha yüksek çıkmıştır.

Çizelge 4.10. Pektin örneklerinin yağ ve su bağlama kapasitesi

Pektin	Yağ Bağlama (g yağ/g pektin)	Su Bağlama (g su/g pektin)
Ticari	4.38±0.22 ^a	6.91±0.40 ^a
KE	3.62±0.44 ^{ab}	4.06±0.65 ^b
UDE	3.10±0.76 ^b	6.10±0.68 ^a

*Her bir değer, 3 paralelin ortalamasıdır. Aynı sütunda farklı harflerle (a, b, c) işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak Duncan testine göre birbirinden farklıdır (p<0.05)

4.7. Pektin Örneklerinin ve Bal Kabağı Kabuğu'nun Renk Özellikleri

Bir gıdanın rengi, tüketici tarafından tercih edilmesinde ve gıdanın kabul edilebilirliğinde önemli derecede etkili olan kalite kriterlerindendir (Yetim ve Kesmen, 2015). L değeri 0-100 arasında değerde bulunur. L değeri 0 ise siyah (karanlık), 100 ise beyaz (aydınlık) renktir. Bu değer ile gıdanın parlaklığı belirlenmektedir, a değeri ise kırmızı ve yeşil renkleri temsil etmektedir ve a (+) ise kırmızı, a (-) ise yeşil renk yoğunluğunun hakim olduğunu göstermektedir. Sarı ve mavi renkler ise b değeri ile temsil edilmektedir, b (+) sarı, b (-) ise mavi renk yoğunluğunun hakim olduğunu göstermektedir. KE yöntemi ile elde edilen pektinin L: 70.24, a: 1.40, b: 18.74, UDE yöntemi ile elde edilen pektinin L:

85.88, a: -0.55, b: 12.67, ticari pektinin L: 81.19, a: 2.81, b: 17.17, bal kabağı kabuğunun ise L: 55.59, a: 1.20, b: 32.92 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.11). UDE yöntemi ile elde edilen L değeri ticari ve KE yöntemle üretilen pektine göre yüksek çıkmıştır. UDE ile elde edilen pektin KE yöntem ile elde edilen pektine göre daha açık ve parlak bir renge sahiptir. Ticari pektine göre de renk açıklığı ve parlaklığı daha fazladır. KE yöntemi ile üretilen pektinde kırmızı renk, ticari pektine göre daha düşük yoğunluktadır. UDE yöntemi ile üretilen pektinde ise sarı renk yoğunluğu, klasik ve ticari pektine göre daha düşüktür. KE ile üretilen pektinin L değerinin daha düşük olmasının sebebi; KE yönteminde kullanılan yüksek sıcaklığın, maillard ve karamelizasyon gibi enzimatik olmayan esmerleşme tepkimelerine neden olarak renkte esmerleşmeye sebep olması olarak düşünülmüştür. UDE düşük sıcaklıkta gerçekleştiği için bu tip reaksiyonlar minimum seviyede kalmıştır. Hem görsel olarak hem de ölçülen L, a, b değerlerine göre UDE yöntemi ile üretilen pektin KE ile üretilen pektine göre daha açık ve parlak renktedir. KE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarından; pomelo kabuğu pektinin de L: 23.99, a: 3.76, b: 12.23 (Roy ve ark., 2017), mango kabuğu pektinin de L: 52.03, a: 1.60, b: 5.44 (Wang ve ark., 2016a) olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile pektin çalışmalarında ise; mango kabuğu pektinin de L: 94.5, a: -0.36, b: 4.9 (Guandalini ve ark., 2019), muz kabuğu pektinin de L: 73.41, a: 6.08, b: 15.51 (Phaiphon, 2022) olarak bildirilmiştir. Literatür çalışmalarına göre üretilen pektinlerin L, a, b değerleri bazı çalışmalarla uyumlu, bazılarında yüksek, bazılarında da düşüktür. L, a, b değerleri pektin üretiminde kullanılacak kaynağa, ekstraksiyon yöntemi ve koşullarına bağlı olarak değişmektedir. Pektin üretim için kullanılan bitkisel materyallerin farklı çeşitte ve miktarda pigment maddeleri içermesi ve ekstraksiyon yöntem ve koşullarının farklı olması renk değerleri arasında farklılıkları oluşturmaktadır.

Çizelge 4.11. Pektin örneklerinin ve bal kabağı kabuğunun renk özellikleri

Pektin	L	a	b
Ticari	81.19±0.30 ^b	2.81±0.02 ^a	17.17±0.24 ^b
KE	70.24±2.35 ^c	1.40±0.39 ^b	18.74±1.86 ^b
UDE	85.88±2.43 ^a	-0.55±0.27 ^c	12.67±0.73 ^c
Bal kabağı kabuğu	55.59±0.34 ^d	1.20±0.34 ^b	32.92±0.55 ^a

*Her bir değer, 3 paralelin ortalamasıdır. Aynı sütunda farklı harflerle (a, b, c) işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak Duncan testine göre birbirinden farklıdır (p<0.05)

4.8. Pektin Örneklerinin Emülsiyon Aktivesi, Emülsiyon Stabilitesi, Köpük Kapasitesi ve Köpük Stabilitesi

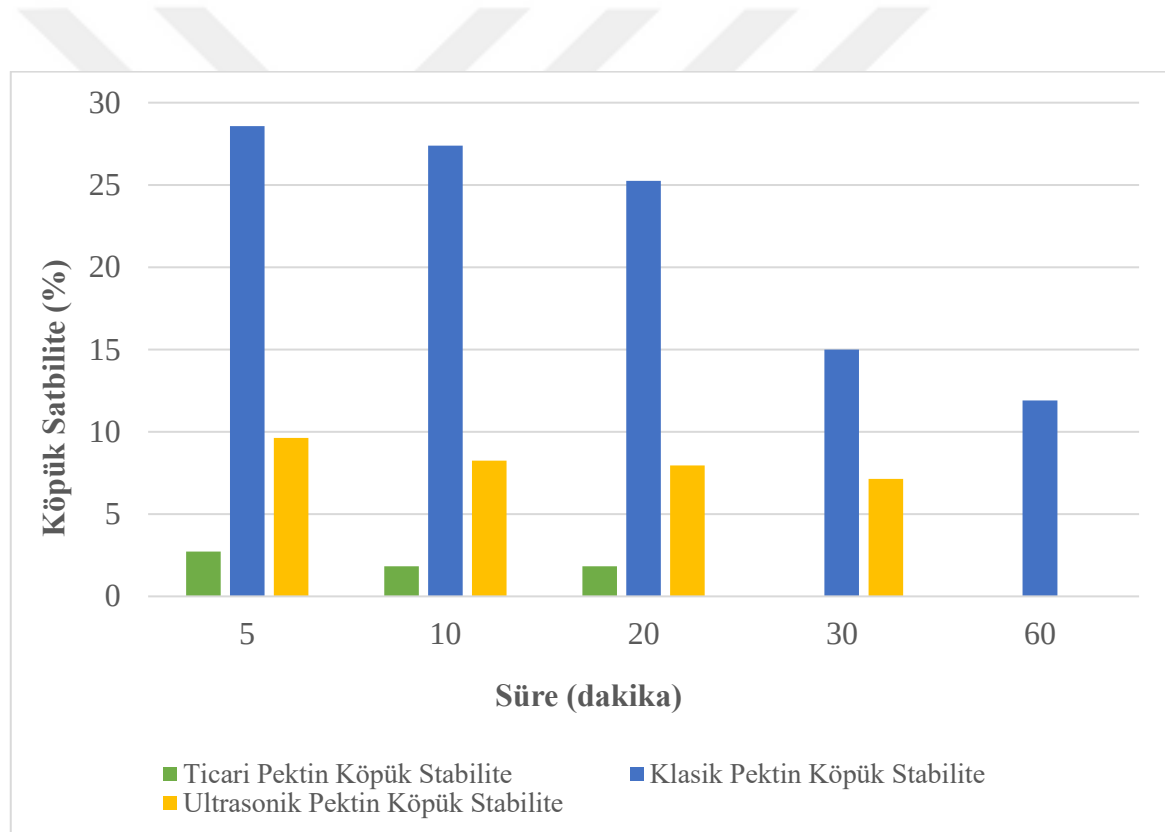
KE yöntemi ile üretilen pektinin emülsiyon aktivitesi %44, emülsiyon stabilitesi %16, UDE yöntemi ile üretilen pektinin emülsiyon aktivitesi %55, emülsiyon stabilitesi %50, ticari pektinin ise % emülsiyon aktivitesi %40, emülsiyon stabilitesi %40 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.12). UDE yöntem ile üretilen pektinin emülsiyon aktivitesi ve stabilitesi KE yöntemi ile üretilen pektine ve ticari pektine göre daha yüksek bulunmuştur ve daha iyi emülsifiye edici madde özelliği gösterme kapasitesine sahiptir. KE ile elde edilen pektin çalışmalarında; bengal ayvası (*Aegle marmelos* Corr) pektininde emülsiyon aktivitesi %46.1, stabilitesi %57.1 (Jindal ve ark., 2013), ve şeker pancarı posası pektininde emülsiyon aktivitesi %33.5, stabilitesi %60.8 (Ma ve ark., 2013) bulunmuştur. UDE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında; ceviz yeşili kabuğu pektininde emülsiyon aktivitesi %54.26, stabilitesi %83.57 (Asgari ve ark., 2020), hint inciri (*Opuntia ficus indica*) pektininde emülsiyon aktivitesi %26.92, stabilitesi %57 (Bayar ve ark., 2017) ve ekşi portakal kabuğu pektininde emülsiyon aktivitesi %53.24, stabilitesi %93.24 (Hosseini ve ark., 2019) olarak tespit edilmiştir. Literatür çalışmalarına göre, bu çalışmada üretilen pektinlerin emülsiyon aktivitesi yüksek veya benzer sonuçlar vermiştir. Emülsiyon stabilitesi ise literatür çalışmalarına göre daha düşük çıkmıştır. Pektinin emülsifikasyon özelliği; pektin kaynağına, pektinin protein miktarına, galakturonik asit miktarına, esterleşme derecesine, asetil grupların varlığına ve molekül ağırlığına ve pektin çözeltisi konsantrasyonuna bağlı olarak değişmektedir. Bu nedenle bitkisel kaynaklardan üretilen pektinlerin hepsi aynı emülsiyon özelliğine sahip değildir.

Köpük, sıvı, yarı katı veya katı madde içinde dağılmış, gaz kabarcıklarından oluşan kolloidal dispersiyondur (Khedmat ve ark., 2020). Pektinde köpürme özelliği (kapasite ve stabilite) dondurma, krem şanti ve mus gibi ürünlerde istenilen dokunun oluşturulması için önemli bir fonksiyonel özelliktir (Petkowicz ve ark., 2017). Bu çalışmada KE yöntemi ile üretilen pektinin köpük kapasitesi %40, UDE yöntemle üretilen pektinin %21.33, ticari pektinin ise %10 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.12). Köpük stabilitesi ise KE ile üretilen pektinin 30. dakikada %15, 60. dakikada %11.9, UDE ile üretilen pektinin 30. dakikada %7.14, 60. dakikada %0, ticari pektinin ise 30 ve 60. dakikalarda %0 dır (Şekil 4.5). KE ve UDE yöntemi ile üretilen pektinlerin köpük kapasitesi ve köpük stabilitesi ticari pektine göre daha yüksek bulunmuştur. KE yöntemi ile farklı bitkisel materyallerden elde edilen pektin çalışmalarında; karpuz kabuğu pektininde köpük kapasitesi %21 (Petkowicz ve ark., 2017), gül yaprağı, narenciye kabuğu ve greyfurt kabuğundan elde edilen pektinlerin köpük kapasitesi sırası ile %21, %39, %61 iken, 60 dakika sonunda köpük stabiliteleri ise gül yaprağı pektininde %2, narenciye kabuğu pektininde %0, greyfurt kabuğu pektininde %4 (Yancheva ve ark., 2016) olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektin çalışmalarında ise; patlıcan kabuğu pektininde köpük kapasitesi %14.33, köpük stabilitesi (30 dakika sonunda) %9.67 (Kazemi ve ark., 2019), hint inciri meyvesi (*Opuntia ficus indica*) pektininde köpük kapasitesi %25, köpük stabilitesi (30 dakika sonunda) %15 (Bayar ve ark., 2017) olarak rapor edilmiştir. Literatür çalışmalarına göre üretilen pektinlerin köpük kapasitesi bazı çalışmalardan daha yüksek çıkarken, bazılarıyla da benzerdir. KE yöntemi ile üretilen pektinin köpük stabilitesi ise literatür çalışmalarına göre daha yüksek çıkarken, UDE yöntemi ile üretilen pektinin köpük stabilitesi daha düşük çıkmıştır. Köpük kapasitesi ve stabilitesi; pektinin konsantrasyonuna, moleküler ağırlığına, protein miktarına ve esterleşme derecesine bağlı olarak değişmektedir. Bu nedenle KE ve UDE yöntemi ile elde edilen pektinler birbirinden farklı köpük özelliklerine sahiptir.

Çizelge 4.12. Pektin örneklerinin emülsiyon aktivite, emülsiyon stabilite, köpük kapasite değerleri

Pektin	Emülsiyon Aktivite (%)	Emülsiyon Stabilite (%)	Köpük Kapasite (%)
Ticari	40.00±0.00	40.00±0.00	10.00±0.00 ^c
KE	44.00±0.00	16.00±0.00	40.00±0.00 ^a
UDE	55.00±0.00	50.00±0.00	21.33±2.31 ^b

*Her bir değer, 3 paralelin ortalamasıdır. Aynı sütunda farklı harflerle (a, b, c) işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak Duncan testine göre birbirinden farklıdır (p<0.05)



Şekil 4.5. Pektin örneklerinin süreye bağlı köpük stabilitesi

4.9. Pektin Örneklerinin Antioksidan Kapasitesi

Üretilen pektinlerin antioksidan kapasitesi DPPH ve TEAC olmak üzere 2 farklı metot ile belirlenmiştir. DPPH metodu kullanılarak, KE yöntem ile elde edilen pektinlerin antioksidan kapasitesi 1.29 $\mu\text{mol TE/g}$, UDE yöntem ile elde edilen pektinin 1.09 $\mu\text{mol TE/g}$, ticari pektinin ise 1.11 $\mu\text{mol TE/g}$ olarak tespit edilmiştir. TEAC metodu kullanılarak, KE yöntemi ile üretilen pektinlerin antioksidan kapasitesi ise 0.42 $\mu\text{mol TE/g}$, UDE yöntemi ile üretilen pektinin 0.32 $\mu\text{mol TE/g}$, ticari pektinin ise 0.29 $\mu\text{mol TE/g}$ olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.13). DPPH ve TEAC yöntemi ile tespit edilen pektinlerin antioksidan kapasiteleri birbirleriyle uyumlu çıkmıştır. Daha önceki çalışmalarda KE yöntemi ile elde edilen pektinlerin antioksidan kapasiteleri, nefesi meyvesi çekirdekleri üzerinde bulunan kılıftan ekstrakte edilen pektinde DPPH ile 25.29 $\mu\text{mol TE/g}$ (Kumar ve ark., 2021), ahududu meyve (*Rubus chingii* Hu) posası pektininde DPPH ile 0.75 $\mu\text{mol TE/g}$, TEAC ile 0.18 $\mu\text{mol TE/g}$ (Chen ve ark., 2020), riang bitkisi (*Parkia timoriana* (DC.) Merr.) kabuğu pektinin DPPH ile 0.63 $\mu\text{mol TE/g}$, TEAC ile 0.95 $\mu\text{mol TE/g}$ (Buathongjan ve ark., 2020), alıç posası pektinin DPPH ile 0.26 $\mu\text{mol TE/g}$ (Sun ve ark., 2020) olarak tespit edilmiştir. UDE yöntemi ile elde edilen pektinlerin antioksidan kapasiteleri ise; ejderha meyvesi (*Hylocereus undatus*) kabuğu pektininde DPPH ile 51.58 $\mu\text{mol TE/g}$, TEAC ile 39.81 $\mu\text{mol TE/g}$ (Nguyen ve Pirak, 2019), yeşil ceviz kabuğu pektininde DPPH ile 3.89 $\mu\text{mol TE/g}$ (Asgari ve ark., 2020), ayçiçeği tablası pektininde DPPH ile 2.74 $\mu\text{mol TE/g}$, TEAC ile 2.88 $\mu\text{mol TE/g}$ (Ezzati ve ark., 2020) olarak bulunmuştur. Literatür çalışmalarına göre üretilen pektinlerin antioksidan kapasitesi bazı çalışmalara göre düşük, bazılarına göre yüksek çıkmıştır. Pektin örneklerinde antioksidan kapasite; pektin kaynağına, pektinin fenolik madde içeriğine, moleküler ağırlığına, galakturonik asit miktarına, monosakkarit içeriğine bağlı olarak değişmektedir.

Çizelge 4.13. Pektin örneklerinin antioksidan kapasitesi

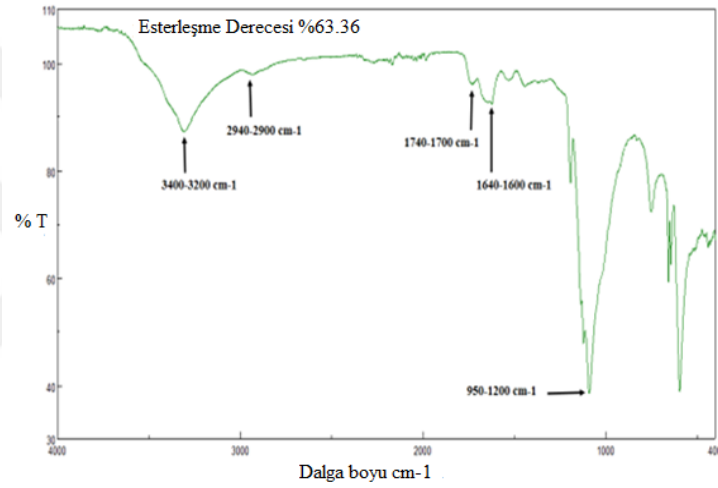
Pektin	DPPH ($\mu\text{mol TE/g}$)	TEAC ($\mu\text{mol TE/g}$)
Ticari	1.11 $\pm$ 0.06 ^{ab}	0.29 $\pm$ 0.05 ^b
KE	1.29 $\pm$ 0.08 ^a	0.42 $\pm$ 0.08 ^a
UDE	1.09 $\pm$ 1.13 ^b	0.32 $\pm$ 0.04 ^{ab}

*Her bir değer, 3 paralelin ortalamasıdır. Aynı sütunda farklı harflerle (a, b, c) işaretlenmiş ortalamalar istatistiki olarak Duncan testine göre birbirinden farklıdır (p<0.05)

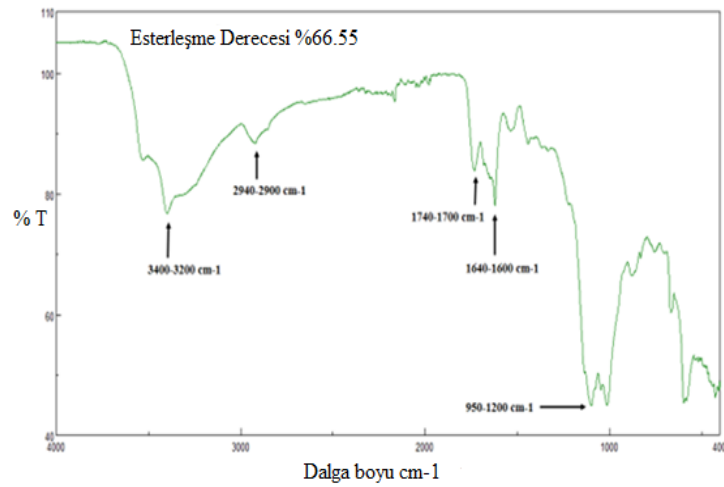
4.10. Fourier Transform İnfrared (FTIR) Spektroskopisi

FTIR analizi pektin yapısındaki fonksiyonel grupların belirlenmesinde ve pektinin karakterizasyonunda kullanılan spektroskopik bir yöntemdir (Tucureanu ve ark., 2016). FTIR ile pektinin yapısındaki fonksiyonel gruplar, atomların bağ yapısı ve bağlanma yeri belirlenir (Güzel ve Akpınar, 2017). FTIR spekturumunda pektinin 400-4000 cm^{-1} arasında karakteristik pikleri bulunur ve her bir pik fonksiyonel grupların sahip olduğu kimyasal bağları ifade etmektedir (Chen ve ark., 2014). 3400-3200 arasındaki pikler OH titreşim bandını ifade etmektedir. Bu pik bölgesi polihidroksi grupları için karakteristik olup, birçok OH gruplarının bulunduğu gösterir. 2940-2900 cm^{-1} arasındaki pikler galakturonik asitin bulundurduğu CH, CH₂, CH₃ tekli bağlardaki gerilme alanını göstermektedir (Güzel ve Akpınar, 2019). 1500-1800 cm^{-1} arasındaki pik değerleri pektin kalitesi için önemli bir bölgedir. Bu bölge C-O gerilmelerini göstermekte olup, pektin molekülünün karboksilik asit ve ester gruplarının bulunduğu bölgeyi ifade etmektedir. 1730 cm^{-1} pik değeri esterleşmiş karboksilik asit gruplarını, 1600 cm^{-1} pik değeri ise esterleşmemiş karboksilik asit gruplarını ifade etmektedir (Gnanasambandam ve Proctor, 2000; Kyomugasho ve ark., 2015). 950-1200 cm^{-1} arasındaki pikler ise her polisakkarit çeşidine özgü olan parmak izi bölgesidir (Jafari ve ark., 2017). UDE ve KE yöntemi ile elde edilen pektinin FTIR spektrum sonuçları (Şekil 4.6 ve Şekil 4.7), ticari pektinin ve standart pektinin (turunçgil kabuklarından elde edilmiş) FTIR spektrum sonuçları (Şekil 4.8) ile benzer olup, karakteristik pik değerlerine sahiptir.

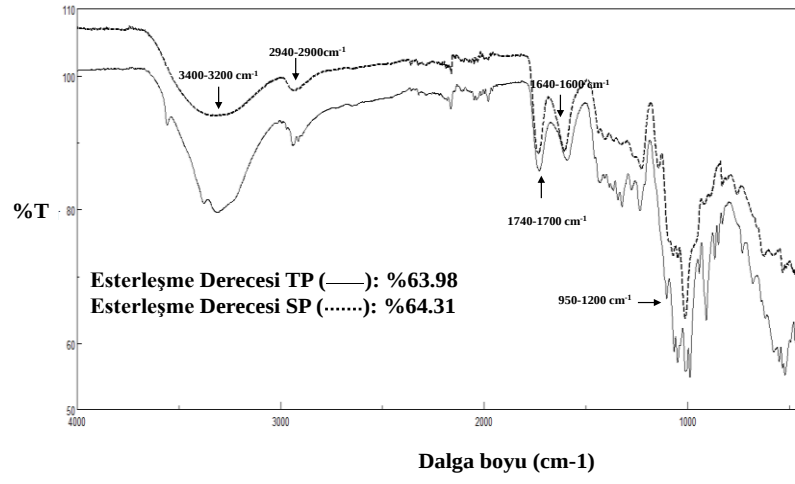
Pektin örneklerinin FTIR spektrumlarındaki 1740 cm^{-1} ile 1630 cm^{-1} pik değerlerine göre esterleşme dereceleri hesaplanmış ve Şekil 4.6, 4.7 ve 4.8’de gösterilmiştir. UDE yöntemi ile üretilen pektinin %65.36, KE yöntemi ile üretilen pektinin %66.55 ve ticari ve standart pektinin ise %63.98 ve %64.31 esterleşme dereceleri tespit edilmiştir. FTIR spektrumları sonucu UDE ve KE yöntemle üretilen pektinlerin titrasyon asitliğinde hesaplanan esterleşme dereceleri gibi yüksek esterleşme derecelerine ($DE>50$) sahip olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.6. Ultrason destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen pektinin FTIR spektrumu



Şekil 4.7. Klasik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen pektinin FTIR spektrumu



Şekil 4.8. Ticari ve standard pektinin FTIR spektrumları

5. SONUÇ

Bu çalışmada, bal kabağı kabuklarından UDE ve KE yöntemi ile pektin ekstrakte edilerek, pektinlerin fizikokimyasal özellikleri karşılaştırılmıştır. Her iki ekstraksiyon yöntemi için optimum ekstraksiyon koşulları belirlenmiştir. KE yöntemde optimum ekstraksiyon koşulları pH 1.08, sıvı katı oranı 32.27 mL/g, 2.91 saat olarak belirlenmiştir. Bu koşullarda %12.19 oranında pektin verimi elde edilmiştir. UDE yönteminde optimum ekstraksiyon koşulları ise, pH 1.04, sıvı katı oranı 10.6 mL/g, 33.42 dakika olarak belirlenmiştir. Bu koşullarda %9.02 pektin verimi elde edilmiştir. İki farklı yöntemle üretilen pektinlerin yüksek metoksilli ve FTIR analiz sonuçları da birbirleriyle uyumlu olduğu belirlenmiştir. UDE ile elde edilen pektinin, KE ile elde edilen pektine göre eşdeğer ağırlığı daha yüksek, çözünürlüğü, emülsiyon aktivitesi ve kapasitesi, su bağlama kapasitesi ve renk özelliklerinin daha iyi olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca UDE yöntemde ekstraksiyon KE yöntemine göre çok daha kısa sürede ve düşük sıcaklıkta gerçekleşmiştir. Dolayısıyla UDE yönteminin sağladığı enerji ve zaman tasarrufu verim farkını tolere edebilecek potansiyele sahiptir. Çözücü kullanımı da KE yöntemine göre daha azdır. Tüm bunlar UDE yöntemini, KE yöntemine göre daha avantajlı kılmaktadır.

Atık olarak ortaya çıkan ve toplam meyvenin yaklaşık %20'sini oluşturan bal kabağı kabuğunun bu çalışma ile pektin eldesinde kullanılabileceği gösterilmiştir. UDE yöntemi ile pektin ekstraksiyonu oldukça yeni bir yöntem olduğundan çalışmalar sınırlı sayıdadır ve hala hammaddeye, verime, saflığa, kaliteye odaklı çalışmalara ihtiyaç vardır. Bu çalışma ile bal kabağı kabuklarından UDE ile elde edilen pektin, üretim yöntemleri ve alternatif hammadde kaynakları konusunda literatürdeki boşluklar doldurulmuştur. Ayrıca çalışmanın sonuçlarının ileri de yapılabilecek bal kabağı kabuklarından pektin üretimi konusunda sanayiye de katkı sağlama potansiyeli bulunmaktadır.

6. KAYNAKLAR

- Aadil, R. M., Zeng, X. A., Han, Z., Sahar, A., Khalil, A.A., Rahman, U.U., Khan, M. ve Mehmood T., 2017. Combined Effects of Pulsed Electric Field and Ultrasound on Bioactive Compounds and Microbial Quality of Grapefruit Juice. *Journal Food Processing Preservation*, 42, 1-6.
- Abesinghe, A.M.N.L., Islam, N., Vidanarachchi, J.K., Prakash, S., Silva, K.F.S.T. ve Karim M.A., 2019. Effects of ultrasound on the fermentation profile of fermented milk products incorporated with lactic acid bacteria. *International Dairy Journal*, 90, 1-14.
- Abidin, S.A.S.Z., Badarudin, N.S.A. ve Mutalib S.R.A., 2020. Ultrasound-Assisted Extraction Increases Pectin Yield From Watermelon (*Citrullus Lanatus*) Rind. *Control and System Graduate Research Colloquium*, 978-1-7281-5313-1/20/\$31.00 ©2020 IEEE, 291-294.
- Abou-Elseoud, W.S., Hassan, E.A. ve Hassan M.L., 2021. Extraction of pectin from sugar beet pulp by enzymatic and ultrasound-assisted treatments. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 2, 1-11.
- Açıkgöz, Ç. ve Poyraz Z., 2006. Ayva meyvesinden (*cydonia vulgaris pers.*) pektin ekstraksiyonu ve kimyasal karakterizasyonu. *Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 12, 27-34.
- Adams, G.G., Imran, S., Wang, S., Mohammad, A., Kok, S., Gray, D.A., Channell, G.A., Morris, G.A. ve Harding S.E., 2011. The hypoglycaemic effect of pumpkins as anti-diabetic and functional medicines. *Food Research International*, 44, 862–867.
- Adetunji, L.R., Adekunle A., Orsat V. ve Raghavan V., 2017. Advances in pectin production proses using novel extraction techniques. *Food Hydrocolloids*, 62, 239-250.
- Ahmmed, R., Inam, A.K.M.S., Alim, M.A., Sobhan, M.M. ve Haque M.A., 2017. Extraction, Characterization and Utilization of Pectin from Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus L.*) Waste. *Bangladesh Journal Environmental. Science*, 32, 57-66.
- Ahmad, G. ve Khan A.A., 2019. Pumpkin: horticultural importance and its roles in various forms; a review. *International Journal of Horticulture and Agriculture*, 4 (1), 1-6.
- Al-Amoudia, R.H., Taylan, O., Kutlu, G., Muslu-Can, A., Sagdic, O., Dertli, E. ve Yilmaz M.T., 2019. Characterization of chemical, molecular, thermal and rheological properties of medlar pectin extracted at optimum conditions as determined by Box- Behnken and ANFIS models. *Food Chemistry*, 271, 650–662.
- AOAC, 1989. *Official Methods of Analysis*, 14th Edition. Association of Official Analytical Chemists, Washington, USA.
- AOAC, 2005. *The Association of Analytical Communities. Official Methods of Analysis*. 15th Edn, Washington D.C.
- Arslan, N. ve Aşan T., 1993. Şeker pancarı küspesinden pektin izolasyonu, *Gıda*, 18 (2), 117-120.
- Arslan, N., 1994. Pektinin Fizikokimyasal Özellikleri, Üretimi ve Gıdalarda Kullanımı. *Gıda*, 19 (3), 187-192.
- Arvanitoyannis, I.S., Kotsanopoulos, K.V. ve Savva A.G., 2017. Use of ultrasounds in the food industry-Methods and effects on quality, safety, and organoleptic characteristics of foods: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 57 (1), 109–128.

- Asgari, K., Labbafi, M., Khodaiyana, F., Kazemi, M. ve Hosseini S.S., 2020. High-methylated pectin from walnut processing wastes as a potential resource: Ultrasound assisted extraction and physicochemical, structural and functional analysis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 152, 1274–1282.
- Ashokkumar, M., Bhaskaracharya, R., Kentish, S., Lee, J., Palmer, M. ve Zisu B., 2010. The ultrasonic processing of dairy products-An overview. *Dairy Science Technology*, 90, 147-168.
- Atef, A., Nadir, A. ve Mostafa T.R. 2012. Studies on sheets properties made from juice and puree of pumpkin and some other fruit blends. *Journal of applied sciences research*, 8 (5), 2632-2639.
- Awad, T.S., Moharram, H.A, Shaltout, O.E., Asker, D. ve Youssef M.M., 2012. Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. *Food Research International*, 48, 410-427.
- Azad, A. K. M., Ali, M. A., Akter, M. S., Rahman, M. J. ve Ahmed M., 2014. Isolation and characterization of pectin extracted from lemon pomace during ripening. *Journal of Food and Nutrition Sciences*, 2 (2), 30-35.
- Azmir, J., Zaidul, I.S.M., Rahman, M.M., Sharif, K.M., Mohamed, A. ve Sahena F., 2013. Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, 117 (4), 426-436.
- Bagherian, H., Zokaee-Ashtiani, F., Fouladitajar, A. ve Mohtashamy M., 2011. Comparisons between conventional, microwave- and ultrasound-assisted methods for extraction of pectin from grapefruit. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 50, 1237–1243.
- Barrera, A.M., Ramírez, J.A., González-Cabriaes J.J. ve Vázquez M., 2002. Effect of pectins on the gelling properties of surimi from silver carp. *Food Hydrocolloids*, 16 (5), 441-447.
- Balkaya, A., Özbakır, M. ve Karaağaç O., 2010. Karadeniz Bölgesinden Toplanan Bal Kabağı (*Cucurbita moschata Duch.*) Populasyonlarındaki Meyve Özelliklerinin Karakterizasyonu ve Varyasyonun Değerlendirilmesi. *Tarım Bilimleri Dergisi*, 16, 17-25.
- Baldino, N., Mileti, O., Lupi, F.R ve Gabriele D., 2018. Rheological surface properties of commercial citrus pectins at different pH and concentration. *LWT-Food Science and Technology*, 93, 124–130.
- Bayar, N., Bouallegue, T., Achour, M., Kriaa, M., Bougatef, A. ve Kammoun R., 2017. Ultrasonic extraction of pectin from *Opuntia ficus indica* cladodes after mucilage removal: Optimization of experimental conditions and evaluation of chemical and functional properties. *Food Chemistry*, 235, 275-282.
- Bayar, N., Friji, M. ve Kammoun R., 2018. Optimization of enzymatic extraction of pectin from *Opuntia ficus indica* cladodes after mucilage removal. *Food Chemistry*, 241, 127-134.
- Begum, R., Aziz, M.G., Uddin, M.B. ve Yusof Y.A., 2014. Characterization of Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) Waste Pectin as Influenced by Various Extraction Conditions. *Agriculture and Agricultural Science Procedia*, 2, 244 – 251.
- Begum, R., Aziz, M.G., Yusof, Y.A., M.D., Saifullah. ve Burhan-Uddin M., 2021. Evaluation of gelation properties of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) waste pectin. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 2, 1-10.
- Belitz, H.D., Grosch, W. ve Schieberle P., 2004. *Food Chemistry*. Springer Verlag, 1070 p, Germany

- Benito-Román, Ó., Alonso-Riaño, P., de Cerio, E.D., Sanz, M.T. ve Beltrán S., 2022. Semi-continuous hydrolysis of onion skin wastes with subcritical water: pectin recovery and oligomers identification. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10 (3), 1-11.
- Bhargava, N., Mora, R.S., Kumar, K. ve Sharanagat, V.S., 2021. Advances in application of ultrasound in food processing: A review. *Ultrasonics-Sonochemistry*, 70, 1-12.
- Birlik, T., 2019. Nar Kabuğundan Pektin Ekstraksiyonu. (Yüksek Lisans Tezi), Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Sivas.
- Bradford, M.M., 1976. A Rapid and Sensitive Method For The Quantitation of Microgram Quantities of Protein Utilizing The Principle of Protein-dye Binding. *Analytical Biochemistry*, 72, 248-254.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. ve Berset C., 1995. Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *Food Science and Technology*, 28, 25–30.
- Bromberger-Soquetta, M., Schmaltz, S., Wesz Righes, F., Salvalaggio, R. ve de Marsillac Terra L., 2018. Effects of pretreatment ultrasound bath and ultrasonic probe, in osmotic dehydration, in the kinetics of oven drying and the physicochemical properties of beet snacks. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42, 1-9.
- Bolat, İ. ve Kara Ö., 2017. Bitki Besin Elementleri: Kaynakları, İşlevleri, Eksik ve Fazlalıkları. *Bartın Orman Fakültesi Dergisi*, 19 (1), 218-228.
- Buathongjan, C., Israkarn, K., Sangwan, W., Outrequina, T., Gamonpilas, C. ve Methacanon P., 2020. Studies on chemical composition, rheological and antioxidant properties of pectin isolated from Riang (*Parkia timoriana* (DC.) Merr.) pod. *International Journal of Biological Macromolecules*, 164, 4575–4582.
- Buggenhout, S.V., Sila, D.N., Duvetter, T., Loey, A.V. ve Hendrickx M., 2009. Pectins in Processed Fruits and Vegetables: Part III-Texture Engineering. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 8, 105-117.
- Büyüktuncel, E., 2012. Gelişmiş Ekstraksiyon Teknikleri I. Hacettepe Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi Cilt, 32 (2), 209-242.
- Caili, F., Huan, S. ve Quanhong L., 2006. A Review on Pharmacological Activities and Utilization Technologies of Pumpkin. *Plant Foods for Human Nutrition*, 61, 73–80.
- Canteri-Schemin, M.H., Fertoni, H.C.R., Waszczynskyj, N. ve Wosiacki G., 2005. Extraction of Pectin From Apple Pomace. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48 (2), 259-266.
- Capelo-Martínez, J.L., Ximénez-Embún, P., Madrid, Y. ve Cámara C., 2004. Advanced oxidation processes for sample treatment in atomic spectrometry. *Trends Analytical Chemistry*, 23 (4), 331–340.
- Castillo-Israel, K.A.T., Baguio, S.F., Diasanta, M.D.B., Lizardo, R.C.M., Dizon, E.I. ve Mejico M.I.F., 2015. Extraction and characterization of pectin from Saba banana [*Musa* ‘saba’ (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*)] peel wastes: A preliminary study. *International Food Research Journal*, 22 (1), 190-195.
- Chan, S.Y. ve Choo W.S., 2013. Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. *Food Chemistry*, 141 (4), 3752-3758.
- Chaharbaghi, E., Khodaiyan, F. ve Hosseini S.S., 2017. Optimization of pectin extraction from pistachio green hull as a new source. *Carbohydrate Polymers*, 173, 107–113.

- Chan, S.Y., Choo, W.S., Young, D.J. ve Loh X.J., 2017. Pectin as a Rheology Modifier: Origin, Structure, Commercial Production and Rheology. *Carbohydrate Polymers*, 161, 118–139.
- Chemat, F., Zill-e, H. ve Khan M.K., 2011. Applications of Ultrasound in Food Technology: Processing, Preservation and Extraction, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18 (4), 813-835.
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A.G., Meullemiestre, A., Turk, Mohammad., Perino, S., Fabiano-Tixier, A.S. ve Abert-Vian M., 2017. Review of Green Food Processing techniques. Preservation, transformation, and extraction. *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 41, 357–377.
- Chen, Y., Zhang, J.G., Sun, H.J. ve Wei Z.H., 2014. Pectin from *Abelmoschus esculentus*: Optimization of extraction and rheological properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 70, 498-505.
- Chen, Y., Wang, Y., Xu, L., Jia, Y., Xue, Z., Zhang, M., Phisalaphong, M. ve Cheng H., 2020. Ultrasound-assisted modified pectin from unripe fruit pomace of raspberry (*Rubus chingii* Hu): Structural characterization and antioxidant activities. *LWT-Food Science and Technology*, 134, 1-9.
- Chen, J., Cui, Y., Ma, Y. ve Zhang S., 2022. The gelation behavior of thiolated citrus high-methoxyl pectin induced by sodium phosphate dibasic dodecahydrate. *Carbohydrate Polymers*, 277, 1-9.
- Christiaens, S., Uwibambe, D., Uyttendaele, M., Droogenbroeck, B.V., Van Loey, A.M. ve Hendrickx M.E., 2015. Pectin characterisation in vegetable waste streams: A starting point for waste valorisation in the food industry. *LWT - Food Science and Technology*, 61, 275-282.
- Cui, S.W., Chang Y.H., 2014. Emulsifying and structural properties of pectin enzymatically extracted from pumpkin. *LWT - Food Science and Technology*, 58, 396-403.
- Cui, J., Ren, W., Zhao, C., Gao, W., Tian, G. ve Bao Y., 2020. The structure-property relationships of acid- and alkali-extracted grapefruit peel pectins. *Carbohydrate Polymers*, 229, 1-9.
- Çopur, U., 1988. Bir Jelleşme Maddesi Olarak Pektin. *GIDA*, 13 (4), 253-257.
- Dao, T.A.T., Webb, H.K. ve Malherbe F., 2021. Optimization of pectin extraction from fruit peels by response surface method: Conventional versus microwave-assisted heating. *Food Hydrocolloids* 113, 1-13.
- Das, I. ve Arora A., 2021. Kinetics and mechanistic models of solid-liquid extraction of pectin using advance green techniques- a review. *Food Hydrocolloids*, 120, 1-15.
- Dedebaş, T., Dursun-Çapar, T., Ekici, L. ve Yalçın H., 2021. Yağlı Tohumlarda Ultrasonik Destekli Ekstraksiyon Yöntemi ve Avantajları. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 21, 313-322.
- Değirmencioglu, A. ve Yazgi A., 2006. Tepki Yüzeyleri Metodolojisi" Optimizasyon Esaslı Çalışmalara İlişkin Teorik Esaslar ve Tarımsal Mekanizasyon Uygulamaları". *Tarım Makinaları Bilimi Dergisi*, 2 (2), 111-115.
- Dehghan-Shoar, Z., Hardacre, A.K., Meerdink, G. ve Brennan C.S., 2011. Lycopene extraction from extruded products containing tomato skin. *International Journal of Food Science & Technology*, 46 (2), 365-371.
- Demir, H. ve Kılınç A., 2018. Termosonikasyon Uygulamasının Bal Kabağı Suyunun Biyoaktif Bileşen Ve Antioksidan Kapasitesi Üzerine Etkisi. *Gıda The Journal Of Food*, 43 (5), 787-799.

- Destandau, E., Michel, T. ve Elfakır C., 2013. Microwave-assisted Extraction. RSC Green Chemistry, 21, 113-156.
- Deng, Y., Wang, W., Zhao, S., Yang, X., Weidong Xu, W., Guo, M., Xu, E., Ding, T., Ye, X. ve Liu D., 2022. Ultrasound-assisted extraction of lipids as food components: Mechanism, solvent, feedstock, quality evaluation and coupled technologies – A review. Trends in Food Science & Technology, 122, 83-96.
- Dhiman, A.K., Sharma, K. ve Attrı S., 2009. Functional constituents and processing of pumpkin: A review. Journal of Food Science and Technology, 46 (5), 411.
- Dinçer, C. ve Topuz A., 2018. Meyve Suyu İşlemede Ultrases Kullanımı. Gıda The Journal O Food. 43 (4), 569-581.
- Dixon, D.W., 2008. Characterization of Commerical Pectin Preparations by Spectroscopic and Chromatographic Techniques. (Master Thesis), East Tennessee State University, USA.
- Dominiak, M., Søndergaard, K. M., Wichmann, J., Vidal-Melgosa, S., Willats, W.G.T. ve Meyer A.S., 2014. Application of enzymes for efficient extraction, modification, and development of functional properties of lime pectin. Food Hydrocolloids, 40, 273–282.
- Dranca, F. ve Oroian M., 2018. Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications. Food Research International, 113, 327–350.
- Dranca, F., Vargas, M. ve Oroian M., 2020. Physicochemical properties of pectin from *Malus domestica* ‘Falticeni’ apple pomace as affected by non-conventional extraction techniques. Food Hydrocolloids, 100, 1-14.
- Du, Q., Zhou, L., Lyu, F., Liu, J. ve Ding Y., 2022. The complex of whey protein and pectin: Interactions, functional properties and applications in food colloidal systems-A review. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces 210, 1-13.
- Dubois, M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A. ve Smith F. 1956. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. Analytical Chemistry, 28, 350-356.
- Durmuş-Fıratgil, E., 2008. Kırmızı Biber Tohumunun Endüstriyel Olarak Değerlendirilmesi: Protein Ekstraksiyonu, Fonksiyonel Özellikleri ve Mayonez Üretiminde Kullanımı. (Doktora Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul.
- El Fihry, N., El Mabrouk, M., Eeckhout, M., Schols, H.A., Filali-Zegzouti, Y. ve Hajjaj H., 2022. Physicochemical and functional characterization of pectin extracted from Moroccan citrus peels. LWT-Food Science and Technology, 162, 1-10.
- Ergül, E.U., 2019. Yanıt Yüzey Yöntemi ve Genetik Algoritma Kullanılarak Transformatör Sargı En Sıcak Nokta Sıcaklığının Modellenmesi Ve Optimizasyonu. Dicle Üniversitesi Mühendislik Dergisi, 10 (2), 467-480.
- Esclapez, M.D., Garcia-Perez, J.V., Mulet, A. ve Carcel J., 2011. Ultrasound-Assisted Extraction of Natural Products. Food Engineering Reviews, 3, 108-120.
- Ezzati, S., Ayaseh, A., Ghanbarzadeh, B. ve Khakbaz-Heshmati M., 2020. Pectin from sunflower by-product: Optimization of ultrasound-assisted extraction, characterization, and functional analysis. International Journal of Biological Macromolecules, 165, 776–786.
- Fadhilah, F., Komala, I. ve Anggraeni Y., 2021. Extraction of Pectin from Breadnut (*Artocarpus altilis* Fosberg.) using Ultrasound-Assisted Extraction (UAE). Akademik archive, DOI 10.4108/eai.26-10-2020.2311318, 1-7.

- Feritas, C.M.P., Coimbra, J.S.R., Souza, V.G.L. ve Sousa R.T.S., 2021. Structure and Applications of Pectin in Food, Biomedical, and Pharmaceutical Industry: A Review. *Coatings* 2021, 11 (922), 1-22.
- Fidalgo, A., Ciriminna, R., Carnaroglio, D., Tamburino, A., Cravotto, G., Grillo, G., Ilharco, L.M. ve Pagliaro M., 2016. Eco-friendly extraction of pectin and essential oils from orange and lemon peels. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 4 (4), 2243-2251.
- Fishman, M. L., Pferffer P. E., Barford R.A. ve Donar K.W., 1984. Studies of Pectin Solution Properties By High Performance Exclusion Chromatography. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 32 (2), 372-378.
- Fishman, M. L., Chau, H.K., Hoagland, P.D. ve Hotchkiss A.T., 2006. Microwave-assisted extraction of lime pectin. *Food Hydrocolloids*, 20 (8), 1170–1177.
- Fissore, E.N., Ponce, N.M., Wider, E.A., Stortz, C.A., Gerschenson L.N. ve Rojas A.M., 2009. Commercial cell wall hydrolytic enzymes for producing pectin-enriched products from butternut (*Cucurbita moschata*, *Duchesne ex Poiret*). *Journal of Food Engineering*, 93 (3), 293-301.
- Fu, J.T. ve Rao M.A., 2001. Rheology and structure development during gelation of low methoxyl. pectin gels: the effect of sucrose. *Food Hydrocolloids*, 15, 93-100.
- Fu, X., Belwal, T., Cravotto, G. ve Luo Z., 2020. Sono-physical and sono-chemical effects of ultrasound: Primary applications in extraction and freezing operations and influence on food components. *Ultrasonics-Sonochemistry*, 60, 1-23.
- Gavahian, M., Mathad, G.N., Pandiselvam, R., Lin, J. ve Sun D.W., 2021. Emerging technologies to obtain pectin from food processing by-products: A strategy for enhancing resource efficiency. *Trends in Food Science & Technology*, 115, 42–54.
- Gawkowska, D., Cybulska, J. ve Zdunek A., 2018. Structure-Related Gelling of Pectins and Linking with Other Natural Compounds: A Review. *Polymers*, 10 (762), 1-25.
- Georgiev, Y., Ognyanov, M., Yanakieva, I., Kussovski, V. ve Kratchanova M., 2012. Isolation, characterization and modification of citrus pectins. *Journal of BioScience & Biotechnology*, 1 (3), 223-233.
- Gerschenson, L.N., Fissore, E.N., Rojas, A.M., Encalada, A.M.I., Zukowski, E.F. ve Coelho R.A.H., 2021. Pectins obtained by ultrasound from agroindustrial by-products. *Food Hydrocolloids*, 118, 1-18.
- Gharibzahedi, S.M.T., Smith, B. ve Guo Y., 2019. Pectin extraction from common fig skin by different methods: The physicochemical, rheological, functional, and structural evaluations. *International Journal of Biological Macromolecules* 136, 275–283
- Glauert, H.P., Calfee-Mason, K., Stemm, D.N., Tharappel, J.C. ve Spear B.T., 2010. Dietary antioxidants in the prevention of hepatocarcinogenesis: A review. *Molecular Nutrition & Food Research*, 54, 875-896.
- Gnanasambandam, R. ve Proctor A., 2000. Determination of pectin degree of esterification by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, 68 (3), 327–332.
- Grassino, A.N., Brnčić, M., Vikić-Topić, D., Roca, S., Dent, M. ve Rimac-Brnčić S., 2016. Ultrasound assisted extraction and characterization of pectin from tomato waste. *Food Chemistry*, 198, 93-100.

- Grassino, A.N., Barba, F.J., Brnčić, M., Lorenzo, J.M., Lucini, L. ve Brnčić S.R., 2018. Analytical tools used for the identification and quantification of pectin extracted from plant food matrices, wastes and by-products: A review. *Food Chemistry*, 266, 47-55.
- Guandalini, B.B.V., Rodrigues, N.P. ve Marczak L.D.F., 2019. Sequential extraction of phenolics and pectin from mango peel assisted by ultrasound. *Food Research International*, 119, 455–461.
- Guo, X., Han, M., Xi, H., Rao, L., Liao, X., Hu, X. ve Wu J., 2012. Extraction of pectin from navel orange peel assisted by ultra-high pressure, microwave or traditional heating: a comparison. *Carbohydrate Polymers*, 88 (2), 441-448.
- Güzel, M. ve Akpınar Ö., 2017. Turunçgil kabuklarından elde edilen pektinlerin karakterizasyonu ve karşılaştırılması, *Akademik Gıda*, 15 (1), 17-28.
- Güzel M. ve Akpınar Ö., 2019. Valorisation of fruit by-products: Production characterization of pectins from fruit peels. *Food and Bioproducts Processing*, 115, 126-133.
- Hamed, A.A.R., ve Mustafa S.E., 2018. Extraction and assessment of pectin from pumpkin peels. *Biofarmasi J Nat Prod Biochem*, 16 (1), 1-7.
- Herbstreith ve Fox Corporate Group., 2017. Informative Literature Brochures; The Specialist For Pectin, Jams, Jellies and Marmalades, From Fruits to Pectin, Confectionery, Gum and Jelly Products, Fruit Preparations for Baked Products, Acidified Milk Products and Protein Stabilization, Yoghurt Fruit Preparations. Germany. <http://www.herbstreith-fox.de/en/corporate-group.html>- (03.04.2022).
- Hoondal, G.S., Tiwari, R.P., Tewari, R., Dahiya, N. ve Beg Q.K., 2002. Microbial alkaline pectinases and their industrial applications: a review. *Appl Microbiol Biotechnol*, 59, 409–418.
- Hosseini, S.S., Khodaiyan, F. ve Yarmand M.S., 2016. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sourorange peel and its physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, 140, 59–65.
- Hosseini, S.S., Khodaiyan, F., Kazemi, M. ve Najari Z., 2019. Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125, 621-629.
- Idrovo-Encalada, A.M., Pérez, C. D., Calderón, P.A., Zukowski, E., Gerschenson, L.N. ve Rojas A.M., 2019. High-power ultrasound pretreatment for efficient extraction of fractions enriched in pectins and antioxidants from discarded carrots (*Daucus carota L.*). *Journal of Food Engineering*, 256, 28–36.
- Ismail, N.S.M., Ramli, N., Hani, N.M. ve Meon Z., 2012. Extraction and characterization of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) using various extraction conditions. *Sains Malaysiana*, 41 (1), 41-45.
- Izalin, M.Z.N., Kharidah, M., Jamilah, B. ve Noranizan M.A., 2016. Functional properties of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) peel and its sensory attributes. *Journal Of Tropical Agriculture and Food Science*, 44 (1), 95-101.
- Jafari, F., Khodaiyan, F., Kiani, H. ve Hosseini S.S., 2017. Pectin from carrot pomace: Optimization of extraction and physicochemical properties. *Carbohydr Polymers*, 157, 1315-1322.
- Jafarzadeh-Moghaddam, M., Shaddel, R. ve Peighambardoust S.H., 2021. Sugar beet pectin extracted by ultrasound or conventional heating: a comparison. *Journal of Food Science and Technology*, 58 (7), 2567–2578.

- Jarvis, M.C., 1982. The proportion of calcium bound pectin in plant cell walls, *Planta*, 154, 344.
- Jiang, Y., Xu, Y., Li, F., Li, D. ve Huang Q., 2020. Pectin extracted from persimmon peel: A physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation. *Food Hydrocolloids* 101, 1-10.
- Jindal, M., Kumar, V., Rana, V. ve Tiwary A.K., 2013. Aegle marmelos fruit pectin for food and pharmaceuticals: Physico-chemical, rheological and functional performance. *Carbohydrate Polymers* 93 (2), 386-394.
- Jun, H.I., Lee, C.H., Song, G.S. ve Kim Y.S., 2006. Characterization of the pectic polysaccharides from pumpkin peel. *Food Science and Technology*, 39 (5), 554-561.
- Kar, F., 1998. Portakal Kabuğu Pektinin Fizikokimyasal Özellikleri ve Pektin Ekstraktının Sabit Basınç Filtrasyonu. (Doktora Tezi), Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Elazığ.
- Kar, F. ve Arslan N., 1999. Characterization of Orange Peel Pectin and Effect of Sugars, L ascorbic acid, Ammonium Persulfate, Salts on Viscosity of Orange Peel Pectin Solutions. *Carbohydrate Polymers*, 40, 285-291.
- Kashyap, D.R., Vohra, P.K., Chopra, S. ve Tewari R., 2001. Applications of pectinases in the commercial sector: a review. *Bioresource Technology*, 77, 215-227.
- Kamal, M.M., Ali, M.R., Hossain, A. ve Shishir M.R.I., 2019. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from *Dillenia indica* fruit and its preliminary characterization. *Journal Food Process Preservation*, 1-11.
- Kaur, S., Panghal, A., Garg, M.K., Mann, S., Khatkar, S.K., Sharma, P. ve Chhikara N., 2019. Functional and nutraceutical properties of pumpkin – a review. *Nutrition & Food Science*, 50 (2), 384-401.
- Kaya, D., 2006. Balkabağı Suyu Üretim Teknolojisinin Geliştirilmesi. (Yüksek Lisans Tezi), Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul.
- Kaya, M., Sousa, A.G., Cre'peau M.J., Sørensen, S.O. ve Ralet M.C., 2014. Characterization of citrus pectin samples extracted under different conditions: influence of acid type and pH of extraction. *Annals of Botany*, 114, 1319–1326.
- Kazemi, M., Khodaiyan F. ve Hosseini S.S., 2019. Eggplant peel as a high potential source of high methylated pectin: Ultrasonic extraction optimization and characterization. *LWT-Food Science and Technology*, 105, 182-189.
- Ke, J., Jiang, G., Shen, G., Wu, H., Liu, Y. ve Zhang Z., 2020. Optimization, characterization and rheological behavior study of pectin extracted from chayote (*Sechium edule*) using ultrasound assisted method. *International Journal of Biological Macromolecules*, 147, 688–698.
- Keleş, H., 2019. Nar Kabuklarından Enzimatik ve Organik Asit Yöntemleri İle Pektin Ekstraksiyonu ve Karakterizasyonu. (Yüksek Lisans Tezi). TOĞÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Tokat.
- Khan, M., Nakkeeran, E. ve Umesh-Kumar S., 2013. Potential application of pectinase in developing functional foods. *Annual Review of Food Science and Technology*, 4, 21-34.
- Khadhraoui, B., Ummat, V., Tiwari, B.K., Fabiano-Tixier, A.S. ve Chemat F., 2021. Review of ultrasound combinations with hybrid and innovative techniques for extraction and processing of food and natural products. *Ultrasonics Sonochemistry*, 76, 1-30.

- Khamsucharit, P., Laohaphatanalert, K., Gavinlertvatana, P., Sriroth, K. ve Sangseethong K., 2018. Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties. *Food science and biotechnology*, 27 (3), 623-629.
- Khedmat, L., Izadi, A., Mofid, V. ve Mojtahedi S.Y., 2020. Recent advances in extracting pectin by single and combined ultrasound techniques: A review of techno-functional and bioactive health-promoting aspects. *Carbohydrate Polymers* 229, 1-11.
- Khodaei, N. ve Karboune S., 2014. Enzymatic extraction of galactan-rich rhamnogalacturonan I from potato cell wall by-product. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie- Food Science and Technology*, 57 (1), 207–216.
- Kirtil, E., Oztop, M.H., Sirijariyawat, A., Ngamchuachit, P., Barrett, D.M. ve McCarthy M.J., 2014. Effect of pectin methyl esterase (PME) and CaCl₂ infusion on the cell integrity of fresh-cut and frozen-thawed mangoes: An NMR relaxometry study. *Food Research International*, 66, 409-415.
- Kliemann, E., Simas, K.N., Amante E.R., Prudencio E.S., Teofilo R.F., Ferreira M.C. ve Renata-Amboni D.M.C., 2009. Optimisation of pectin acid extractioz from passion fruit peel (*Passiflora edulis* flavicarpa) using response surface methodology. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, 476-483.
- Knorr, D., Zenker, M., Heinz, V. ve Lee D., 2004. Applications and potential of ultrasonics in food processing. *Trends in Food Science & Technology*, 15 (5), 261-266.
- Koca, A.S. ve Kütük H., 2020. Düzce İli Bal Kabağı Alanlarında Zararlı ve Yararlı Türlerin Belirlenmesi. *Uluslararası Tarım ve Yaban Hayatı Bilimleri Dergisi*, 6 (2), 222 – 228.
- Koç B. ve Kaymak-Ertekin F., 2009. Yanıt Yüzey Yöntemi ve Gıda İşleme Uygulamaları. *Gıda*, 35 (1), 1-8.
- Korish, M., 2015. Faba bean hulls as a potential source of pectin. *Journal of Food Science & Technology*, 52 (9), 6061–6066.
- Košťálová, Z., Aguedo, M. ve Hromádková Z., 2016. Microwave-assisted extraction of pectin from unutilized pumpkin biomass. *Process Intensif*, 102, 9-15.
- Koubala, B.B., Christiaens, S., Kansci, G., Van Loey, A.M. ve Hendrickx M.E., 2014. Isolation and structural characterisation of papaya peel pectin. *Food Research International* 55, 215–221.
- Kronholm, J., Hartonen, K. ve Riekkola M.L., 2007. Analytical extractions with water at elevated temperatures and pressures. *Trends in Analytical Chemistry*, 26 (5), 396-412.
- Kulkarni, S. ve Vijayanand P., 2010. Effect of extraction conditions on the quality characteristics of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa* L.). *LWT-Food Science and Technology*, 43 (7), 1026–1031.
- Kulczyński, B. ve Gramza-Michałowska A., 2019. The profile of carotenoids and other bioactive molecules in various pumpkin fruits (*cucurbita maxima duchesne*) cultivars. *Molecules*, 24 (18), 1-19.
- Kumar, A. ve Chauhan G.S., 2010. Extraction and characterization of pectin from apple pomace and its evaluation as lipase (steapsin) inhibitor. *Carbohydrate Polymers*, 82 (2), 454 459.
- Kumar, A. ve Patil P.P., 2016. FEA simulation and RSM based parametric optimisation of vibrating transmission gearbox housing, *Perspectives in Science*, 8, 388-391.

- Kumar, M., Tomar, M., Saurabh, V., Mahajan, T., Punia, S., Del Mar Contreras, M., Rudra, S.G., Kaur, C. ve Kenndey J.F., 2020. Emerging Trends in Pectin Extraction and Its Anti-Microbial Functionalization Using Natural Bioactives For Application In Food Packaging. Trends in Food Science & Technology, 105, 223-237.
- Kumar, M., Tomar, M., Saurabh, V., Sasi, M., Punia, S., Potkule, Jayashree., Maheshwari, C., Changan, S., R., Bhushan, B., Singh, S., Anitha, T., Alajil, O., Satankar, V., Dhumal, S., Amarowicz, R., Kaur, C., Sharifi-Rad, J. ve Kennedy J.F., 2021. Delineating the inherent functional descriptors and biofunctionalities of pectic polysaccharides. Carbohydrate Polymers, 269, 1-18.
- Küçükçapraz, Ö. D., Üçgül, İ. ve Elibüyük U., 2016. Alginatlar ve Tekstilde Lif Uygulamaları. Journal of Phoenix, Anka e-Dergi, 1 (1), 8-16.
- Kyomugasho, C., Christiaens, S., Shpigelman, A., Van Loey, A.M. ve Hendrickx M.E., 2015. FT-IR spectroscopy, a reliable method for routine analysis of the degree of methylesterification of pectin in different fruit-and vegetable-based matrices. Food Chemistry, 176, 82–90.
- Lai, J.C.H., Mahesan, D., binti Abdul Samat, N.A. ve Bains R., 2022. Characterization and optimization of extracted pectin from unripe banana and mango fruit peels. Materials Today: Proceedis, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.580>, 1-10.
- Landbo, A.K. ve Meyer A.S., 2001. Enzyme-assisted extraction of antioxidative phenols from black currant juice press residues (*Ribes nigrum*). Journal of Agricultural and Food Chemical, 49 (7), 3169-3177.
- Lasunon, P ve Sengkhamparn N., 2022. Effect of Ultrasound-Assisted, Microwave-Assisted and Ultrasound-Microwave-Assisted Extraction on Pectin Extraction from Industrial Tomato Waste. Effect of Ultrasound-Assisted, Microwave-Assisted and Ultrasound-Microwave-Assisted Extraction on Pectin Extraction from Industrial Tomato Waste. Molecules, 27, 2-13.
- Lee, C. H., Cho, J. K., Lee, S. J., Koh, W., Park, W. ve Kim C.H., 2002. Enhancing β -Carotene content in asian noodles by adding pumpkin powder. Cereal Chemistry, 79 (4), 593–595.
- Leong, T., Ashokkumar, M. ve Kentish S., 2011. The fundamentals of power ultrasound-A review, 39 (2), 43-52.
- Lekhuleni, I.L.G., Kgatla, T.E., Mashau, M.E. ve Jideani A.I.O., 2021. Physicochemical properties of South African prickly pear fruit and peel: Extraction and characterisation of pectin from the peel. Open Agriculture, 6, 178–191.
- Li, D., Jia, X., Wei, Z. ve Liu Z., 2012. Box-Behnken Experimental Design for Investigation of Microwave-assisted Extracted Sugar Beet Pulp Pectin. Carbohydrate Polymers, 88, 342-346.
- Li, D., Du, G., Jing, W., Li, J., Yan, J. ve Liu Z., 2015. Combined effects of independent variables on yield and protein content of pectin extracted from sugar beet pulp by citric acid. Carbohydrate Polymers, 129, 108–114.
- Li, L., Gao, X., Liu, J., Chitrakar, B., Wang, B. ve Wang Y., 2021. Hawthorn pectin: Extraction, function and utilization. Current Research in Food Science 4, 429-435.
- Li, D., Li, J., Dong, H., Li, X., Zhang, J., Ramaswamy, S. ve Xu F., 2021a. Pectin in biomedical and drug delivery applications: A review. International Journal of Biological Macromolecules, 185, 49-65.

- Liew, S.Q., Chin, N.L., Yusof, Y.A. ve Sowndhararajan K., 2016. Comparison of acidic and enzymatic pectin extraction from passion fruit peels and its gel properties. *Journal of Food Process Engineering*, 39 (5), 501–511.
- Liew, S.Q., Teoh, W.H., Tan, C.K., Yusoff, R. ve Ngohn G.C., 2018. Subcritical water extraction of low methoxyl pectin from pomelo (*Citrus grandis* (L.) Osbeck) peels. *International Journal of Biological Macromolecules*, 116, 128-135.
- Lim, J., Yoo, J., Ko, S. ve Lee S., 2012. Extraction and characterization of pectin from Yuza (*citrus junos*) pomace: A comparison of conventional-chemical and combined physical–enzymatic extractions. *Food Hydrocolloids*, 29 (1), 160–165.
- Liu, L., Jiang, T. ve Yao J., 2011. A two-step chemical process for the extraction of cellulose fiber and pectin from mulberry branch bark efficiently. *Journal of Polymers and the Environment*, 19 (3), 568-573.
- Liu, J., Bi, J., McClements, D.J., Liu, X., Yi, J., Lyu, J., Zhou, M., Verkerk, R., Dekker, M., Wu, X. ve Liu D., 2020. Impacts of thermal and non-thermal processing on structure and functionality of pectin in fruit- and vegetable- based products: A review. *Carbohydrate Polymers*, 250, 1-14.
- Lopez-Avila, V., 1999. Sample preparation for environmental analysis. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 29 (3), 195-230.
- Luque-Garcı, J.L. ve Luque de Castro M.D., 2003. Ultrasound: A powerful tool for leaching. *Trends in Analytical Chemistry*, 22 (1), 41-47.
- Ma, S., Yu, S., Zheng, X., Wang, X., Bao, Q. ve Guo X., 2013. Extraction, characterization and spontaneous emulsifying properties of pectin from sugar beet pulp. *Carbohydrate Polymers*, 98 (1), 750-753.
- Ma, X., Jing, J., Wang, J., Xu, J. ve Hu Z., 2020. Extraction of low methoxyl pectin from fresh sunflower heads by subcritical water extraction. *ACS Omega*, 5 (25), 15095–15104.
- May, C.D., 1990. Industrial pectins: Sources. production and applications. *Carbohydrate Polymers*, 12, 79-99.
- Mason, T.J., Paniwnyk, L. ve Lorimer J.P., 1996. The uses of ultrasound in food technology. *Ultrasonics Sonochemistry*, 3, 253-260.
- Mason, T.J. ve Cintas P., 2002. Sonochemistry. *Handbook of Green Chemistry and Technology*, Editors: Clark, J. ve Macquarrie D, Blackwell Science, London, 372-396.
- Maran, J., Thirugnanasambandham, K., Sivakumar, V. ve Sridhar R., 2013. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Carbohydrate polymers*, 97, 703-709.
- Marić, M., Grassino, A.N., Zhu Z., Barba F.J., Brnčić M. ve Rimac Brnčić S., 2018. An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and byproducts: Ultrasound, microwaves and enzymeassisted extraction. *Trends Food Sci Technology*, 76, 28- 37.
- Martău, G.A., Mihai, M. ve Vodnar D.C., 2019. The use of chitosan, alginate, and pectin in the biomedical and food sector-biocompatibility, bioadhesiveness, and biodegradability. *Polymers*, 11, 1-28.
- Matia-Merino L., Lau, K. ve Dickinson E., 2004. Effects of Low-Methoxyl Amidated Pectin and Ionic Calcium on Rheology and Microstructure of Acidinduced Sodium Caseinate Gels. *Food Hydrocoll*, 18, 271-281.
- Mao, G., Wu, D., Wei, C., Tao, W., Ye, X., Linhardtd, R.J., Orfila, C. ve Chen S., 2019. Reconsidering conventional and innovative methods for pectin extraction from

- fruit and vegetable waste: Targeting rhamnogalacturonan I. Trends in Food Science & Technology, 94, 65–78.
- Melton, L.D. ve Smith B.G., 2001. Determination Of The Uronic Acid Content Of The Plant Cell Walls Using a Colorimetric Assay. Current Protocols Current in Food Analytical Chemistry, 3 (3), 1-6.
- Mellinas, C., Ramos, M., Jiménez, A. ve Garrigós M.C., 2020. Recent Trends in the Use of Pectin from Agro-Waste Residues as a Natural-Based Biopolymer for Food Packaging Applications. Materials, 13 (673), 2-17.
- Mesbahi, G., Jamalain, J. ve Farahnaky A., 2005. A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems. Food Hydrocolloids, 19, 731–738.
- Methacanon, P., Krongsin, J. ve Gamonpilas C., 2014. Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties. Food Hydrocolloids 35, 2014, 383-391.
- Miller, G.L., 1959. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. Analytical Chemistry, 31, 426-428.
- Misra, N.N. ve Yadav S.K., 2020. Extraction Of Pectin From Black Carrot Pomace Using Intermittent Microwave, Ultrasound and Conventional Heating: Kinetics, Characterization and Process Economics. Food Hydrocolloids, 102, 1-10.
- Mohamed, H., 2016. Extraction and characterization of pectin from grapefruit peels. MOJ Food Processing & Technology, 2 (1), 31-38.
- Montesano, D., Rocchetti, G., Putnik, P. ve Lucin L., 2018. Bioactive profile of pumpkin: an overview on terpenoids and their health-promoting properties. Current Opinion in Food Science, 22, 81–87.
- Moslemi, M., 2021. Reviewing the recent advances in application of pectin for technical and health promotion purposes: From laboratory to market. Carbohydrate Polymers, 254, 1-17.
- Mulet, A., Carcel, J.A., Sanjuan, N. ve Bon J., 2003. New food drying Technologies-use of ultrasound. Food Science and Technology International, 9 (3), 215-221.
- Muslu, A., 2016. Gıda Artıklarından Elde Edilen Pektinin Modifiye Edilmesi, Moleküler ve Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi. (Yüksek Lisans Tezi). Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim dalı, İstanbul.
- Muthusamy, S., Manickam, L.P., Murugesan, V., Muthukumaran, C. ve Pugazhendhi A., 2019. Pectin extraction from *Helianthus annuus* (sunflower) heads using RSM and ANN modelling by a genetic algorithm approach. International Journal of Biological Macromolecules, 124, 750–758.
- Myers R.H. ve Montgomery D.C., 1995. Response Surface Methodology, Process and Product Optimization Using Designed Experiments. 2nd ed. John Wiley and Sons, New York.
- Nakilcioğlu, E. ve Ötleş S., 2014. Basınçlı Çözgen Ekstraksiyonu ve Gıda Sanayiindeki Uygulamaları, Akademik Gıda, 12 (2), 88-94.
- Naik, A.S., Suryawanshi, D., Kumar, M. ve Waghmare R., 2021. Ultrasonic treatment: A cohort review on bioactive compounds, allergens and physico-chemical properties of food. Current Research in Food Science, 4, 470–477.
- Naqash, F., Masoodi, FA., Rather, S.A., Wani, S.M. ve Gani A., 2017. Emerging Concepts in the Nutraceutical and Functional Properties of Pectin-A Review. Carbohydrate Polymers, 168, 227-239.

- Niazi, S., Hashemabadi, S.H ve Noroozi S., 2014. Numerical Simulation of Operational Parameters and Sonoreactor Configurations for the Highest Possibility of Acoustic Cavitation in Crude Oil. *Chemical Engineering Communications*, 201, 1340-1359.
- Nguyen, H.H.D., Nguyen, H.V.H. ve Savage G.P., 2019. Properties of Pectin Extracted from Vietnamese Mango Peels. *Foods*, 8 (629), 1-12.
- Nguyen, B.M.V. ve Pirak T., 2019. Physicochemical properties and Antioxidant activities of white dragon fruit peel pectin extracted with conventional and ultrasoundassisted extraction. *Cogent Food & Agriculture*, 5, 1-13.
- Nieto, A., Borrull, F., Pocurull, E. ve Marcé R.M., 2010. Pressurized Liquid Extraction: A Useful Technique to Extract Pharmaceuticals and Personal-Care Products From Sewage Sludge. *Trac Trends In Analytical Chemistry*, 29 (7), 752-764.
- Noelia, J.V., Maróstica-Junior, M.R., José de Jesús, Z.M. ve José Alberto G.I., 2011. Physicochemical, technological properties, and health-benefits of *Cucurbita moschata* Duchense vs. Cehualca: A Review. *Food Research International*, 44, 2587–2593.
- Norazelina, S.M., Nazarrudin, R., Norizah, M.H. ve Zainudin M., 2012. Extraction and characterization of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrrhizus*) using various extraction conditions. *Malaysia: Sains Malaysiana*, 41 (1), 41-45.
- Noreen, A., Nazli., Z.H., Akram, J., Rasul, I., Manshaa, A., Yaqoob, N., Iqbal, R., Tabasum, S., Zuber, M. ve Zi K.M., 2017. Pectins functionalized biomaterials; a new viable approach for biomedical applications: A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 101, 254–272.
- Novosel'skaya, I.L., Voropaeva, N.L., Semenova, S. ve Rashidova S.S., 2000. Trends in the science and applications of pectins, *Chemistry of Natural Compounds*, 36, 1-10.
- Oliveira, T.Í. S., Rosa, M.F., Cavalcante, F.L., Pereira, P.H.F., Moates, G.K., Wellner, N., Mazzetto, S.E., Waldron, K.W. ve Azeredo H.M.C., 2016. Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chemistry*, 198, 113-118.
- Olivera, C.F., Giordani, D., Lutckemier, R., Gurak, P.D., Cladera-Olivera, F. ve Marczak L.D.F., 2016a. Extraction of pectin from passion fruit peel assisted by ultrasound. *LWT Food Science and Techonology*, 71, 110-115.
- Okuroğlu, F., Görgüç, A. ve Yılmaz F.M., 2019. Ultrases Yıkama İşleminin Meyve ve Sebzelerin Mikrobiyal Dekontaminasyonunda Kullanımı. *Erzincan University Journal of Science and Technology*, 12 (3), 1201-1216.
- Oumer, O.J., 2017. Pectinase: Substrate, Production and their Biotechnological Applications. *International Journal of Environment, Agriculture and Biotechnology*, 2 (3), 1007-1014.
- Panouille, M., Thibault, J.F. ve Bonnin E., 2006. Cellulase and protease preparations can extract pectins from various plant byproducts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54 (23), 8926-8935.
- Panja, P., 2018. Green extraction methods of food polyphenols from vegetable materials. *Current Opinion in Food Science*, 23, 173–182.
- Pangestu, R., Amanah, S., Juanssilfero, A.B., Yopi. ve Perwitasari U., 2020. Response surface methodology for microwave-assisted extraction of pectin from cocoa pod husk (*Theobroma cacao*) mediated by oxalic acid. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 14 (4), 2126–2133.

- Păucean, A. ve Man S., 2014. Physico-chemical and sensory evaluations of wheat bread with pumpkin (*Cucurbita maxima*) pulp incorporated. *Journal of Agroalimentary Processes and Technologies*, 20 (1), 26-32.
- Peng, X.Y., Xu, Q., Yin, H., Huang, L. ve Du Y., 2014. Characterization of an immunologically active pectin from the fruits of *Lycium ruthenicum*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 64, 69-75.
- Pérez, S., Mazeau, K. ve du Penhoat C.H., 2000. The three-dimensional structures of the pectic polysaccharides. *Plant Physiol. Biochem*, 38, 37-55.
- Pérez-Martínez, J.D., Sánchez-Becerril, M., Ornelas-Paz, J.J., González-Chávez, M.M., Ibarra-Junquera, V. ve Escalante-Minakata P., 2013. The Effect of Extraction Conditions on the Chemical Characteristics of Pectin from *Opuntia ficus indica* Cladode Flour. *Journal of Polymers and the Environment*, 21, 1040-1051.
- Pereira, P.H.F., Oliveira T.I.S., Rosa M.F., Cavalcante F.L., Moates, G.K., Wellner, N., Waldron, K.W. ve Azeredo H.M.C., 2016. Pectin extraction from pomegranate peels with citric acid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 88, 373-379.
- Perussello, C.A., Zhang, Z., Marzocchella, A. ve Tiwari B.K. 2017. Valorization of apple pomace by extraction of valuable compounds. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 16 (5), 776-796.
- Petkowicz, C. L.O., Vriesmann, L. C. ve Williams P.A., 2017. Pectins from food waste: Extraction, characterization and properties of watermelon rind pectin. *Food Hydrocolloids*, 65, 57-67.
- Phaiphan, A., 2022. Ultrasound Assisted Extraction Of Pectin From Banana Peel Waste As A Potential Source For Pectin Production. *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*, 21 (1), 17-30.
- Polanco-Lugo, E., Martínez-Castillo, J.I., Cuevas-Bernardino, J.C., González-Flores, T., Valdez-Ojeda, R, Pacheco, N. ve Ayora-Talavera T., 2019. Citrus pectin obtained by ultrasound-assisted extraction: Physicochemical, structural, rheological and functional properties. *CyTA-Journal of Food*, 17 (1), 463-471.
- Ponmurugan, K., Al-Dhabi, A.N., Prakash-Maran, J., Karthikeyan, K., Moothy, I.G., Sivarajasekar, N. ve Manoj J.B.M., 2017. Ultrasound assisted pectic polysaccharide extraction and its characterization from waste heads of *Helianthus annuus*. *Carbohydrate Polymers*, 173, 707-713.
- Poojary, M. M., Orlie, V., Passamonti, P. ve Olsen K., 2017. Enzyme-assisted extraction enhancing the umami taste amino acids recovery from several cultivated mushrooms. *Food Chemistry*, 234, 236-244.
- Prakash-Maran, J., Sivakumar V., Thirugnanasambandham K. ve Sridhar R., 2014. Microwave assisted extraction of pectin from waste *Citrullus lanatus* fruit rinds. *Carbohydrate Polymers*, 101 (1), 786-791.
- Prakash-Maran, J., Priya, B., Al-Dhabi, N.A., Ponmurugan, K., Moorthy, I.G. ve Sivarajasekar N., 2017. Ultrasound assisted citric acid mediated pectin extraction from industrial waste of *Musa balbisiana*. *Ultrasonics Sonochemistry*, 35, 204-209.
- Priyngini, F., Walde, S.G. ve Ramalingam C., 2018. Extraction optimization of pectin from cocoa pod husks (*Theobroma cacao L.*) with ascorbic acid using response surface methodology. *Carbohydrate Polymers*, 202, 497-503.
- Ptichkina, N.M., Novokreschonova, L.V., Piskunova, G.V. ve Morris E.R., 1998. Large enhancements in loaf volume and organoleptic acceptability of wheat bread by

- small additions of pumpkin powder: possible role of acetylated pectin in stabilising gas-cell structure. *Food Hydrocolloids*, 12, 333-337.
- Ptichkina, N.M., Markina O. A. ve Romyantseva G.N., 2008. Pectin extraction from pumpkin with the aid of microbial enzymes. *Food Hydrocolloids*, 22 (1), 192-195.
- Puri, M., Sharma, D. ve Barrow C.J., 2012. Enzyme assisted extraction of bioactives from plants. *Trends in Biotechnology*, 30 (1), 37-44.
- Rahmati, S., Abdullah, A. ve Kang O.L., 2019. Effects of different microwave intensity on the extraction yield and physicochemical properties of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) peels. *Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre*, 18, 1-8.
- Rahmani, Z., Khodaiyan, F., Kazemi, M. ve Sharifan A., 2020. Optimization of microwave assisted extraction and structural characterization of pectin from sweet lemon peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 147, 1107–1115.
- Ramli, N. ve Asmawati., 2011. Effect of ammonium oxalate and acetic acid at several extraction time and pH on some physicochemical properties of pectin from coca husk (*theobroma cacao*). *African journal of Food Science*, 5 (15), 790-798.
- Rao, M.V., Sengar, A.S., Sunil, C.K. ve Rawson A., 2021. Ultrasonication-A green technology extraction technique for spices: A review. *Trends in Food Science & Technology* 116, 975–991.
- Rascon-Chu, A., Martinez-Lopez A.L. ve Carvajal-Millan E., 2009. Pectin from low quality ‘Golden Delicious’ apples: Composition and gelling capability. *Food Chemistry*, 116 (1), 101-103.
- Rasidek, N.A.M., Nordin, M.F.M., Tokuyama, H., Nagatsu, Y., Mili, N., Zaini, A.S., Idham, Z. ve Yunus M.A.C., 2021. Subcritical water-based pectin from banana peels (*Musa Paradisiaca* Cv. *Tanduk*) as a natural gelation agent. *Materials Today: Proceedings*, 47, 1329-1335.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M. ve Rice-Evans C., 1999. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, 26, 1231–1237.
- Reichembach, L.H. ve de Oliveira Petkowicz C.L., 2021. Pectins from alternative sources and uses beyond sweets and jellies: An overview. *Food Hydrocolloids* 118, 1-20.
- Richter, B.E., Jones, B.A., Ezzell, J.L., Porter, N.L., Andalovic, N. ve Pohl C., 1996. Accelerated solvent extraction: a technology for sample preparation. *Analytical Chemistry*, 68, 1033-1039.
- Rico, X., Gullon, B., Alonso, J.L. ve Yanez R., 2020. Recovery of high value-added compounds from pineapple, melon, watermelon and pumpkin processing by-products: An overview. *Food Research International*, 132, 1-21.
- Rodsamran, P. ve Sothornvit R., 2019. Microwave heating extraction of pectin from lime peel: Characterization and properties compared with the conventional heating method. *Food Chemistry*, 278, 364–372.
- Rolnik, A ve Olas B., 2020. Vegetables from the Cucurbitaceae family and their products: Positive effect on human health. *Nutrition*, 78, 1-6.
- Roy, M.C., Alam, M., Saeid, A., Das, B.C., Mia, Md.B., Rahman, Md.A., Eun, J.B. ve Ahmed M., 2017. Extraction and characterization of pectin from pomelo peel and its impact on nutritional properties of carrot jam during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42 (1), 1-9.

- Sabater, C., Corzo, N., Olano, A. ve Montilla A., 2018. Enzymatic extraction of pectin from artichoke (*Cynara scolymus L.*) by-products using Celluclast®1.5L. Carbohydrate Polymers, 190, 43-49.
- Sadi-Döner, A., 2019. Şeker Pancarı Posasından Ultrason Destekli Pektin Eldesinin Taguchi Yöntemi ile Optimizasyonu. (Yüksek Lisans Tezi), Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Kayseri.
- Sališová, M., Toma, Š. ve Mason T.J., 1997. Comparison of Conventional and Ultrasonically Assisted Extractions of Pharmaceutically Active Compounds From *Salvia officinalis*. Ultrasonic Sonochemistry, 4, 131-134.
- Santos, H.M. ve Capelo J.L., 2007. Trends in ultrasonic-based equipment for analytical sample treatment. Talanta, 73 (31), 795-802.
- Sánchez, D., Muguerza, B., Moulay, L., Hernández, R., Miguel, M. ve Aleixandre A., 2008. Highly methoxylated pectin improves insulin resistance and other cardiometabolic risk factors in Zucker fatty rats. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 56, 3574–3581.
- Santos, J.D.G., Vieira, I.J.C., Braz-Filho, R. ve Branco A., 2015. Chemicals from *Agave sisalana* biomass: Isolation and identification. International Journal of Molecular Sciences, 16 (4), 8761-8771.
- Sato, M.F., Rigoni, D.C., Canteri, M.H.G., Petkowicz, C.L.O., Nogueira, A. ve Wosiacki G., 2011. Chemical and instrumental characterization of pectin from dried pomace of eleven apple cultivars. Maringá, 33 (3), 383-389.
- Seixas, F.L., Fukuda, D.L., Turbiani, F.R.B., Garcia, P.S., de O. Petkowicz, C.L., Jagadevan, S. ve Gimenes M.L., 2014. Extraction of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) by microwave-induced heating. Food Hydrocolloids, 38, 186-192.
- Seo, J. S., Burrib, B.J., Quan, Z. ve Neidlinger T.R., 2005. Extraction and chromatography of carotenoids from pumpkin. Journal of Chromatography A, 1073, 371–375.
- Sengar, A. S., Rawson, A., Muthiah, M. ve Kumar-Kalakandan S., 2020. Comparison of different ultrasound assisted extraction techniques for pectin from tomato processing waste. Ultrasonics Sonochemistry, 61, 1-10.
- Sevindik, O. ve Selli S., 2017. Üzüm Çekirdek Yağı Eldesinde Kullanılan Ekstraksiyon Yöntemleri. GIDA, 42 (1), 95-103.
- Sharma, B.R., Naresh, L., Dhuldhoya, N.C., Merchant, S.U. ve Merchant U.C., 2006. An Overview on Pectins. Academia accelerating the world's research, 44-51.
- Shankar, H. ve Pagel P.S., 2011. Potential adverse ultrasound-related biological effects: A Critical Review. The Journal of the American Society of Anesthesiologists, 115 (5), 1109-1124.
- Shirsath, S.R., Sonawane, S.H. ve Gogate P.R., 2012. Intensification of Extraction of Natural Products Using Ultrasonic Irradiations – A Review of Current Status. Chemical Engineering and Processing, 53, 10-23.
- Shivamathi, C.S., Moorthy, I.G., Kumar, R.V., Soosai, M.R., Prakash-Maran, J., Kumara, R.S. ve Varalakshmi P., 2019. Optimization of ultrasound assisted extraction of pectin from custard apple peel: Potential and new source. Carbohydrate Polymers, 225, 1-11.
- Shivamathi, C.S., Gunaseelan, S., Soosai, M.R., Vignesh, N.S., Varalakshmi, P., Kumar, R.S., Karthikumar, S., Kumar, R.V., Baskar, R., Rigby, S.P., Syed, A., Elgorban, A.M. ve Moorthy I.M.G., 2022. Process optimization and characterization of

- pectin derived from underexploited pineapple peel biowaste as a value-added product. *Food Hydrocolloids*, 123, 1-18.
- Simpson, B.K., Egyankor K.B. ve Martin A.M., 1984. Extraction, purification and determination of pectin in tropical fruits. *Journal Food Proces Preserv*, 8 (2), 63-72.
- Singh, N., Kaur, M. ve Sandhu K.S., 2005. Physicochemical and Functional Properties of Freze Dried and Oven Dried Corn Gluten Meals. *Drying Technology*, 23, 975-988.
- Singh, A. ve Kumar V., 2020. Cultivars Effect on the Physical Characteristics of Pumpkin (*Cucurbita moschata Duch.*) Seeds and Kernels. *Journal of The Instituon of Engineers (India) Instituon Series A*, 101 (4), 631-641.
- Singla, M. ve Sit N., 2021. Application of ultrasound in combination with other technologies in food processing: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 73, 1-13.
- Sommano, S.R., Ounamornmas, P., Nisoa, M., Sriwattana, S., Page, P. ve Colelli G., 2018. Characterisation and physiochemical properties of mango peel pectin extracted by conventional and phase control microwave-assisted extractions. *International Food Research Journal*, 25 (6), 2657-2665.
- Sriamornsak, P., 2003. Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses: A review. *Silpakorn University International Journal*, 3, 206-228.
- Srivastava, P. ve Malviya R., 2011. Sources Of Pectin, Extraction And İts Applications In Pharmaceutical İndustry-An Overview. *Indian Journal Of Natural Products And Resources*, 2 (1), 10-18.
- Sun, H., Ge, X., Lv, Y. ve Wang A., 2012. Application of accelerated solvent extraction in the analysis of organic contaminants, bioactive and nutritional compounds in food and feed. *Journal of Chromatography A*, 1237, 1– 23.
- Sundarraaj, A.A. ve Ranganathan T.V., 2017. A Review-Pectin from Agro and Industrial Waste. *International Journal of Applied Environmental Sciences*, 12 (10), 1777-1801.
- Sürücüoğlu, M.S., 2003. Sağlıklı Yetişkinlerde Yulaf Ezmesinin Kan Lipidleri Üzerine Etkisi. *Gıda*, 28 (4), 385-393.
- Syeitkhajy, A., 2017. Turunçgil Kabuklarından Modifiye Pektin ve Pektin Ekstraksiyonu. (Yüksek Lisans Tezi), İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul.
- Swamy, G.J. ve Muthukumarappan K., 2017. Optimization of continuous and intermittent microwave extraction of pectin from banana peels. *Food Chemistry*, 220, 108-114.
- Şahin, Ö., 2019. Melocan (*Smilax Excelsa L.*) Bitkisinin Farklı Kısımlarının Ultrason ve Mikrodalga Destekli Ekstraksiyon İle Elde Edilen Bileşenlerinin Tanımlanması. (Yüksek Lisans Tezi), Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Muhendisliği Anabilim Dalı, İstanbul.
- Şensoy, S., Büyükalaca, S. ve Abak K., 2007. Evaluation of genetic diversity in Turkish melons (*Cucumis melo L.*) based on phenotypic characters and RAPD markers. *Genetic Resources and Crop Evolution*, 54 (6), 1351-1365.
- Şengül, M. ve Topdaş E.F., 2019. Katı-Sıvı Ekstraksiyonunda Kullanılan Modern Teknikler ve Bu Teknikler Arasında Ultrason Yardımlı Ekstraksiyonun Yeri. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 50 (2), 201-216.

- Shaha, R.K., Punichelvana, Y.N.A. ve Afandi A., 2013. Optimized extraction condition and characterization of pectin from kaffir lime (*Citrus hystrix*). Research Journal of Agriculture and Forestry Sciences, 1 (2), 1-11.
- Shkodina, O.G., Zeltser, O.A., Selivanov, N.Y. ve Ignatov V.V., 1998. Enzymic extraction of pectin preparations from pumpkin. Food Hydrocolloids, 12, 313-316.
- Sun, D., Chen, X. ve Zhu C., 2020. Physicochemical properties and antioxidant activity of pectin from hawthorn wine pomace: A comparison of different extraction methods. International Journal of Biological Macromolecules, 158, 1239-1247.
- Tan, H. ve Nie S., 2020. Deciphering diet-gut microbiota-host interplay: Investigations of pectin. Trends in Food Science & Technology 106, 171–181.
- Tapre, A. R. ve Jain R.K., 2014. Pectinases: Enzymes for fruit processing industry. International Food Research Journal, 21 (2), 447-453.
- Tektaş-Taşan, N., 2018. Greyfurt Kabuğundan Mikrodalga Destekli Pektin Ekstraksiyonu ve Karakterizasyonu. (Yüksek Lisans Tezi). TOGÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Tokat.
- Téllez-Morales, J.A., Hernández-Santo, B. ve Rodríguez-Miranda J., 2020. Effect of ultrasound on the techno-functional properties of food components/ingredients: A review. Ultrasonics-Sonochemistry, 61, 104-787.
- Teo, C.C., Tan, S.N., Yong, J.W.H., Hew, C.S. ve Ong E.S., 2010. Pressurized hot water extraction (PHWE). Journal of Chromatography A, 1217 (16), 2484-2494.
- Thakur, B.R., Singh R.K., Handa A.K. ve Rao M.A., 1997. Chemistry and uses of pectin-A review. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 37 (1), 47-73.
- Tharanathan, R.N., 2003. Biodegradable films and composite coatings: past, present and future. Trends in Food Science & Technology, 14 (3), 71-78.
- Thompson, D., 1982. Response Surface Experimentation. Journal Food Process Preservation, 6 (3), 155-188.
- Tiwari, B.K., 2015. Ultrasound: A clean, green extraction technology. Trends in Analytical Chemistry, 71, 100-109.
- Torralbo, D.F., Batista, K.A., Di-Medeiros, M.C.B. ve Fernandes K.A., 2012. Extraction and partial characterization of solanum lycocarpum pectin. Food Hydrocolloids, 27, 378-383.
- Torkova, A.A., Lisitskaya, K.V., Filimonov, I.S., Glazunova, O.A., Kachalova, G.S., Golubev, V.N. ve Fedorova T.V., 2018. Physicochemical and functional properties of Cucurbita maxima pumpkin pectin and commercial citrus and apple pectins: A comparative evaluation. PloS one, 13 (9), 1-24.
- Tucureanu, V., Matei A. ve Avram A.M., 2016. FTIR spectroscopy for carbon family study. Critical Reviews in Analytical Chemistry, 46 (6), 502-520.
- Turakhovzhaev, M.T. ve Khodzhaev M.A., 1993. Plant Pectin Substances. Methods Of Isolating Pectin Substances. Chemistry of Natural Compounds, 29 (5), 558-565.
- Tüfekçi, S. ve Özkal, S.G., 2015. Gıdaların Kurutulmasında Ultrases Kullanımı. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilim Dergisi, 21 (9), 408-413.
- TÜİK, 2020. Bitkisel üretim istatistikleri. <https://data.tuik.gov.tr/Kategori?p=tarim-111&dil=1> Erişim tarihi: 12.06.2020.
- TÜİK, 2021. Bitkisel üretim istatistikleri. data.tuik.gov.tr/Kategori/GetKategori?p=Kategori?p=Tarim-111. Erişim tarihi: 05.06.2021.

- Türken-Akçay, T., 2021. Limon ve Portakal Kabuklarından Mikrodalga Ekstraksiyon Yöntemi ile Pektin Üretiminin Optimizasyonu ve Üretilen Pektinin Karakterizasyonu. (Doktora Tezi), Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı. Bolu.
- Tran, T.T.B., Saifullah, M., Nguyen, N.H., Nguyen, M.H. ve Vuong Q.V., 2021. Comparison of ultrasound-assisted and conventional extraction for recovery of pectin from Gac (*Momordica cochinchinensis*) pulp. *Future Foods*, 4, 1-10.
- Umoren, S.A. ve Eduok U.M., 2016. Application of carbohydrate polymers as corrosion inhibitors for metal substrates in different media: A review. *Carbohydrate Polymers*, 140, 314-341.
- Uresti, R.M., López-Arias, N., González-Cabriaes, J.J., Ramírez, J.A., ve Vázquez M, 2003. Use of amidated low methoxyl pectin to produce fish restructured products. *Food Hydrocolloids* 17, 171-176.
- Üstün, S., 2021. Greyfurt, Kamkat Ve Hünnap Meyvelerinden Elde Edilen Pektin ve 3 Farklı Modifiyesinin Kimyasal Kompozisyonun Belirlenmesi ve Mkn-45 Hücre Hattındaki Sitotoksik Etkilerinin Tespiti. (Yüksek Lisans Tezi), Bayburt Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Bayburt.
- Virk, B.S. ve Sogi D.S., 2004. Extraction and Characterization of Pectin From Apple (*Malus Pumila*. Cv Amri) Peel Waste. *International Journal of Food Properties*, 7(3), 693-703.
- Vinatoru, M., 2015. Ultrasonically Assisted Extraction (UAE) of Natural Products Some Guidelines for Good Practice and Reporting. *Ultrasonic Sonochemistry*, 25, 94-95.
- Vinatoru, M., Mason, T.J. ve Calinescu I., 2017. Ultrasonically assisted extraction (UAE) and microwave assisted extraction (MAE) of functional compounds from plant materials. *Trends in Analytical Chemistry*, 97, 159-178.
- Vriesmann, L.C., Teófilo, R.F. ve de Oliveira Petkowicz C.L., 2012. Extraction and characterization of pectin from cacao pod husks (*Theobroma cacao L.*) with citric acid. *LWT-Food Science and Technology*, 49, 108-116.
- Wai, W.W., Alkarkhi, A.F.M. ve Easad A.F., 2010. Effect of extraction conditions on yield and degree of esterification of durian rind pectin: An experimental design. *Food and Bioproducts Processing*, 88, 209-214.
- Wang, L. ve Weller C.L., 2006. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science & Technology*, 17, 300-312.
- Wang, X., Chen, Q. ve Lü X., 2014. Pectin extracted from apple pomace and citrus peel by subcritical water. *Food Hydrocolloids*, 38, 129-137.
- Wang, W., Ma X., Xu Y., Cao Y., Jiang Z., Ding T., Ye X. ve Liu D., 2015. Ultrasound assisted heating extraction of pectin from grapefruit peel: Optimization and comparison with the conventional method. *Food Chemistry*, 178, 106-114.
- Wang, W., Ma, X., Jiang, P., Hu, L., Zhi, Z., Chen, J., Ding, T., Ye, X. ve Liu D., 2016. Characterizasyon of pectin from grapefruit peel: A comparison of ultrasound-assisted and conventional heating extractions. *Food Hydrocolloids*, 61, 730-739.
- Wang, M., Huang, B., Fan, C., Zhao, K., Hu, H. ve Xu X., 2016a. Characterization and functional properties of mango peel pectin extracted by ultrasound assisted citric acid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 91, 794–803.
- Wang, W., Wu, X., Chantapakul, T., Wang, D., Zhang, S. ve Ma X., 2017. Acoustic cavitation assisted extraction of pectin from waste grapefruit peels: A green two

- stage approach and its general mechanism. *Food Research International*, 102, 101-110.
- Wandee, Y., Uttapap, D. ve Mischnick P., 2019. Yield and structural composition of pomelo peel pectins extracted under acidic and alkaline conditions. *Food Hydrocolloids*, 87, 237-244.
- Wen, C., Zhang, J., Zhang, H., Dzah, C.S., Zandile, M., Duan, Y., Ma, H. ve Luo X., 2018. Advances in ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from cash crops-A review. *Ultrasonics-Sonochemistry* 48, 538-549.
- Whistler R. L. ve BeMiller J.N., 1973. *Industrial Gums Polysaccharides and their Derivatives*. Elsevier, New York.
- Wicker, L., Kim, Y., Kim, M.J., Thirkield, B., Lin, Z. ve Jung J., 2014. Pectin as a bioactive polysaccharide extracting tailored function from less. *Food Hydrocoll*, 42, 251-259.
- Wiesenborn, D.P., Wang J., Chang K.C., ve Schwarz J.G., 1999. Comparison of continuous and batch processes for pectin extraction from sunflower heads. *Industrial Crops and Products*, 9 (3), 171-181.
- Wikiera, A., Mika, M., Starzyńska, J. A. ve Stodolak B., 2015. Development of complete hydrolisis of pectins from apple poma. *Food Chemistry*, 172, 675-680.
- Willats, W.G.T., Knox, J.P. ve Mikkelsen J.D., 2006. Pectin: New Insights Into an Old Polymer are Starting to Gel. *Trends in Food Science & Technology*, 17, 97-104.
- Wijngaard, H., Hossain, M.B., Rai, D.K. ve Brunton N., 2012. Techniques to extract bioactive compounds from food by-products of plant origin. *Food Research International*, 46, 505–513.
- Xanthopoulou, M.N., Nomikos, T., Fragopoulou, E. ve Antonopoulou S., 2009. Antioxidant and lipoxygenase inhibitory activities of pumpkin seed extracts. *Food Research International*, 42, 641-646.
- Xu, S.Y., Liu, J.P., Huang, X., Du, L.P., Shi, F.L., Dong, R., Huang, X.T., Zheng, K., Liu, Y. ve Cheong K.L., 2018. Ultrasonic-microwave assisted extraction, characterization and biological activity of pectin from jackfruit peel. *Food Science and Technology*, 90, 577-582.
- Xu, K., Martinez, M.M., Yanga, B. ve Guo M., 2020. Fine structure, physicochemical and antioxidant properties of LM-pectins from okra pods dried under different techniques. *Carbohydrate Polymers*, 241, 1-8.
- Yabe, T., 2018. New understanding of pectin as a bioactive dietary fiber: a review. *Journal of Food Bioactives*. 3, 95-100.
- Yadav, M., Jain, S., Tomar, R., Prasad, GBKS. ve Yadav H., 2010. Medicinal and biological potential of pumpkin: an updated review. *Nutrition Research Reviews*, 23, 184-190.
- Yaman, T., 2017. Gül Yağı Eldesinde Destilasyon İşlemi Öncesi Ultrases Uygulamasının İşlem Süresi, Uçucu Yağ Bileşimi İle Proses Verimine Etkisinin Araştırılması. (Yüksek Lisans Tezi), Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Burdur.
- Yancheva, N., Markova, D., Murdzheva, D., Vasileva, I. ve Anton-Slavov A., 2016. Foaming and emulsifying properties of pectin isolated from different plant Materials. *Acta Scientifica Naturalis*, 3 (1), 7-12.
- Yang, J.S., Mu, T.H. ve Ma M.M., 2018. Extraction, structure, and emulsifying properties of pectin from potato pulp. *Food Chemistry*, 244, 197-205.

- Yang, J.S., Mu, T.H. ve Ma M.M., 2019. Optimization of Ultrasound-Microwave Assisted Acid Extraction of Pectin from Potato Pulp by Response Surface Methodology and its Characterization. *Food Chemistry*, 289, 351-359.
- Yapo, B.M. ve Koffic K.L., 2013. Utilisation of model pectins reveals the effect of demethylated block size frequency on calcium gel formation. *Carbohydrate Polymers*, 92, 1-10.
- Yetim, H. ve Kesmen Z., 2015. Gıda Analizleri. Erciyes Üniversitesi Ders yayınları No: 163, 346s, Kayseri.
- Yılmaz, T., 2011. Domates İşleme Atıklarından Ultrason Destekli Likopen Ekstraksiyonu İşleminin Optimizasyonu. (Yüksek Lisans Tezi), Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir.
- Yıldırım, E., 2013. Pektin nedir, fizikokimyasal özellikleri nelerdir. *İnovatif Kimya Dergisi*, 3, 30-35.
- Yılmaz, M.T., Muslu, A., Dertli, E. ve Toker Ö.S., 2016. Şeker Pancarı Posasından Elde Edilen Pektinin Modifiye Edilerek Karakterize Edilmesi, Moleküler ve Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi. *Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi*, 13 (02), 10-20.
- Yu, M., Xia, Y., Zhou, M., Guo, Y., Zheng, J. ve Zhang Y., 2021. Effects of different extraction methods on structural and physicochemical properties of pectins from finger citron pomace. *Carbohydrate Polymers*, 258, 1-9.
- Yuan, Y., Xu, X., Jing, C., Zou, P., Zhang, C. ve Li Y., 2018. Microwave assisted hydrothermal extraction of polysaccharides from *Ulva prolifera*: Functional properties and bioactivities. *Carbohydrate Polymers*, 181, 902-910.
- Yuliarti, O., 2011. Isolation and Characterisation And Functional Properties Of Pectin From Gold Kiwifruit (*Actinidia chinensis* cv. HORT16A). (PhD thesis), At Massey University, Palmerston North, New Zeland.
- Yuliarti, O., Goh, K.K., Matia-Merino, L., Mawson, J. ve Brennan C., 2015. Extraction and characterisation of pomace pectin from gold kiwifruit (*Actinidia chinensis*). *Food Chemistry*, 187, 290-296.
- Yoo, S.H., Lee, B.H., Lee, S., Bae, I.Y., Lee, H.G., Fishman, M.L., Chau, H.K., Savary, B.J. ve Hotchkiss-Jr A.T., 2012. Structural Characteristics of Pumpkin Pectin Extracted by Microwave Heating. *Journal of Food Science*, 77 (11), 1169-1173.
- Zakaria, S. M. ve Kamal S.M.M., 2015. Subcritical water extraction of bioactive compounds from plants and Algae: Applications in pharmaceutical and food ingredients. *Food Engineering Reviews*, 3, 1-12.
- Zaid, R.M., Mishra, P., Siti- Noredyani A.R., Tabassum, S., Wahida, Z.A. ve Mimi-Sakinah A.M., 2020. Proximate characteristics and statistical optimization of ultrasound-assisted extraction of high-methoxyl-pectin from *Hylocereus polyrhizus* peels. *Food and Bioproducts Processing*, 123, 134-149.
- Zaitseva, O., Khudyakov, A., Sergushkina, M., Solomina, O. ve Polezhaeva T., 2020. Pectins as a universal medicine. *Fitoterapia*, 146, 1-23.
- Zhang Z.S., Wang L.J., Li, D., Jiao, S.S., Chen, X.D. ve Mao Z.H., 2008. Ultrasound Assisted Extraction of Oil From Flaxseed. *Separation and Purification Technology*, 62, 192-198.
- Zhao, W., Guo, X., Pang, X., Gao, L., Liao, X. ve Wu J., 2015. Preparation and characterization of low methoxyl pectin by high hydrostatic pressure-assisted enzymatic treatment compared with enzymatic method under atmospheric pressure. *Food Hydrocoll*, 50, 44-53.

- Zhang, Z., Regenstein, J.M., Zhou, P. ve Yang Y., 2017. Effects of high intensity ultrasound modification on physicochemical property and water in myofibrillar protein gel. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 960-967.
- Zhang, C., Zhu, X., Zhang, F., Yang, X., Ni, L. ve Zhang W., 2020. Improving viscosity and gelling properties of leaf pectin by comparing five pectin extraction methods using green tea leaf as a model material. *Food Hydrocolloids*, 98, 1-8.
- Zhu, Z., Wu, Q., Di, X., Li, S., Barba, F.J., Koubaa, M., Roohinejad, S., Xiong, X. ve He J., 2017. Multistage recovery process of seaweed pigments: Investigation of ultrasound assisted extraction and ultra-filtration performance. *Food and bioproducts processing*, 104, 40-47.
- Zia, S., Khan, M.R., Shabbir, M.A., Aslam-Maan, A., Khan, M.K.I., Nadeem, M., Khalil, A.A., Din, A. ve Aadil R.M., 2020. An inclusive overview of advanced thermal and nonthermal extraction techniques for bioactive compounds in food and food-related matrices. *Food Reviews International*, DOI: 10.1080/87559129.2020.1772283, 1-31.
- Zitko, V., ve Bishop C.T., 1965. Fractionation of Pectic from Sun flowers, Sugar Beets, Appies and citrus Fruits. *Canation Journal Chemistry*, 43, 3206-3214.
- Zore, U.K., Yedire, S.G., Pandi, N., Manickam, S. ve Sonawane S.H., 2021. A review on recent advances in hydrogen energy, fuel cell, biofuel and fuel refining via ultrasound process intensification. *Ultrasonics Sonochemistry*, 73, 1-24.

7. EKLER

EK I. Toplam Şeker Analizinde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

EK II. DNS Çözeltilisinin Hazırlanışı

EK III. Bradford Yönteminde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

EK IV. Üronik Asit Yönteminde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

EK V. 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) Toplam Antioksidan Tayininde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

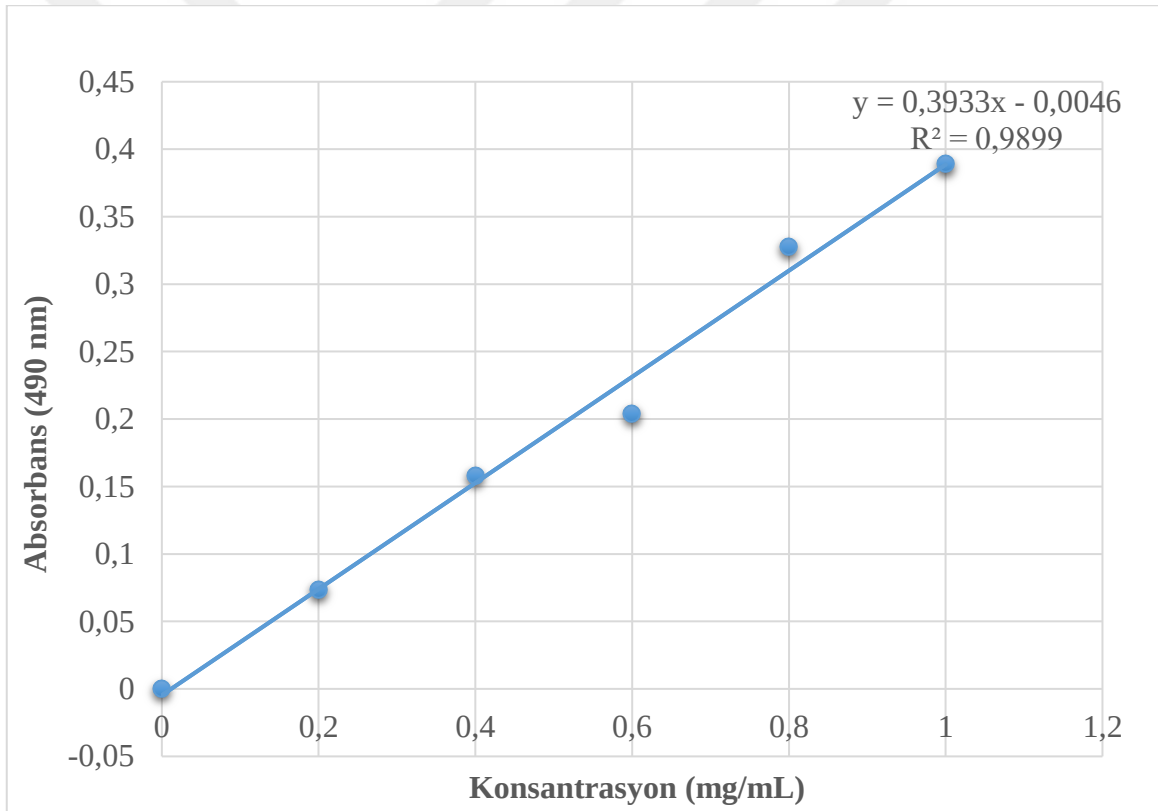
EK VI. Troloks Eşdeğeri Antioksidan Kapasitesi Tayininde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı



EK I. Toplam Şeker Analizinde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

%80'lik Fenol Çözeltisi hazırlanışı: 80 g fenol alınıp 100 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır.

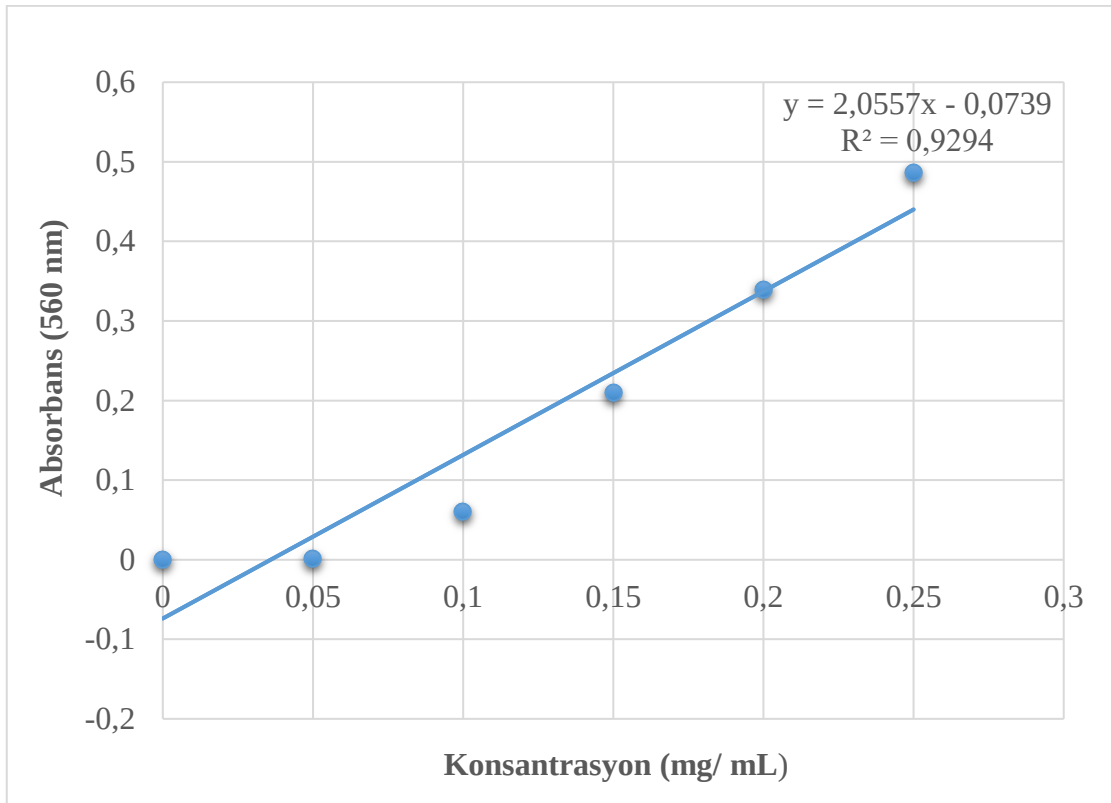
1 mg/mL D-Glikoz Çözeltisi: 100 mg D-Glikoz tartılıp 100 mL saf suda çözündürülmüştür.



EK II. DNS Çözeltisinin Hazırlanışı

DNS Çözeltisi: Bir beher içerisine 5 g dinitrosalisilik asit, 1 g fenol, 0.25 g sodyum sülfid, 5 g sodyum hidroksit su çözündürülmüş ve hacmi 500 mL'ye su ile tamamlanmıştır. 0.25 mg/mL konsantrasyonundaki glikoz çözeltisi standart olarak kullanılmıştır.

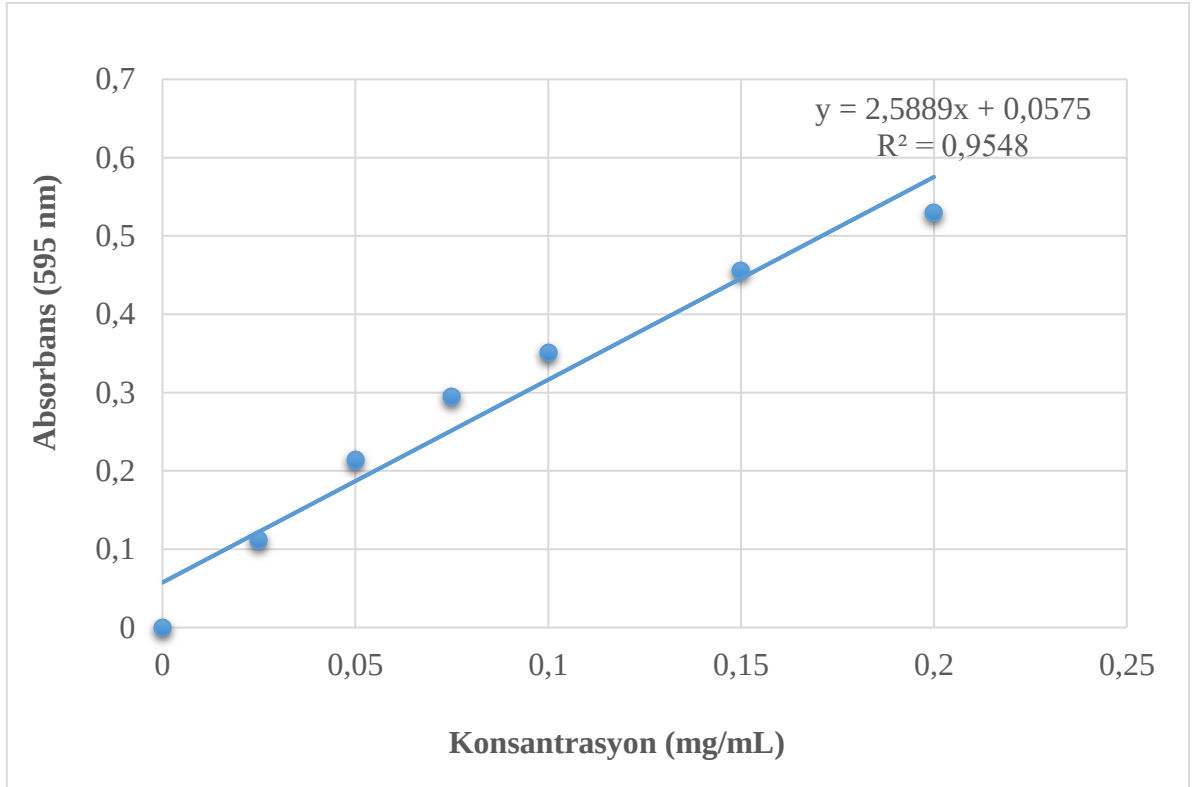
Glikoz Kurve Grafiği



EK III. Bradford Yönteminde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

Brillant blue (100 mg), %95 etil alkol (50 mL), ortofosforik asit (100 mL), ile karıştırılmış ve hacmi su ile 200 mL'ye tamamlanmıştır. Çözelti beş kat su ile seyreltilerek Bradford çözeltisi hazırlanmıştır. Standart olarak 1 mg/mL konsantrasyonda BSA kullanılmıştır.

BSA Kurve Grafiği:



EK IV. Üronik Asit Yönteminde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

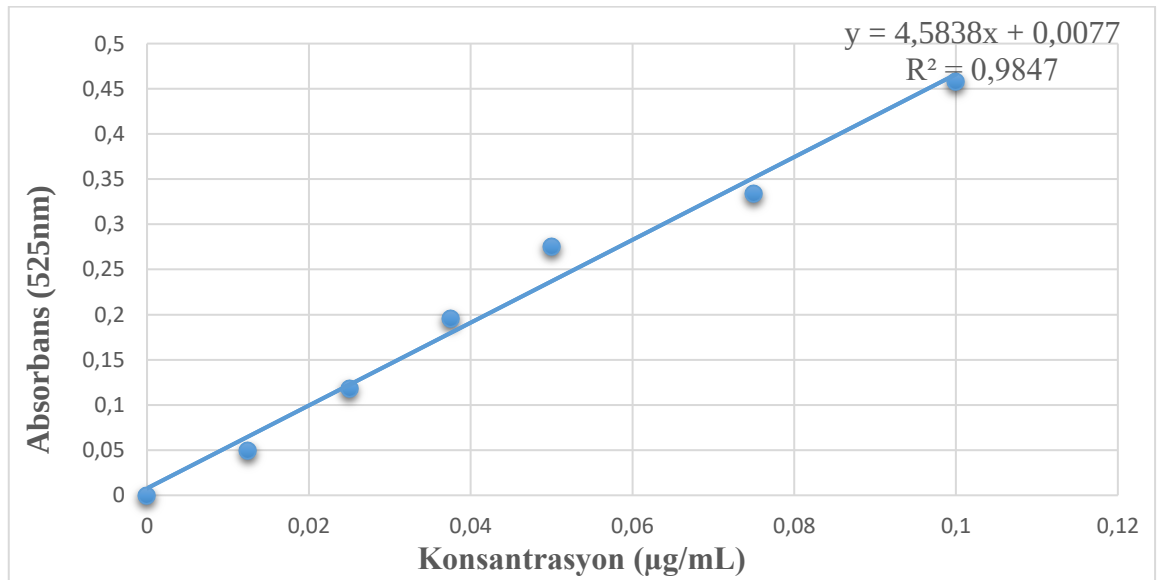
%0.5 NaOH Çözeltisi: Bir beher içerisine 0.5 g NaOH tartılır. Daha sonra bir miktar su eklenir ve karıştırılarak çözünmesi sağlanır. Çözünme işleminden sonra çözelti hacmi 100 mL'ye distile su ile tamamlanır.

m-hidroksidifenil Çözeltisi: 0.075 g 3-fenilfenol tartılır ve üzerine 40 mL %0.5 NaOH çözeltisi ilave edilir. Çözelti 50 mL'lik balon jojeye aktarılır ve hacmi %0.5 NaOH ile tamamlanır.

75 mM Sodyumtetraborat Çözeltisi: 3. g sodyumtetraborat tartılır ve üzerine 90 mL konsantre sülfürik asit ilave edilir. Daha sonra manyetik karıştırıcıya alınarak çözünmesi sağlanır. Çözünme işlemi bittikten sonra hacmi 100 mL'ye asitle tamamlanır.

4 M Sülfamik asit/Potasyum Sülfamat Çözeltisi: 38.84 g sülfamik asit tartılır ve üzerine 50 mL distile su ilave edilir. Sonra çözeltinin pH'ı 1.6'ya gelene kadar yavaş bir şekilde doygun KOH damlatılır. pH 1.6 olduğunda çözeltinin hacmi 100 mL'ye distile su ile tamamlanır.

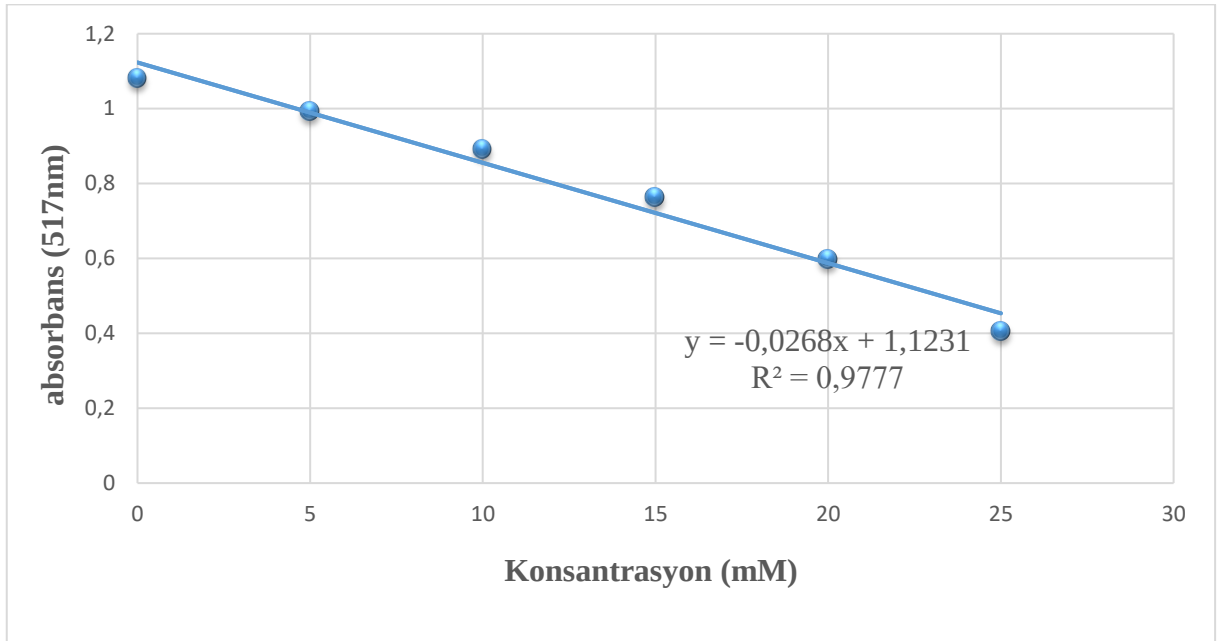
Galakturonik Asit Kurve Grafiği



Ek V. 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) Toplam Antioksidan Tayininde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

100 µM DPPH (2,2 difenil-1-pikrilhidrazil) Çözeltisi: 4 mg DPPH tartılır. Üzerine 100 mL metanol eklenerek, 10 karıştırılmıştır.

DPPH Kurve Grafiği



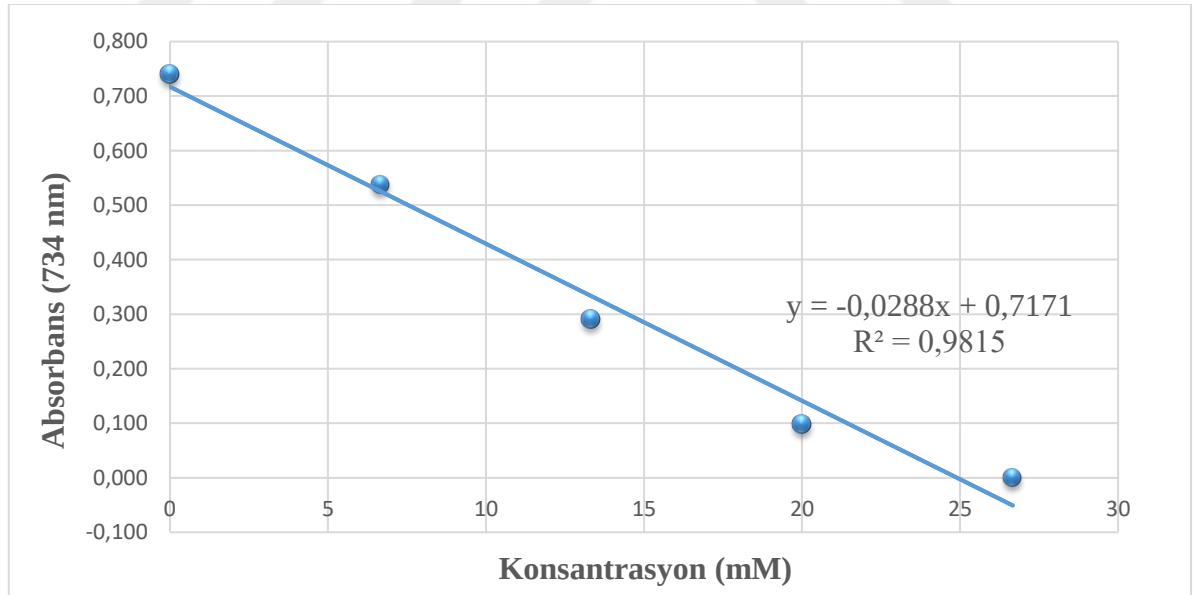
EK VI. Troloks Eşdeğeri Antioksidan Kapasitesi Tayininde Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanışı

20 mM Sodyum Asetat Tamponu: 0.82 gr sodyum asetat, 350 mL saf su içinde çözündürülmüştür, pH'sı asetik asit ile 4.5' e ayarlanmış, hacmi 500 mL'ye tamamlanmıştır.

7 mM ABTS (2,2'-Azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid)) Çözeltisi: 192 mg ABTS 40 mL saf su içinde çözündürülmüş ve hacmi 50 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır.

2.45 mM Potasyum Peroksidisülfat Çözeltisi: 33.1 mg potasyum peroksidisülfat 40 mL saf su içinde çözündürülmüş ve hacmi 50 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır.

TEAC Kurve Grafiği



8. ÖZGEÇMİŞ

