



**OHMİK ISITMA İŞLEMİ İLE GOJİ BERRY (*Lycium
barbarum* L.) MEYVESİNDEN FENOLİK BİLEŞİK
EKSTRAKSİYONUNUN OPTİMİZASYONU**

Harun KANTAR

Yüksek Lisans Tezi

Organik Tarım İşletmeciliği

Ana Bilim Dalı

Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM

2025

(Her Hakkı Saklıdır)

T.C.
BAYBURT ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
ORGANİK TARIM İŞLETMECİLİĞİ ANA BİLİM DALI
ORGANİK TARIM İŞLETMECİLİĞİ TEZLİ YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

OHMİK ISITMA İŞLEMİ İLE GOJİ BERRY (*Lycium barbarum L.*)
MEYVESİNDEN FENOLİK BİLEŞİK EKSTRAKSİYONUNUN
OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Harun KANTAR

Danışman: Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM

BAYBURT- 2025

KABUL VE ONAY

Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM danışmanlığında, Harun KANTAR tarafından hazırlanan “Ohmik Isıtma İşlemi ile Goji Berry (*Lycium barbarum* L.) Meyvesinden Fenolik Bileşik Ekstraksiyonunun Optimizasyonu” başlıklı bu çalışma, 03.01.2025 tarihinde yapılan savunma sınavı sonucunda oy birliği ile başarılı bulunarak jürimiz tarafından Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Aybike KAMILOĞLU

Üye : Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Yusuf Can GERÇEK

Bu tezin kabulü Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun/...../20... tarih ve 20...../.....-..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Doç. Dr. Bünyamin ALİM
Enstitü Müdürü

BEYANNAME

Bayburt Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM danışmanlığında hazırlamış olduğum “Ohmik Isıtma İşlemi ile Goji Berry (*Lycium barbarum* L.) Meyvesinden Fenolik Bileşik Ekstraksiyonunun Optimizasyonu” başlıklı program seçin tezimin bilimsel etik değerlere ve kurallara uygun, özgün bir çalışma olduğunu, aksinin tespit edilmesi halinde her türlü yasal yaptırımını kabul edeceğimi beyan ederim.

03.01.2025

Harun KANTAR



ÖN SÖZ

Tez çalışmamda kıymetli deneyim ve bilgilerini benimle paylaşan tez danışmanım sayın hocam Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM'a teşekkürlerimi sunarım. Deneysel çalışmalarımı yapabilmem için laboratuvar imkanlarını sunan İstanbul Üniversitesi Biyoloji Bölümü öğretim üyesi Dr. Öğr. Üyesi Yusuf Can GERÇEK ve Ankara Üniversitesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı öğretim üyeleri Prof. Dr. Aslı İŞCİ YAKAN ve Prof. Dr. Özge ŞAKIYAN DEMİRKOL'a çok teşekkür ederim. Son olarak, beni her zaman destekleyen ve yanımda olan eşime, eğitim hayatımda en büyük destekçilerim anneme ve babama, varlıklarıyla bana değer katan kardeşlerime teşekkürlerimi borç bilirim.

Harun KANTAR

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

OHMİK ISITMA İŞLEMİ İLE GOJİ BERRY (*Lycium barbarum* L.) MEYVESİNDEN FENOLİK BİLEŞİK EKSTRAKSİYONUNUN OPTİMİZASYONU

Harun KANTAR

Bayburt Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Organik Tarım İşletmeciliği Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM

Bayburt-2025, Sayfa: 64

Goji berry (*Lycium barbarum* L.) hem geleneksel tıpta hem de modern gıda endüstrisinde önemli bir yere sahip olan sağlık açısından faydalı bir tıbbi bitkidir. Özellikle son yıllarda fonksiyonel gıdalara olan talebin artması ile birlikte bu bitkinin meyveleri ham şekilde veya ekstrakte edilerek farklı gıda ürünlerine dahil edilmektedir. Bu nedenle, bu tez çalışmasında goji berry meyvelerinin yenilikçi ekstraksiyon teknikleri arasında yer alan ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon (ODE) yöntemi kullanılarak ekstrakte edilmesi ve ekstraksiyon parametrelerinin optimize edilmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda, ilk olarak ODE yöntemi için uygulanacak çalışma koşulları Yanıt Yüzey Yöntemi-Box-Behnken deney tasarımı kullanılarak belirlenmiştir. Çalışma esnasında, ohmik ısıtma hazne sıcaklığı (40, 50 ve 60 °C), ohmik ısıtma haznesinde kalma süresi (20, 40 ve 60 dk) ve elektrik alan şiddeti (15, 30 ve 45 V/cm) bağımsız değişkenler olarak belirlenirken toplam fenolik bileşik (TFB), toplam flavonoid bileşik (TFlaB) ve antioksidan aktivite (DPPH) parametreleri ise bağımlı değişkenler olarak seçilmiştir. Yanıt Yüzey Yöntemi ile yapılan optimizasyon sonucunda, optimum koşullar ohmik ısıtma hazne sıcaklığı için 60 °C, ohmik ısıtma haznesinde bekleme süresi için 60 dk ve elektrik alan şiddeti için ise 45 V/cm olarak saptanmış ve modelin istenilebilirlik değeri (d) 0.90 olarak bulunmuştur. Deneysel olarak elde edilen en yüksek TFB, TflaB ve DPPH değerleri sırasıyla 23.83 mg GAE/g, 7.33 mg QE/g ve 24.53 mg TE/g olarak bulunmuştur. Bununla birlikte, optimum koşullar altında elde edilen tahmini TFB, TflaB ve DPPH değerlerinin ise sırasıyla 23.83 mg GAE/g, 7.13 mg QE/g ve 22.65 mg TE/g olduğu görülmüştür. Ek olarak tez çalışmasının ikinci aşamasında ise, farklı proses koşullarında elde edilen tüm ekstraktların polifenolik profilleri LC-MS/MS ile belirlenmiş ve ekstraktlarda en yüksek oranda rutin fenolik bileşiği (208.717-292.843 mg/kg) olduğu saptanmıştır. Elde edilen tüm veriler dikkate alındığında, goji berry meyvesinden maksimum biyoaktif madde ekstraksiyonu için ODE yönteminin dikkate değer bir potansiyele sahip olduğu söylenebilir. Bu nedenle, gelecek çalışmalar için özellikle goji berry meyvesinin ekstraksiyonu aşamasında bu yöntemin tercih edilmesi ve ayrıca farklı tıbbi bitkilerin de ekstraksiyon prosesleri aşamasında ODE yönteminin kullanım potansiyelinin ayrıntılı olarak değerlendirilmesi önerilebilir.

Anahtar Kelimeler: Goji berry, ohmik ısıtma, yenilikçi teknoloji, ekstraksiyon, optimizasyon.

ABSTRACT

M. SC. THESIS

OPTIMIZATION OF PHENOLIC COMPOUND EXTRACTION FROM GOJI BERRY (*Lycium barbarum* L.) FRUIT USING OHMIC HEATING PROCESS

Harun KANTAR

Bayburt University

Institute of Graduate Studies

Department of Organic Agriculture Management

Thesis Advisor: Assoc. Prof. Dr. Nesrin ECEM BAYRAM

Bayburt-2025, Pages: 64

Goji berry (*Lycium barbarum* L.) is a health beneficial medicinal plant that has an important place in both traditional medicine and modern food industry. Especially in recent years, with the increasing demand for functional foods, the fruits of this plant are included in different food products in raw form or extracted. Therefore, in this thesis, it was aimed to extract goji berries using ohmic heating-assisted extraction (OHAE) method, which is one of the innovative extraction techniques, and to optimize the extraction parameters. In this context, firstly, the operating conditions to be applied in the OHAE method were determined using the Response Surface Method-Box Behnken experimental design. During the study, ohmic heating chamber temperature (40, 50 and 60 °C), holding time in the ohmic heating chamber (20, 40 and 60 min) and electric field strength (15, 30 and 45 V/cm) were determined as independent variables, while total phenolic compound (TPC), total flavonoid compound (TFC) and antioxidant activity (DPPH) parameters were selected as dependent variables. As a result of the optimization by Response Surface Method, the optimum conditions were determined as 60 °C for temperature, 60 min for holding time and 45 V/cm for the electric field strength and the desirability value (d) of the model was found as 0.90. The highest experimental results for TPC, TFC and DPPH were found to be 23.83 mg GAE/g, 7.33 mg QE/g and 24.53 mg TE/g, respectively. The predicted values for TPC, TFC and DPPH obtained under optimum conditions were 23.83 mg GAE/g, 7.13 mg QE/g and 22.65 mg TE/g, respectively. In addition, in the second stage of the thesis study, polyphenolic profiles of all extracts obtained under different process conditions were determined by LC-MS/MS, and the highest amount of rutin phenolic compound (208.717-292.843 mg/kg) was detected in the extracts. Considering all the data obtained, it can be said that the OHAE method has a remarkable potential for maximum extraction of bioactive substances from goji berry fruit. Therefore, it can be suggested that this method should be preferred for future studies, especially in the extraction of goji berry fruit, and the potential of using the OHAE method in the extraction processes of different medicinal plants should be evaluated in detail.

Keywords: Goji berry, ohmic heating, innovative technology, extraction, optimization.

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY	II
BEYANNAME	III
ÖN SÖZ	IV
ÖZET	V
ABSTRACT	VI
İÇİNDEKİLER.....	VII
TABLOLAR.....	IX
ŞEKİLLER.....	X
KISALTMALAR.....	XI
SİMGELER.....	XI
GİRİŞ.....	1
BİRİNCİ BÖLÜM.....	4
1. KURAMSAL ÇERÇEVE	4
1.1. YENİ NESİL EKSTRAKSİYON TEKNİKLERİ	4
1.1.1. Hızlı Katı-Sıvı Dinamik Destekli Ekstraksiyon	4
1.1.2. Yüksek Basıncılı Sıvı Destekli Ekstraksiyon.....	5
1.1.3. Enzim Destekli Ekstraksiyon	8
1.1.4. Ultrasonik Destekli Ekstraksiyon.....	9
1.1.5. Süperkritik Akışkan Destekli Ekstraksiyon	12
1.1.6. Mikrodalga Destekli Ekstraksiyon.....	14
1.1.7. Kızılötesi (Infrared) Isıtma Destekli Ekstraksiyon	17
1.1.8. Yüksek Voltajlı Elektrik Deşarjı ve Vurgulu Elektrik Alan Destekli Ekstraksiyon.....	18
1.1.9. Mikro-Ekstraksiyon	20
1.1.10. Ohmik Isıtma Destekli Ekstraksiyon	21
1.2. LİTERATÜR ÖZETİ	23
İKİNCİ BÖLÜM	33
2. YÖNTEM.....	33
2.1. MATERYALLER	33
2.2. BOX-BEHNKEN DENEY TASARIMI VE YANIT YÜZEY YÖNTEMİ İLE OPTİMİZASYON	33
2.3. OHMİK ISITMA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON (ODE).....	34
2.4. ANALİZLER	34
2.4.1. Ekstraktların Toplam Fenolik Bileşik (TFB) Miktarının Belirlenmesi.....	34
2.4.2. Ekstraktların Toplam Flavonoid Bileşik (TFlaB) Miktarının Belirlenmesi.....	35
2.4.3. Ekstraktların Antioksidan Aktivitesinin Belirlenmesi	35
2.4.4. Ekstraktların Bireysel Polifenolik Bileşik İçeriğinin LC-MS/MS ile Belirlenmesi.....	35
2.4.5. İstatistik Analizler	36
ÜÇÜNCÜ BÖLÜM.....	37
3. BULGULAR VE TARTIŞMA	37
3.1. OHMİK ISITMA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU	37
3.1.1. Elektrik Alan Şiddeti, Sıcaklık ve Süre Parametrelerinin Toplam Fenolik Bileşik (TFB) Miktarı Üzerine Etkisi.....	41

3.1.2. Elektrik Alan Şiddeti, Sıcaklık ve Süre Parametrelerinin Toplam Flavonoid Madde Üzerine Etkisi.....	42
3.1.3. Elektrik Alan Şiddeti, Sıcaklık ve Süre Parametrelerinin Antioksidan Aktivite Üzerine Etkisi	45
3.2. OPTİMUM KOŞULLAR	47
3.3. BİREYSEL FENOLİK BİLEŞİK PROFİLİ	48
SONUÇ VE ÖNERİLER	52
KAYNAKÇA.....	53
ÖZ GEÇMİŞ	64



TABLÖLAR

Tablo 1: Ohmik Isıtma Destekli Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu İçin Kullanılan Bağımlı ve Bağımsız Değişkenler	33
Tablo 2: Box-Behnken Deney Tasarımına Göre Elde Edilen Bağımlı Değişkenlere Ait Deneysel Veriler	37
Tablo 3: Regresyon Analizi Sonucu Elde Edilen Denklemler ve İstatistiksel Parametreler	38
Tablo 4: Bağımlı Değişkenlere Ait ANOVA Analiz Sonuçları	39
Tablo 5: Bağımlı Değişkenlere Ait Tahmini Değerler ve İstatistiksel Güven Aralığı (%95)	47
Tablo 6: Farklı Proses Koşullarında Elde Edilen Goji Berry Ekstraktlarının Bireysel Polifenolik Bileşik Profili	50

ŞEKİLLER

Şekil 1: Yüksek Basınçlı Sıvı Ekstraktörü	6
Şekil 2: Ultrasonik Destekli Banyo ve Prob Düzenegi	9
Şekil 3: Ultrasonik Etki Mekanizması	10
Şekil 4: Süperkritik CO ₂ Ekstraksiyon Sistemi	12
Şekil 5: Mikrodalga Etki Mekanizmaları.....	15
Şekil 6: Kızılötesi Dalga Boyları	17
Şekil 7: Katı Faz Mikro-Ekstraksiyon Mekanizması	21
Şekil 8: Ohmik Isıtma Destekli Ekstraksiyon Sistemi Diyagramı	22
Şekil 9: a) Ohmik Isıtma Sisteminin Şematik Gösterimi, b) Ohmik Isıtma Hücresinin Şematik Gösterimi	34
Şekil 10: a) TFB, b) TflaB, c) DPPH Değişkenlerine Ait Deneysel ve Tahmini Değerlerin Uyumunu	40
Şekil 11: TFB Değerlerinin Süre ve Sıcaklık ile Değişimi (EAŞ Sabit Değer=45 V/cm).....	41
Şekil 12: TflaB Değerlerinin a) Süre ve Sıcaklık (EAŞ Sabit Değer=45 V/cm) b) Elektrik Alan Şiddeti ve Sıcaklık (Süre Sabit Değer=60 dk) ile Değişimi	44
Şekil 13: DPPH Değerlerinin Elektrik Alan Şiddeti ve Süre (Sıcaklık Sabit Değer=60 °C) ile Değişimi.....	47

KISALTMALAR

ANOVA	: Analysis of Variance
DPPH	: 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl
USDA	: United States Department of Agriculture
EAŞ	: Elektrik Alan Şiddeti
TE	: Troks Eşdeğeri
TFB	: Toplam Fenolik Bileşik
CAE	: Kateşin Eşdeğeri
QE	: Kuersetin Eşdeğeri
GAE	: Gallik Asit Eşdeğeri
TFlaB	: Toplam Flavonoid Bileşik
YBSE	: Yüksek Basıncılı Sıvı Ekstraksiyonu
EDSE	: Enzim Destekli Sulu Ekstraksiyon
UDE	: Ultrasonik Destekli Ekstraksiyon
ODE	: Ohmik Isıtma Destekli Ekstraksiyon
MDE	: Mikrodalga Destekli Ekstraksiyon
IR	: Kızılötesi Radyasyon

SİMGELER

mm	: milimetre
g	: gram
mg	: miligram
cm²	: santimetrekare
m³	: metreküp
p	: korelasyon katsayısı
MPa	: megapascal
K	: kelvin
C	: santigrat
kHz	: kilohertz
W	: watt
kJ	: kilojul
kg	: kilogram
kV	: kilovolt
R	: ohm
Hz	: hertz
mL	: mililitre

GİRİŞ

Goji berry veya kurt üzümü (wolf berry) olarak da bilinen *Lycium barbarum* L., Solanaceae familyasına ait çok yıllık yaprak döken bir çalı türü olup çoğunlukla Çin'in kuzeybatı bölgesinde yetiştirilmektedir (Wang vd., 2011). Rengi turuncudan koyu kırmızıya kadar değişebilen ve tatlı-keskin bir aromaya sahip olan goji berry, yaz sonunda başlayıp sonbahara kadar hasat edilebilmektedir (Çolak vd., 2019; Ağagündüz vd., 2021). Tuza toleranslı bir bitki olup yüksek tuz konsantrasyonlarında homeostaziyi koruyabilmesi sayesinde tuzlu, çorak ve kurak topraklarda yaygın olarak yetiştirilebilmektedir (Jatoi vd., 2017; Uasuf vd., 2020; Wei vd., 2006; Zhang vd., 2019; Ma vd., 2023). Üretiminin en yüksek olduğu bölge %71.2 ile Asya'dır. Bu oranı %15.8, %8.3, %3.4 ve %1.3 ile sırasıyla Afrika, Amerika, Okyanusya ve Avrupa takip etmektedir.

Goji berry meyvesi, besin bileşimi ve biyoaktif bileşenleri sayesinde son yıllarda "süper gıda" olarak da bilinmekte olup başta Türkiye olmak üzere Asya dışındaki toplumlarda da gün geçtikçe daha popüler olmakta (Yao vd., 2018; Ağagündüz vd., 2021) ve belirgin sağlık koruma işlevi nedeniyle birçok ülkede evrensel sağlıklı bir gıda olarak değerlendirilmektedir. Genel olarak değerlendirildiğinde, goji berry meyvesinde 18 farklı amino asit, 21 farklı mineral madde, flavonoid, protein, polisakkarit ve karotenoid gibi birçok biyoaktif bileşik bulunmaktadır (Gong vd., 2018). Bununla birlikte goji berry meyvesi yüksek miktarda C ve E vitaminlerini de içermektedir (Karioti vd., 2014; Bertoldi vd., 2019). Aynı zamanda çeşitli mineraller (örneğin Cu, Fe ve P) için de iyi bir kaynak olup önemli miktarda omega-3 yağ asitleri içeriğine de sahiptir (Fattore vd., 2016; Bertoldi vd., 2019). Çeşitli çalışmalarda 100 gram taze goji berry meyvesinde toplam 9.12 g karbonhidrat, 4.49 g protein, 2.33 g toplam lipit (yağ), 0.23 mg tiamin, 0.33 mg riboflavin ve 1.7 mg niasin bulunduğu belirtilmektedir (McGuire, 1992; Thaipong vd., 2006; Ağagündüz vd., 2021). Amerika Birleşik Devletleri Tarım Bakanlığı (USDA-United States Department of Agriculture) veri tabanına göre 100 g kurutulmuş goji berry meyvesinin besin öğeleri ve enerji içeriği değerlerine bakıldığında ise 349 kcal enerji, 77.06 g karbonhidrat, 14.26 g protein, 0.39 g toplam lipit (yağ), 13 g diyet lifi ve 0.78 g kül bulunduğu rapor edilmiştir (USDA, 2019; Ağagündüz vd., 2021).

Goji berry meyvesinin hepatit, diyabet, hiperlipidemi, tromboz ve bağışıklık yetmezliği gibi çeşitli biyoaktiviteleri ve farmakolojik etkinlikleri olduğu bildirilmiştir (Jing vd., 2009). Bu gibi biyoaktif ve farmakolojik özellikleri sayesinde son yıllarda goji berry meyvesinin ekim alanı ve üretim verimi önemli ölçüde artmıştır (Yu vd., 2023). Üretilen taze goji berry

meyvelerinin yaklaşık %75-85'i, pazara sunulmadan önce geleneksel sıcak hava yoluyla kurutma, liyofilizasyon veya vakumlu darbeli kurutma teknolojileri ile kurutulmaktadır (Batu ve Kadakal, 2021; Ni vd., 2020; Yu vd., 2020; Yu vd., 2023). Kurutulmuş meyvelerin yanı sıra, goji berry suyu (posa suyu, berrak meyve suyu, katı içecekler, sütlü içecekler, laktik asitle fermente edilmiş içecekler vb.), şarap ve diğer birincil ürünler de goji berry ürünlerinin ana çeşitleri haline gelmiştir (Braga vd., 2019; Liu vd., 2020; Wang vd., 2021; Yu vd., 2023). Ayrıca biyolojik olarak aktif sekonder metabolitleri sayesinde besin takviyesi, uçucu yağ ve fonksiyonel gıda olarak da tüketicilere sunulmaktadır (Lasekan, 2014).

Ekstraksiyon gıda materyallerinden belirli bir bileşiğin ayrılmasını sağlayan bir prosestir. Ekstrakt elde etmek için boyut küçültme, filtrasyon ve evaporasyon gibi yardımcı proseslere de ihtiyaç duyulabilir (Azmir vd., 2013; Živković vd., 2018; Sridhar vd., 2021). Tarihi 4000 yıldan daha eski olan Firavun uygarlığının, katı-sıvı ekstraksiyonu uygulayarak renk ve aroma maddelerini elde etmek için farklı bitki türlerinden yararlanan ilk uygarlık olduğu bilinmektedir. Firavun uygarlığı dini ritüeller için yaygın olarak kullanılan tütsü ekstraktlarında bulunan spesifik koku bileşenlerini keşfetmişlerdir. Yunan ve Roma uygarlıkları da bu alanda büyük keşifler yapmışlardır. Ekstraksiyon prosesinde en çok kullanılan çözücülerden biri olan etanolü ilk damıtanın İbni Sina (980-1037) olduğu kayıtlara geçmiştir. Bu organik çözücü günümüzde gıda, ilaç, parfüm, kozmetik, biyo-yakıt veya kimya endüstrisi alanlarında ekstraksiyon proseslerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Chemat vd., 2020). Bununla birlikte, düşük maliyeti, yüksek bulunabilirliği ve güvenli oluşu nedeniyle su, ekstraksiyon proseslerinde sıklıkla tercih edilen çözücülerden biridir. Fakat suyun yüksek polarite değeri bazı fenolik bileşiklerin ekstraksiyonunda sınırlayıcı etki göstermektedir. Bunu önlemek amacıyla organik çözücülere (etanol, metanol, hekzan vb.) belirli oranda su eklenmektedir. Böylelikle bu sınırlayıcı etki ortadan kalkmakta ve sulu organik çözücüler ekstraksiyon veriminde olumlu etki göstermektedir (Bodoira vd., 2022).

Geleneksel ekstraksiyon yöntemlerinin başında perkolasyon, maserasyon, sokselet ekstraksiyonu ve dekoksasyon gelmektedir. Perkolasyon işleminde gıda materyali çözücü ile karıştırılır ve perkolatöre konulur. Karışıma sürekli çözücü eklemesi yapılarak ekstrakt elde edilir (Rathore vd., 2012). Maserasyon işleminde gıda materyaliyle çözücü belirli bir süre bekletilerek süzülerek ekstrakt elde edilir (Ćujić vd., 2016). Sokselet ekstraksiyonu en çok kullanılan geleneksel yöntemlerin başında gelmektedir. Özellikle yağ ekstraksiyonlarında çok tercih edilmektedir. Bu yöntem yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirildiğinden, sıcaklığa duyarlı bileşiklerin ekstraksiyonunda sorun teşkil etmektedir (Sen vd., 2017). Dekoksasyon işleminde ise gıda materyaliyle çözücü karıştırılır ve bir süre kaynatılıp süzülerek ekstrakt elde edilir

(Hashemi vd., 2019). Geleneksel ekstraksiyon yöntemleri her ne kadar basit, kullanımı kolay ve düşük maliyetli olsa da uzun ekstraksiyon süresi, yüksek miktarda çözücü gereksinimi ve sıcaklığa hassas bileşenlerin ekstraksiyonunda sorunlara neden olmaktadır (Sridhar vd., 2021). Bu dezavantajlardan dolayı yeni nesil yöntemlere ihtiyaç duyulmaktadır.

Yeni nesil yöntemler geleneksel yöntemlerin dezavantajlarını ortadan kaldırmak amacıyla uygulanmaktadır. Bu yöntemlerden biri olan ohmik ısıtma son dönemlerde yaygın olarak kullanılmaya başlamıştır. Ohmik ısıtma, elektrik direnci görevi gören bir gıda maddesinden elektrik akımının geçişine dayanan bir elektro ısıtma yöntemidir. Uygulanan elektrik enerjisi gıdanın içinde anında ısıya dönüştürülür ve miktarı voltaj gradyanı tarafından indüklenen akım ve elektriksel iletkenlik ile ilişkilidir (Sastry, 2008). Ohmik ısıtma, hızlı bir ısıtma mekanizmasına sahiptir ve hızı, işlenecek materyalinin direncine ve uygulanan voltaj gradyanına bağlı olarak değişmektedir. Yöntemde homojen çözücü içinden elektrik akımı geçtiğinden, materyallerin homojen ısınmasını sağlamaktadır. Ohmik ısıtma işlemini başarılı bir şekilde uygulanmasının anahtarı, gıda maddesindeki ısı üretim hızı ve genel elektriksel iletkenliğinden kaynaklanmaktadır (Leizerson ve Shimoni, 2005). Uygulanan daha yüksek voltaj gradyanından kaynaklanan daha yüksek ısıtma hızlarının bir sonucu olarak ısıtma süresi azalır (İçier ve Ilıcalı, 2005).

Bu tez çalışmasında goji berry meyvelerinden ekstrakt hazırlanması aşamasında yeni nesil ekstraksiyon teknikleri arasında sayılan ohmik ısıtma tekniği kullanılmıştır. Literatür incelendiğinde goji berry meyvesinden ODE ile biyoaktif bileşik eldesi üzerine herhangi bir çalışma bulunamamıştır. Bu nedenle tez çalışması için önemli bir fonksiyonel gıda olan goji berry meyvesin ve aynı zamanda ekstraksiyon yöntemi olarak yenilikçi ekstraksiyon yöntemleri arasında yer alan ODE yönteminin seçilmiş olması çalışmanın özgünlüğüne katkı sağlamaktadır. Çalışma kapsamında, ODE koşulları yanıt yüzey yöntemiyle optimize edilerek biyoaktif bileşiklerin maksimum olduğu en uygun koşullar bulunmuştur. Optimizasyonda bağımlı değişkenler olarak antioksidan aktivite ve toplam fenolik-flavonoid bileşik miktarları belirlenmiştir. Bu çalışma, goji berry meyvelerinden ilk kez ODE yöntemi ile biyokatif maddelerin geri kazanımı değerlendirmesi ve sürdürülebilirlik açısından dikkate değer bir öneme sahiptir.

BİRİNCİ BÖLÜM

1. KURAMSAL ÇERÇEVE

1.1. YENİ NESİL EKSTRAKSİYON TEKNİKLERİ

Yeni nesil ekstraksiyon yöntemlerinden en önemlileri hızlı katı-sıvı dinamik, yüksek basınçlı sıvı, enzim, ultrasonik, süper kritik akışkan, mikrodalga, ohmik ısıtma, infrared ısıtma, mikro ekstraksiyon, yüksek voltajlı elektrik deşarjı ve vurgulu elektrik alan destekli ekstraksiyondur (Ameer vd., 2017). Bu yöntemlerin kullanım amaçları ve prensiplerine dair detaylı bilgilere aşağıda yer verilmiştir.

1.1.1. Hızlı Katı-Sıvı Dinamik Destekli Ekstraksiyon

Hızlı katı-sıvı dinamik destekli ekstraksiyon mevcut tüm katı-sıvı ekstraksiyon tekniklerine geçerli bir alternatif olarak görülmekte ve yüksek kaliteli ekstraktlar elde etmede önemli avantajlar sağlamaktadır. Her şeyden önce, gerçekleştirilen eylem mekanik olduğundan, ekstraksiyon sistemini ısıtmak gerekli değildir. Osmoz ve difüzyon ilkelerine dayanan mevcut ekstraksiyon teknikleri (perkolasyon, sokselet, buhar akımı damıtma ve ultrason), ekstraksiyon verimliliğini yükseltmek için sıcaklıkta bir artış gerektirir. Bununla birlikte, sıcaklığa duyarlı bileşikler söz konusu olduğunda, sıcaklıktaki artış, bunların bozulmasına katkıda bulunur (Baldwin vd., 2012). Diğer bir deyişle bu yöntemde oda sıcaklığı altında basınç değişimi yardımıyla ekstraksiyon sağlanmakta ve çözücü olarak su kullanıldığında dahi yüksek ekstraksiyon veriminin elde edildiği bildirilmiştir (Naviglio vd., 2015).

Yapılan bir çalışmada bazı bitki karışımlarının alkol bazlı ekstraktlarının elde edilmesi aşamasında geleneksel maserasyon yöntemi, hızlı katı-sıvı dinamik destekli ekstraksiyon ile karşılaştırılmıştır. Farklı bitki parçalarının üç farklı karışımı her iki yöntemle ekstrakte edilmiş ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Farklı ekstraktlardan elde edilen alkol bazlı ekstraktlara yönelik organoleptik testler, kullanılan iki farklı yöntem için optimum ekstraksiyon süresini belirlemek için kullanılmıştır. Sonuçlar, hızlı katı-sıvı dinamik destekli ekstraksiyon ile elde edilen ekstraktların maserasyonla hazırlanan ekstraktlara göre daha çok beğenildiğini göstermiştir (Naviglio vd., 2014a).

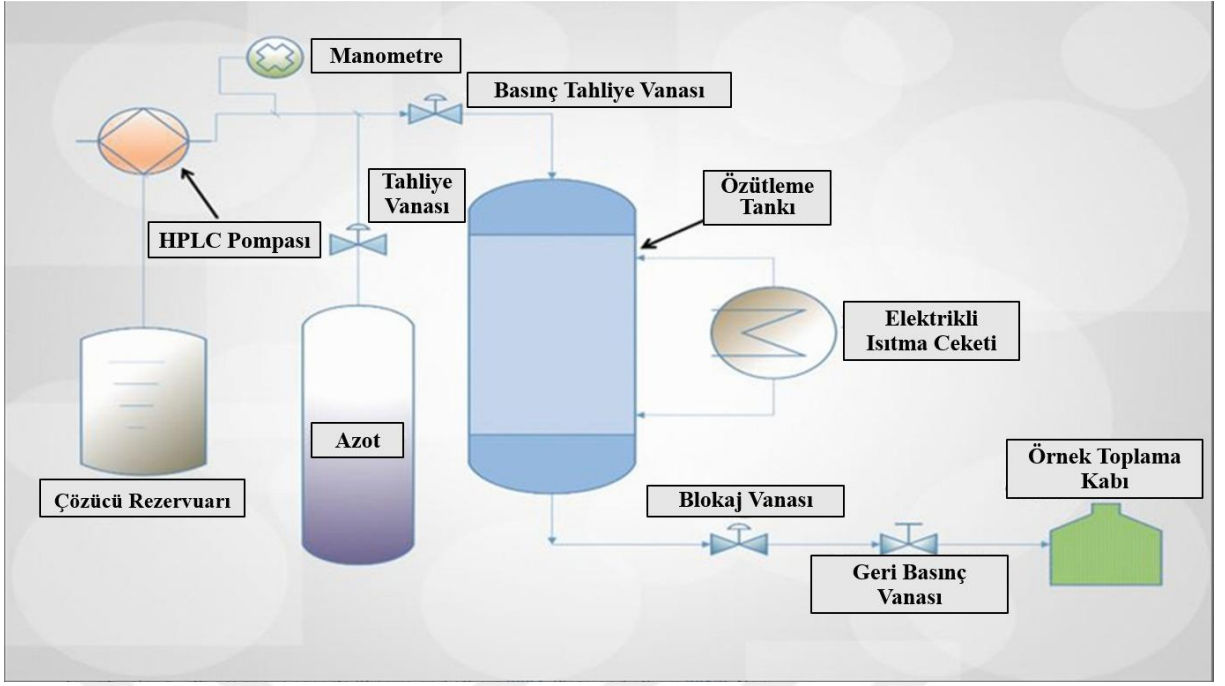
Naviglio vd. (2014b) tarafından yapılan başka bir çalışmada, aynı bitkisel karışımdan Cinchona calisaya ekstraktı elde etmek için ekstraksiyon süreci, geleneksel yöntem olan maserasyon ve yeni nesil yöntemlerden hızlı katı-sıvı dinamik destekli ekstraksiyon ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, geleneksel yöntemle göre hızlı katı-sıvı dinamik destekli ekstraksiyon ile döngüsel ekstraksiyon basıncı kullanarak oda sıcaklığında daha yüksek

verimde ekstrakt elde edildiği rapor edilmiştir. Böylece, ısıyla kolayca tahrip olabilen maddeler üzerinde termal stresi önlemenin mümkün olduğu ve aynı zamanda ekstraksiyon süresinin azaltıldığı bildirilmiştir.

1.1.2. Yüksek Basınçlı Sıvı Destekli Ekstraksiyon

Yüksek Basınçlı Sıvı Ekstraksiyonu (YBSE) kullanılarak, hedeflenen bileşenlerin verimli bir şekilde ekstraksiyonu için sıvı çözücünün matris molekülleriyle etkileşimi ve etkili ekstraksiyon için yükseltilmiş sıcaklık ve basınç kullanımının bir sonucu olarak nispeten daha hızlı bir ekstraksiyon hızı elde edilmektedir. Basıncın artırılması sayesinde, kullanılan çözücülerin atmosferik kaynama noktalarının üzerindeki sıcaklıklarda çalıştırılabilmesi, bitki matrisi ile tercih edilen çözücü arasında artan çözünürlük ve kütle transfer hızlarına olanak tanımaktadır. Sonuç olarak, çözücünün ve bitki matrisinin gelişmiş difüzyon yeteneği daha belirgin ekstraksiyon kinetiğine neden olur. Yükseltilmiş sıcaklığın uygulanması, çözücünün viskozitesini azaltarak bitki matrisine daha iyi etki etmesini sağlamakta ve bu da hedeflenen moleküllerin yüksek çözünürlüğüne yol açmaktadır. Ayrıca, bu yöntem hedeflenen biyoaktif bileşiklerin difüzyonunu kolaylaştırmak için bağ kuvvetlerinin (dipol-dipol, van der Waals ve hidrojen bağları) kırılmasına neden olmakta ve böylece katı matrislerin dış yüzeylerine doğru hareket etmelerini daha da kolaylaştırmaktadır. Sonuç olarak, artan difüzyon hızları yüksek ekstraksiyon verimliliğine ve gelişmiş geri kazanım oranlarına neden olmaktadır (Carabias-Martínez vd., 2005; Wang ve Weller, 2006).

Şekil 1’de, yüksek basınçlı sıvı ekstraktörün temel bileşenleri görülmektedir. Buna göre, ekstraksiyon süreci sırasında, numune ekstraktöre yerleştirilir ve bir pompa yardımı ile ekstraksiyon kabına çözücü pompalanır. Ekstraksiyon hücresine yerleştirilen numune, istenen sıcaklıkta bir elektrikli ısıtma ceketi kullanılarak korunur ve gereken basınca ulaşıncaya kadar bekletilir. İstenen sıcaklık ve basınç değişkenlerinin kombinasyonu sağlandıktan sonra, ekstraksiyon süreci başlar. Birden fazla ekstraksiyon döngüsü içeren ekstraksiyon işlemleri, her ekstraksiyon döngüsünde ekstraksiyon çözücüsünün yenilenmesini gerektirmektedir. Geri basınç nedeniyle, ekstraksiyon döngüsü tamamlandıktan sonra istenen akış hızını korumak için blokaj valfleri uygun bir seviyede dikkatlice açılır. Ekstraksiyon işlemi tamamlandığında, ısıtma sistemi ve pompa kapatılır. Azot gibi inert gazlar, ekstraktör içindeki kalıntı çözücünün çıkarılması için yüksek basınçlı sıvı ekstraktörün temizliğinde tercihe göre kullanılabilir (Ameer vd., 2017).



Şekil 1: Yüksek Basınçlı Sıvı Ekstraktörü (Ameer vd., 2017)

Uygun bir çözücü seçerken, seçim her zaman "benzer benzeri çözer" prensibine göre yapılmaktadır. Bu nedenle, daha yüksek difüzyon ve kütle transfer hızları elde etmek için uygun bir çözücü ve analit kombinasyonu gerekmektedir, bu da verim oranlarının artmasına neden olmaktadır. Bu bağlamda dikkate alınması gereken diğer faktörler, ekonomik yönlerin yanı sıra çözücü güvenliği ve toksisite konusudur (Piñeiro vd., 2004; Plaza vd., 2013). Daha düşük toksisiteye ve kullanım kolaylığına sahip olan zararsız çözücüler en çok tercih edilen kategoridir. “Yeşil” olarak tabir edilen bu çözücüler, ekstraksiyon amaçlı kullanımlarından sonra minimum çevresel etkiye neden oldukları için sıklıkla kullanılmaktadır. YBSE yönteminde, farklı gıda materyallerinden biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonu için çeşitli ikili (karışım) çözücüler kullanılmaktadır. Örneğin, metanol-su veya etanol-su gibi ikili çözücülerin tek başına saf organik çözücülerden (izopropanol, metanol veya etanol vb.) daha etkili ve çevre dostu olduğu belirtilmiştir (Luthria vd., 2007; Mustafa ve Turner, 2011).

YBSE yönteminde istenilen maddenin geri kazanım oranı ve ekstraksiyon verimliliği bitki matris özelliklerinden etkilenmektedir. Burada etkili olan faktörler, hedef bileşiklerin özelliği, ekstrakte edilmek istenen maddenin ikili ekstraksiyon çözücüsü ile etkileşimi, numunelerin partikül boyutu dağılımı ve nem içerikleridir. Bu faktörler, YBSE seçiciliğini etkileyebilir, bu durum bitki matrislerinden elde edilen ekstraksiyon verimini ve dolayısı ile biyoaktif bileşiklerin geri kazanım oranlarını da etkileyebilir (Mustafa ve Turner, 2011). Diğer bir ifadeyle, hedef bileşik ile çözücü arasındaki bağlanma davranışı bitki materyalinin nem içeriğinden etkilenebilmektedir. Ek olarak, materyallerin parçacık boyutu, kütle transfer hızını

ve ekstraksiyon kinetiğini etkileyerek hedeflenen bileşenlerin nihai ekstraksiyon verimlerini değiştirebilmektedir (Carabias-Martínez vd., 2005).

YBSE yönteminin seçiciliğini ve ekstraksiyon verimini etkileyen, koşulsuz en önemli faktörler sıcaklık ve basınçtır. Bu yöntemde, basınç altında yüksek sıcaklıklara erişebilme özelliği nedeniyle, termal enerjinin kullanımı sayesinde moleküler bağlanma kuvvetlerinin üstesinden gelerek matris yapısının bozulmasına yani hücrelerin kolayca parçalanmasına yardımcı olmaktadır (Luthria, 2007). Hedeflenen biyoaktif bileşikler, numune matrisinde bağlı formda bulunmaktadır. Desorpsiyonu sağlamak için matris ve çözücü molekülleri arasındaki kohezif kuvvetleri sınırlamak adına aktivasyon enerjisini azaltmak için yüksek sıcaklıklar kullanılmaktadır. Bitki matrisinin çözücü ile etkileşiminde, yüksek sıcaklık nedeniyle çözücü ve çözünen arasında yüzey gerilimi azalmakta ve yöntemin etkinliği artmaktadır. Yani yüzey gerilimindeki bu azalma, çözücü içinde hedef bileşiklerin çözünmesine izin veren boşluklarının oluşumuna neden olmaktadır. Ayrıca yüksek sıcaklık nedeniyle çözücünün viskozitesi azalmakta, bu durum çözücünün matris içine yüksek penetrasyonuna yol açmakta ve ekstraksiyon verimliliğini artırmaktadır (Wang ve Weller, 2006). Bununla birlikte, yöntemin bir dezavantajı olarak, yüksek basınç uygulamasının, ekstraksiyon işlemi sırasında düşük çözünürlük oranlarına yol açabilen hava kabarcıklarının artışına neden olması söylenebilir (Carabias-Martínez vd., 2005; Mustafa ve Turner, 2011).

Bitkisel materyallerden polifenol ekstraksiyonu için yeşil bir yöntem olarak YBSE yönteminin kullanılması son birkaç yılda popülerlik kazanmıştır. Bu artan eğilim, ekstraksiyon sırasında minimum çözücü kullanımı ve numune ön işlem basamaklarının daha kısa zaman aralıklarında gerçekleştirilmesinden kaynaklanmaktadır (Garcia-Salas vd., 2010; Mustafa ve Turner, 2011). Ju ve Howard (2003)'nin yaptıkları çalışmada YBSE yöntemi, çözücü olarak asitlendirilmiş çözücüler kullanılarak dondurularak kurutulmuş kırmızı üzüm kabuğundan antosiyaninlerin ekstraksiyonu için başarıyla kullanılmıştır. YBSE ile 333.15 K sıcaklıkta ve 10.1 MPa basınçta elde edilen ekstraktlarda 6 çözücü arasından asitleştirilmiş metanolün antosiyaninler ve toplam fenoliklerin geri kazanımında maksimum oranı sağladığı bulunmuştur. Elde edilen sonuçlara göre, YBSE ile çözücü tüketiminde ve ekstraksiyon süresinde önemli bir azalma görüldüğü bildirilmiştir. Daha açık bir ifade ile geleneksel çözücü ekstraksiyonu için 20 dakikalık bir süreye ihtiyaç duyulurken, YBSE ile 3 dakikalık bir ekstraksiyon süresinin yeterli olduğu rapor edilmiştir. Sonuç olarak bu çalışmada, yüksek basınçta uygulanan yöntemin, kırmızı üzüm kabuğundan antosiyaninlerin ve toplam fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu için etkili ve çevre dostu bir teknik olarak uygulanabileceği kanıtlanmıştır.

Brezilya'ya özgü bir bitki olan Jabuticaba'nın kabuğunun zengin bir antosiyanin ve antioksidan kaynağı olduğu bildirilmiştir. Jabuticaba kabuğundan polifenol ekstraksiyonu için en uygun YBSE koşullarını belirlemek üzere yanıt yüzeyi yöntemi kullanılarak bir optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Bağımsız değişkenler, 3 ila 15 dakikalık ekstraksiyon süresi, ekstraksiyon sıcaklığı (313 K ila 393 K) ve basınç (5 MPa ila 10 MPa) olarak belirlenmiştir. Optimizasyonun sonrasında, YBSE yönteminde, geleneksel maserasyon yöntemine kıyasla antosiyaninlerde %13 ve diğer fenolik bileşiklerde %8 geri kazanım oranlarında iyileşmeler olduğunu belirtilmiştir. Optimize edilmiş YBSE işlem değişkenleri, statik modda 9 dakikalık ekstraksiyon süresi, 5 MPa basınç ve 553 K sıcaklık olarak bulunmuştur. Bu çalışmada, geleneksel maserasyona alternatif olarak kullanılabilecek, çevre dostu ve ekonomik açıdan uygun bir teknik olarak YBSE'nin umut verici potansiyelini vurgulanmıştır (Santos vd., 2012).

Santos vd. (2021), yüksek antioksidan ve antibakteriyel aktiviteye sahip feijoa yaprağından ekstrakt elde edilmesinde yüksek basınçlı sıvı ekstraksiyonu ve ikili çözücülü süperkritik akışkan ekstraksiyonu yöntemlerinin verimliliği araştırmıştır. Çevre dostu çözücülerle özelleştirilmiş ekipman kullanılarak YBSE, 40/80 °C sıcaklıkta, dinamik ve statik modda gerçekleştirilmiştir. Süperkritik akışkan ekstraksiyonu ise 30 MPa basınç, 55 °C sıcaklık ve %15 etanol-su ikili çözücülü ile 210 dakika süresince uygulanmıştır. Sonuçlar karşılaştırıldığında, YBSE yöntemi ile elde edilen ekstraktın (80 °C/etanol-su/dinamik) en yüksek toplam fenolik içeriğine sahip olduğu bildirilmiştir.

1.1.3. Enzim Destekli Ekstraksiyon

Çevre açısından güvenli ve verimli bir ekstraksiyon teknolojisi olduğu kadar geleneksel ekstraksiyon yöntemlerine uygun bir alternatif olarak kabul edilen enzim destekli ekstraksiyon, son zamanlarda gıda endüstrilerinde çeşitli fitokimyasalları ekstrakte etmek için kullanılmaktadır. Bitki dokusunda çok çeşitli fitokimyasallar bulunmakta ve bunların bazıları polisakkaritlere veya lignine bağlı olduklarından tek bir yöntem kullanılarak ekstrakte edilememektedirler. Ekstraksiyon öncesi uygulanan enzimatik işlem, bağlı bileşenleri serbest bırakarak ekstraksiyonun daha kolay gelişmesini ve dolayısı ile verimliliği arttırmaktadır (Rosenthal vd., 1996). Ekstraksiyon etkinliğini artırmak ve biyokütle ekstraksiyonunu kolaylaştırmak için ekstraksiyon sırasında selüloz, α -amilaz ve pektinaz gibi spesifik enzimler eklenmektedir (Singh vd., 1999). Enzim bileşimi ve konsantrasyonu, ekstraksiyon çözücü tipi, katı/sıvı oranı, enzim/substrat oranı, pH, ekstraksiyon sıcaklığı ve süresi gibi birçok önemli faktör, enzimlerin hücre duvarı yapısının bozulmasını ve hedef biyoaktif bileşiklerin salınımı üzerinde etkili olabilmektedir. Araştırmacılar, bitki dokularındaki biyolojik olarak aktif

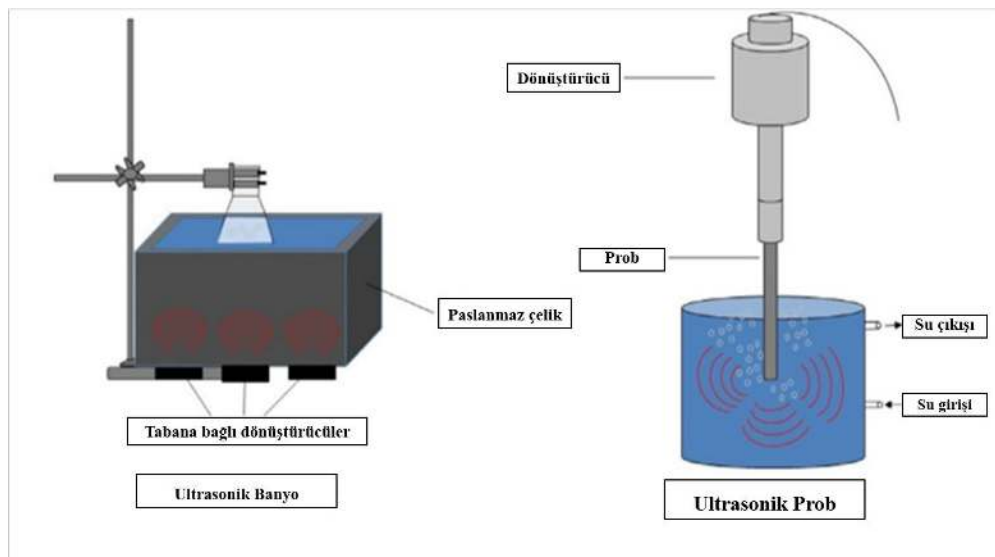
bileşenleri çıkarmak için çoğunlukla iki teknik kullanılmaktadır. Bunlar, enzim destekli sulu ekstraksiyon (EDSE) ve enzim destekli soğuk preslemedir (EDSP) (Latif ve Anwar, 2009).

Boulila vd. (2015)'ne göre, selüloz, hemiselüloz, ksilanaz ve bunların üçlü karışımı uygulanarak defne yaprağından uçucu yağ ekstraksiyonu veriminin artırıldığı rapor edilmiştir. Benzer şekilde Sahne vd. (2017) α -amilaz ve amiloglukosidaz enzimlerinin karışımını kullanarak zerdeçaldan kurkumin ekstraksiyon verimini artırmayı başarmışlardır. Ek olarak, Dünya genelinde en bol bulunan ve polifenol açısından zengin olan şarap üzümü posası olan Syrah üzüm posasında, selüloz ve tanaz ile yapılan enzimatik destekli ekstraksiyon işlemi, fenolik bileşiklerin geri kazanımını (galik, p-kumarik ve sirinik asitlerin %66'sına kadar) ve antioksidan aktiviteyi (%80'e kadar) artırdığı rapor edilmiştir (Meini vd., 2019).

Bununla birlikte, enzimatik destekli ekstraksiyon biyoaktif kimyasal ekstraksiyon açısından çeşitli avantajlar sağlamakla birlikte önemli ticari ve teknik dezavantajlara da sahiptir. Başlangıç olarak, şu anda mevcut enzim preparatları ile matris hücre duvarlarını tamamen hidrolize etmek hala mümkün olmaması fito-biyoaktif kimyasal ekstraksiyon verimlerini sınırlayan bir durumdur (Maric vd., 2018). İkincisi ise, ekstraksiyon sırasında yüksek bir enzim-substrat oranı kullanımında, büyük ölçekli veya endüstriyel ölçekli üretimde maliyet çok yüksek olabilmektedir (Wen vd., 2018).

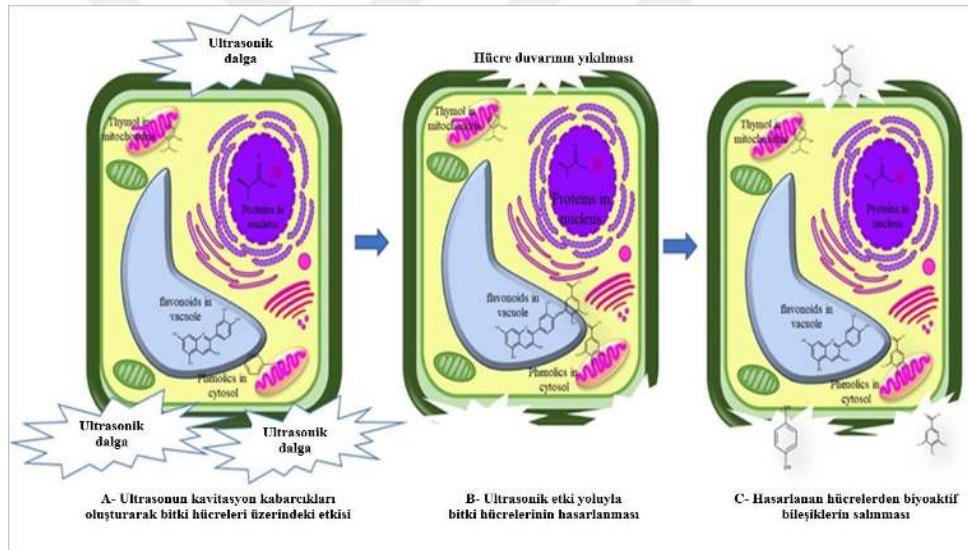
1.1.4. Ultrasonik Destekli Ekstraksiyon

Ultrasonik, insan işitmesinin ötesinde özel bir ses dalgası türü olarak tanımlanmaktadır. Ekstraksiyon işleminde sonikasyonu yürütmek için ultrasonik dalgalarının çalışma frekansları 20 kHz veya üstünde olmalıdır. Ultrasonik destekli ekstraksiyon işlemi çoğunlukla banyo ya da prob uygulamaları ile yapılmaktadır (Şekil 2).



Şekil 2: Ultrasonik Destekli Banyo ve Prob Düzenneği (Marhamati vd., 2020)

Ultrasonik ortam yüksek frekanslara maruz kaldığında, çözücü yardımıyla materyal üzerine yayılan büyük enerji ve basınç yoluyla ultrasonik dalgalar etkilerini üretmekte ve kavitasyona neden olmaktadır. Güçlü ultrasonik dalgalar, bir matris ile etkileşime girerek sıvı ortam içerisinde baloncuk oluşmasına sebep olmaktadır. Oluşan bu baloncuklar, maksimum limitlerine kadar devam eden enerjiyi emmeye devam eder ve daha fazla ultrasonik dalga maruziyeti baloncukların büyümesine ve çökmesine yol açar. Bu çöküş akustik kavitasyon olarak tanımlanmaktadır (Azmir vd., 2013). Bu çöküşün bir sonucu olarak, ultrasonik ortamda her yönde kontrolsüz bir şekilde ortaya önemli miktarda enerji çıkmaktadır. Bu büyük enerji salınımı, ekstraksiyon sırasında kabarcıklar içindeki sıcaklık (5000 K'e kadar) ve basınç (100 MPa) açısından önemli değişikliklere neden olmakta ve bu da sıvı çözünenlerin 280 m/s hızlarda ortama transfer edilmesini sağlamaktadır (Vilkhu vd., 2008; Vázquez vd., 2014). Sonikasyon sırasında ultrasonik dalgalar katı partikülleri parçalar (bozulma) ve inert malzeme katmanlarını kaldırarak ekstraksiyon sırasında çözünen maddelerin kütle transferi için artan bir yüzey alanı sağlamaktadır (Şekil 3).



Şekil 3: Ultrasonik Etki Mekanizması (Yusoff vd., 2022)

Ultrasonik destekli ekstraksiyon işlemi sırasında sıcaklık ve basınç gibi diğer faktörler de etkili olmaktadır. Uygulanan ultrasonik etki düşük sıcaklıklarda bile etkili hücre parçalanması sağlamakta ve bu da geniş bir bitki matrisinden sıcaklığa duyarlı fenolik bileşiklerin çıkarılmasında ultrasonik destekli ekstraksiyonu tercih edilen bir seçenek haline getirmektedir. Ancak, bu sıcaklık değişiminin ekstraksiyon süresindeki değişiklikler nedeniyle ekstraktın geri kazanımı açısından olumsuz olabileceği dikkate alınmalıdır. Bu nedenle, optimizasyon çalışmaları sırasında sıcaklığın dikkatle izlenmesinin çok önemli olduğu vurgulanmaktadır (Wang ve Weller, 2006). Ma vd. (2008), geleneksel ekstraksiyon yöntemi ile ultrasonik destekli yöntemle nazaran daha uzun ekstraksiyon süresine ihtiyaç duyulduğunu ve

yüksek sıcaklık/sürelerde fenolik bileşiklerin termal bozulması nedeniyle narenciye kabuğundan hesperidin veriminde bir düşüş eğilimi olduğunu gözlemlemişlerdir. Ekstrakte edilebilen hesperidin verimi, ultrasonik ekstraksiyonla optimal bir frekansda (60 kHz), 303.15 K sıcaklıkta, 20 dakika ekstraksiyon süresi ve 8W güçte, maserasyon yöntemi ile karşılaştırıldığında (8 saat boyunca uzun süreli ekstraksiyon yöntemi) daha yüksek bulunmuştur (1077.62 mg/g). Fakat ekstraksiyon boyunca ultrasonik destekli ekstraksiyon parametrelerinin aşamalı artışı ile hesperidin geri kazanımının azaldığı belirlenmiştir. Sonuçta optimizasyonun önemine vurgu yapılmış ve optimize edilmiş ultrasonik destekli uygulamaların gerekliliğine dikkat çekmişlerdir (Ma vd., 2008).

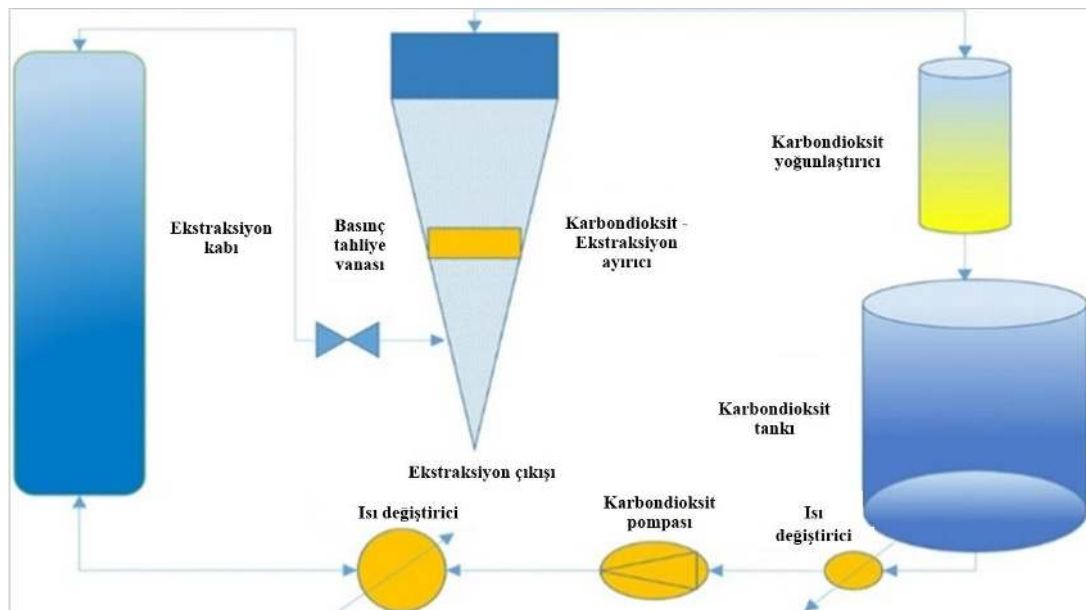
Wang ve Weller (2006) düşük frekansın, ultrasonik destekli ekstraksiyon sırasında artan kavitasyonla ilişkili olduğu bildirilmiştir. Bitki matrislerinden çözünen maddelerdeki artış kütle transferi üzerine olumlu bir etki göstermekte ve verim artışına neden olmaktadır. Bitki matrislerinin gözenekli yapısının da sonikasyon sırasında uygulanan frekanstan etkilendiği görülmüştür. Bu nedenle uygulanacak frekans aralığı ile ilgili çalışmalara ihtiyaç duyulduğunun önemini vurgulamışlardır. Ek olarak, ultrasonik destekli ekstraksiyon yöntemi ile biyoaktif bileşiklerin verimlerinin artırılabilmesi için optimizasyon çalışmalarının gerekliliği rapor edilmiştir.

Rostagno vd. (2003) tarafından dondurularak kurutulmuş soya fasulyesinden izoflavonların ekstraksiyonun etkinliğine ilişkin geleneksel ekstraksiyon ile ultrasonik destekli ekstraksiyonun karşılaştırıldığı bir çalışma yapılmıştır. Ultrasonik destekli ekstraktlarda soya izoflavonlarının ekstrakt veriminin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. 333.15 K sıcaklıkta geliştirilmiş soya izoflavon ekstraksiyonu için optimum ultrasonik destekli ekstraksiyon parametreleri, frekansın 24 kHz, sonikasyon süresinin 20 dakika ve ultrasonik gücün 200 W olduğu koşullar olarak rapor edilmiştir. Bu optimize edilmiş koşullar altında sonikasyonun, geleneksel yöntemle (1098 µg/g) kıyasla soya fasulyesinden izoflavonların ekstrakt verimini (1180 µg/g) artırdığı tespit edilmiştir.

Sonuç olarak ultrasonik destekli ekstraksiyon geleneksel ekstraksiyon tekniklerine göre belirgin avantajları bulunmakta ve modern yeşil bir ekstraksiyon tekniği olarak polifenol geri kazanımı için daha uygun olduğu bildirilmektedir. Ultrasonik destekli ekstraksiyonu geleneksel tekniklerden ayıran özellikler arasında, düşük çözücü tüketimi, bitki matrisinden bağlı formda bileşenlerin kolaylıkla geri kazanımı, polifenollerin hızlı ve yüksek kalitede geri kazanım oranları ve ultrasonik destekli ekstraksiyon yönteminin ekipman ve altyapı maliyet-etkililiği nedeniyle düzenli analizler için daha uygun olduğu yer almaktadır (Wang ve Weller, 2006; Vilkhv vd., 2008).

1.1.5. Süperkritik Akışkan Destekli Ekstraksiyon

Süperkritik akışkan, belirli kritik sıcaklık ve basınç parametrelerinde hem sıvı hem de gaz özelliğini gösteren farklı bir fazda bulunan akışkandır. Süperkritik akışkanlar aynı anda sıvı ya da gaz fazlarının özelliklerini taşıdığı için ekstraksiyon proseslerinde birçok avantaj sağlamakta ve bu nedenle çözücü olarak tercih edilmektedir (Pereira vd., 2010). Süperkritik akışkan olarak en çok tercih edilen çözücü CO₂'dir. CO₂ ekonomik oluşu, genel olarak güvenli kabul edilişi ve kendine özgü ekstraksiyona olumlu etki eden özellikleri nedeniyle en yaygın kullanılan süperkritik çözücüdür (Khosravi-Darani, 2010). Süperkritik CO₂ diğer çözücülere nazaran nispeten düşük kritik sıcaklık ve basınca sahip olduğundan ($T_c < 278.15 \text{ K}$ ve $P_c = 5.7 \text{ MPa}$) daha kolay elde edilebilmektedir. Yöntemin şematik gösterimi Şekil 4'de verilmiştir. Süperkritik ekstraksiyon işleminde, öncelikle bitki materyali ekstraksiyon kabına alınmaktadır. Sonrasında ise istenilen ekstraksiyon koşullarının sağlanabilmesi için ekstraksiyon kabına sıcaklık kontrol cihazı ve basınç tahliye vanası eklenmektedir. Bu aşamadan ekstraktör içerisine süperkritik CO₂ pompalanmaktadır. Bitki materyali ile süperkritik CO₂ etkileşime girdiğinde, süperkritik fazın getirdiği olumlu özellikler sayesinde hızlı bir şekilde ekstraksiyon gerçekleşmektedir. Ekstraksiyon sonunda ortamdan süperkritik CO₂'i ayırabilmek için ufak basınç değişimleri yapmak gerekmektedir. Çözücüyu soğutmak için CO₂ pompasının girişine ve çıkışına ısı eşanjörleri yerleştirilir. CO₂ ekstrakt ayırıştırıcısında sıcaklık-basınç değerleri ayarlanarak çözücünün çözme gücü düşürülür. Böylelikle çözücünün içinde çözünmüş olan bileşikler CO₂ ekstrakt ayırıştırıcısının altındaki valf yardımıyla çözücünden ayrılır. Bu işlem maksimum bileşik eldesi sağlanana kadar döngüsel olarak devam ettirilmektedir (Wang ve Weller, 2006).



Şekil 4: Süperkritik CO₂ Ekstraksiyon Sistemi (Ameer vd., 2017)

Bu yöntemde süperkritik akışkan seçimi ekstraksiyon etkinliğini etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Su yüksek ekstraksiyon verimine rağmen polar bileşikler söz konusu olduğunda özellikle fenolik bileşikler için uygun bir seçim olmayabilir. CO₂ ise polifenollerin çözünürlüğünün düşük olması sebebiyle tek başına kullanılması uygun değildir (King, 2014). Bu olumsuzlukları ortadan kaldırmak, fenolik bileşiklerin çözünürlüklerini ve geri kazanım oranlarını artırmak için süperkritik CO₂'e diğer çözücüler eklenebilmektedir. Bu çözücülerden en yaygın kullanılanları etanol, metanol, etil eter ve sudur (Pereira vd., 2010; Azmir vd., 2013). Etanolün düşük toksik etkisi ve polifenollerin ekstraksiyonunda daha yüksek seçiciliğe sahip olması sebebiyle diğer çözücülere göre daha iyi bir seçenek olduğu bildirilmiştir. Suyun süperkritik CO₂'de çözünürlüğü düşük olduğundan dolayı ikili karışım olarak kullanımları çok avantajlı değildir. Çözünürlüğü artırmak için çözücü olarak etanol su ikilisi birlikte kullanılabilir (Wang ve Weller, 2006; King, 2014). Parçacık boyutu süperkritik ekstraksiyon işlemi üzerinde etkili olan diğer faktörlerdendir. Parçacık boyutunun ekstraksiyon işleminde çözünen bileşiklerin kütle transferini etkilediği için polifenol geri kazanım oranını etkilemektedir (Pereira vd., 2010).

Süperkritik ekstraksiyon yöntemi gıda sektöründe yaygın olarak uygulanmaktadır. Toksik organik kirleticilerin kullanımını sınırlaması, çevre dostu bir yöntem olma potansiyeli, daha hızlı ekstraksiyon uygulamasına imkân tanınması, karşılaştırılabilir verimler ve organik yardımcı çözücü kullanımına elverişli olması gibi ayırt edici özellikler süperkritik akışkan yönteminin yaygın olarak kullanılmasını sağlamaktadır (Pereira vd., 2010; De Melo, 2014). Zuo vd. (2008) soya fasulyesi küspesinden soya fasulyesi izoflavonlarının (daidzein, genistein ve daidzin) ekstraksiyonunda yardımcı çözücü (sulu metanol) konsantrasyonun ve çeşitli çalışma koşullarının (kritik basınç, kritik sıcaklık ve süper kritik CO₂ akış hızı) etkilerini araştırmıştır. Süperkritik ekstraksiyon yöntemi, izoflavon geri kazanımı açısından geleneksel sokselet ekstraksiyon yöntemiyle karşılaştırılmıştır. Bu çalışmada maksimum izoflavon %87.3 lük verimle, %80 sulu yardımcı çözücülerle 313.15 K kritik sıcaklıkta, 50 MPa kritik basınçta, optimum parçacık boyut aralığı 20 ila 30 gözenekte (mesh) ve süperkritik CO₂ akış hızının 9.80 kg/saat olduğu koşullarda elde edilmiştir. Süperkritik ekstraksiyon yönteminde optimum işlem süresi 150 dakika iken geleneksel sokselet ekstraksiyon yönteminde 240 dakika olarak belirlenmiştir. Aynı zamanda süperkritik ekstraksiyon yönteminde verimin yaklaşık %10.2 daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

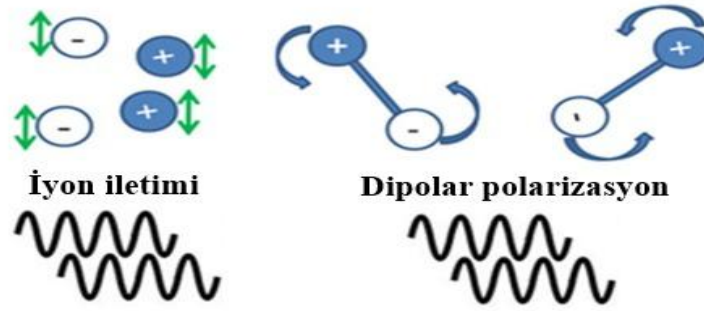
Romano vd. (2022) narenciye (portakal, mandalina ve limon) kabuklarından süperkritik ve sıvı CO₂ koşullarında çeşitli oranlarda (%10 ve %20) yardımcı çözücü (etanol) kullanılarak biyoaktif bileşikler ekstrakte etmişlerdir. Bu çalışmada en yüksek verimler, hem sıvı CO₂ (20

MPa basınç ve 20 °C sıcaklık) hem de süperkritik CO₂ (30 MPa basınç ve 60 °C sıcaklık) ekstraksiyonunda yardımcı çözücü olarak %20 etanol kullanıldığında elde edilmiştir. En yüksek naringin ekstraktı sıvı CO₂ ve %20 etanolle yapılan koşullarda portakal kabuğundan 32.26, mandalina kabuğundan 44.05 ve limon kabuğundan 19.86 mg/g olarak elde edilmiştir. Bu bulgular sıvı CO₂ ekstraksiyonunun süperkritik CO₂ ekstraksiyonuna göre daha yüksek verim sağladığını göstermiştir.

Tuhanioglu ve Ubeyitiogulları (2022) sorgum bitkisinin kepeğinden süperkritik CO₂ yöntemiyle ve yardımcı çözücü (etanol-su) kullanılarak yüksek değerli yağları ve fenolik bileşikler ekstre etmişlerdir. Ekstraksiyon koşulları sıcaklık (20-1000 °C), basınç (20-40MPa), ekstraksiyon süresi (0.5-5 saat) ve yardımcı çözücü (etanol veya etanol-su) olarak belirlenmiştir. En yüksek yağ verimi yardımcı çözücü kullanılmayan süperkritik CO₂ yönteminde 40 MPa basınç ve 60 °C sıcaklıkta (%6.2) elde edilmiştir. En yüksek toplam fenolik ve flavonoid verimi ise süperkritik CO₂ yönteminde 40 MPa basınç ve 40 °C sıcaklıkta yardımcı çözücü olarak %15'lik etanol-su kullanılarak 150 mg GAE/100 g kuru madde ve 99.6 mg CE/100 g kuru madde olarak bulunmuştur. Bu çalışmaların nihayetinde, süperkritik akışkanların organik çözücülerle desteklenerek ekstraksiyon koşullarının uygulanmasının, özellikle biyoaktif bileşik verimini olumlu etkilediği sonucuna varılmıştır.

1.1.6. Mikrodalga Destekli Ekstraksiyon

Mikrodalga destekli ekstraksiyon, ham bitkilerden veya yan ürünlerinden doğal bileşiklerin elde edilmesini sağlayan verimli ve umut verici bir yöntem olarak bilinmektedir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi, geleneksel tekniklere kıyasla benzer veya daha iyi verimlerle polifenollerin hızlı ve etkili ekstraksiyonunu sağlamaktadır (Abdel-Aal vd., 2014). Mikrodalga destekli ekstraksiyon etki mekanizması elektromanyetik dalgaların ısı enerjisine dönüşümü ile açıklanmaktadır. Bu mekanizmalar dipolar rotasyon ya da iyonik parçacıkları göçü ile gerçekleşmektedir (Şekil 5). Gıda materyallerinde en çok bulunan polar bileşik sudur ve mikrodalga enerjisi ile su molekülleri kinetik harekete başlamakta ve bir süre sonra bu kinetik enerji ısı enerjisine dönüşmektedir. Bu olaya dipolar rotasyon adı verilmektedir. İyonik parçacıkları göçü ile materyal içindeki farklı kutuplara sahip iyonların mikrodalga enerjisi ile kinetik enerjilerinin ısıya dönüşmesi ile açıklanmaktadır. Mikrodalga destekli ekstraksiyonun, geleneksel çözücü ekstraksiyonuna göre avantajları, ekstraksiyon süresinin azaltılması, verimin artırılması, homojen ısıtma ve ısıya dayanıksız bileşenler için uygun olmasıdır (Delazar vd., 2012; Azmir vd., 2013).



Şekil 5: Mikrodalga Etki Mekanizmaları (Gude vd., 2013)

Mikrodalga destekli ekstraksiyon süreci, bitkilerden özellikle polifenoller olmak üzere fitokimyasalların verimli bir şekilde ekstraksiyonunu sağlamak için birkaç adımdan oluşmaktadır (Veggi vd., 2013). Mikrodalga destekli ekstraksiyon boşluklu bir magnetronun elektromanyetik dalgaların üretilmesiyle başlamaktadır. Bitkilerin dokuları ve hücre duvarları ve bitki matrisindeki yan ürünleri, yayılan radyasyon dalgaları ile etkileşime girer. Bu etkileşim, elektromanyetik dalgaların karakteristik fotonik enerjisinin emilmesi nedeniyle bitki matrisi içinde hapsolmuş nemin ısınmasına neden olur (dipolar rotasyon prensibi ile). Elektromanyetik enerji, bitki matrisinden nemin buharlaşmasını sağlar ve bu durum, mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi sırasında hücrelerin şişmesine neden olur. Bu şişme sonunda bitki matrisinde yapısal değişiklikler meydana gelir ve hücrelerin patlaması, bitki hücresel matrisine fitokimyasalların kütle transferini kolaylaştırmaktadır (Delazar vd., 2012; Azmir vd., 2013; Veggi vd., 2013).

Fenolik bileşik ekstraksiyonu işlemi sırasında, yüksek mikrodalga güç seviyeleri, ısıya dayanıklı bileşenlerin bozulması nedeniyle düşük geri kazanım oranlarına neden olabilmektedir. Mikrodalga gücünde artışın çeşitli bitki matrislerinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyon oranlarının belirli seviyelere kadar arttığı ve ardından ekstraksiyon verimlerinde bir düşüş eğilimi gösterdiği belirtilmektedir (Chan vd., 2011). Sonuç olarak her bir ürün için uygun mikrodalga gücünün tespiti önem arz etmekte ve bu amaçla konu ile ilgili optimizasyon çalışmaları güncelliğini korumaktadır.

Tsubaki vd. (2010) oolong çayından toplam fenolik ekstraksiyonu için mikrodalga destekli yöntem kullanmışlardır. Mikrodalga gücündeki artış neticesinde gerçekleşen sıcaklıktaki artışla birlikte toplam fenolik bileşik içeriğinin arttığını ve optimum ekstraksiyon veriminin 443.15 K sıcaklıkta elde edildiğini rapor etmişlerdir. Sıcaklığı daha fazla artması ile toplam fenolik bileşik veriminde azalış görüldüğü bildirilmiştir, bu da bitki matrislerinden

hedeflenen bileşiklerin yüksek ekstraksiyon verimlerinde eldesi için optimal bir mikrodalga güç ve sıcaklık kombinasyonunun önemini doğrulamaktadır.

Kurutulmuş bitki matrisleri söz konusu olduğunda, su ile ön işlemin mikrodalgaların ısıtma etkisini belirli bir noktaya kadar arttırdığı rapor edilmiştir. Bitki matrisinde bulunan nemin ısınmasının ekstraksiyon işlemi ilerledikçe artmaya devam ettiği ve daha yüksek buharlaşma oranlarıyla sonuçlandığı belirtilmiştir. Hücrelerin patlaması nedeniyle bitki moleküllerinden polifenollerin salınmasına izin vererek ekstraksiyon hücresi içindeki iç basıncın daha da artmasına neden olmakta ve fenolik bileşiklerin daha yüksek ekstraksiyon verimi eldesini sağlamaktadır. Bitki matrislerindeki yüksek nem içeriği, çözünen moleküllerin difüzyonunu iyileştiren hidrolizasyon eğilimini desteklemektedir (Alfaro vd., 2003; Wang ve Weller, 2006; Mandal vd., 2007; Azmir vd., 2013).

Su ile organik çözücülerin ikili çözeltilerinin, ekstraksiyon verimliliği üzerinde arzu edilen bir etkiye sahip olduğu rapor edilmiştir. Bu bağlamda, organik çözücülerde suyun mevcudiyetinin, çözücünün katı moleküllere daha fazla nüfuz etmesine yol açarak mikrodalga ısıtmayı desteklemekte ve tek başına organik çözücüler kullanan mikrodalga destekli ekstraksiyon ile karşılaştırıldığında, genel verimlilik ve ekstraksiyon süresi üzerinde olumlu bir etki sağladığı rapor edilmiştir (Alfaro vd., 2003; Wang ve Weller, 2006).

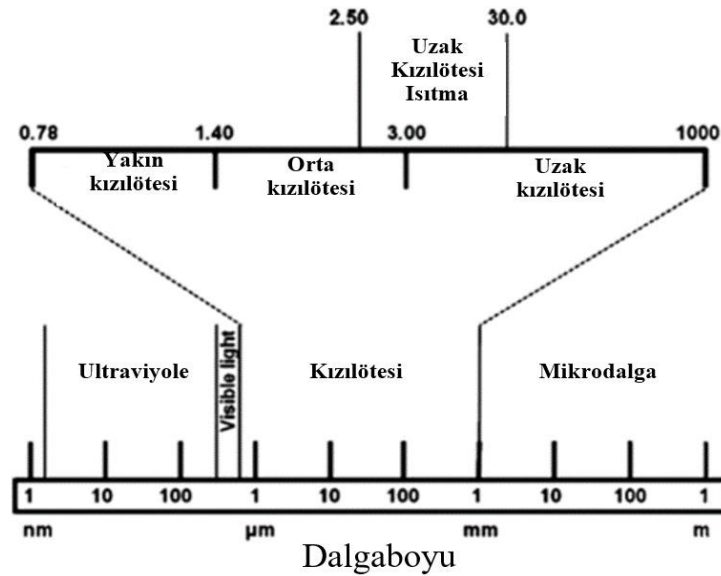
Dhobi ve Hemalatha (2009), *Silybum marianum*'un köklerinden silybinin (bir flavonolignan) ekstraksiyonu için mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemini geleneksel yöntemlerle, yani maserasyon ekstraksiyon (24 saat), çözücü ekstraksiyon (12 saat) ve metanolik çözücü ekstraksiyon (24 saat) yöntemleriyle karşılaştırılmıştır. Artan kütle transferi nedeniyle mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde edilen ekstraktın, metanolik çözücü ekstraksiyon (%35), maserasyon (%26.3) ve çözücü ekstraksiyonundan (%79.6) elde edilen ekstraktlara kıyasla en yüksek verime (%97.3) sahip olduğu bildirilmiştir. Araştırmacılar, optimum mikrodalga destekli ekstraksiyon koşullarının 600 W mikrodalga gücü, etanol-su (%80 v/v) karışımı ve 12 dakikalık ekstraksiyon süresi ve 25:1 mL/g çözücü:katı oranı olduğu rapor edilmiştir.

Rodsamran ve Sothornvit (2019) mikrodalga destekli ekstraksiyon (MDE) ve ultrasonik destekli ekstraksiyon (UDE) yöntemiyle misket limonu kabuğu atıklarından doğal fenolik bileşikler ekstraksiyonu için çalışma yapmışlardır. Toplam fenolik içerik ve antioksidan aktivite üzerine her ekstraksiyon parametresinin etkisini tahmin etmek için üç seviyeli ve üç faktörlü bir Box-Behnken tasarımına sahip bir yanıt yüzeyi metodolojisi kullanılmıştır. MDE için optimum koşullar, %55 etanol konsantrasyonu, 140 W mikrodalga gücü, 45 saniye ekstraksiyon süresi ve 8 tekrar olarak bulunmuştur. Buna karşın UDE için optimum koşullar,

%55 etanol konsantrasyonu, %38 genlik ve 4 dakikalık ekstraksiyon süresi olarak belirlenmiştir. Bu çalışma sonucunda UDE yöntemin, MDE yöntemine kıyasla yüksek antioksidan aktivite ve yaklaşık %33 oranında bir zaman tasarrufu sağladığı ve ayrıca toplam fenolikleri (54.4mg GAE/g) ekstre etmek için daha etkili bir yöntem olduğu bildirilmiştir.

1.1.7. Kızılötesi (Infrared) Isıtma Destekli Ekstraksiyon

Kızılötesi radyasyon (IR), elektromanyetik spektrumun ağırlıklı olarak güneşin ısınma etkisinden sorumlu olan bir parçasıdır ve mikrodalgalar ile ultraviyole ışın arasında bulunmaktadır. Kızılötesi dalga boyuna göre yakın kızılötesi (dalga boyu 0.78– 1,4 μm), orta kızılötesi (dalga boyu 1.4–3 μm) ve uzak kızılötesi (dalga boyu 3–1.000 μm) (Şekil 7) olmak üzere üç kategoriye sahip bir elektromanyetik dalgadır. Dalga boyu arttıkça (daha yüksek enerji) penetrasyonu azalmaktadır (Riadh vd., 2015).



Şekil 6: Kızılötesi Dalga Boyları (Riadh vd., 2015)

Su ve birçok diğer organik bileşiğin emilim dalga boyu 2.5 μm 'den daha büyük olduğu için, bu çözücüler uzak kızılötesi ekstraksiyon teknolojisinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Aboud vd., 2019). Bitki materyallerindeki enerjinin emilimi ve dönüşümü, kızılötesi radyasyonun absorpsiyon dalga boyuna ve malzemenin emilim özelliklerine bağlı olarak değişmektedir (Xu vd., 2017). Kızılötesi, bitki materyalinin moleküllerinin titreşimle uyarılmasına (bükülme, sallanma ve gerilme) neden olur ve bu da hücre içindeki sıcaklığın artmasına neden olarak sıvının buharlaşmasına ve dokuların yırtılmasına sağlamaktadır (Ogundele ve Kayitesi, 2019). Çözücünün özellikleri de kızılötesi radyasyon sırasında değişebilmektedir. Örneğin, suyun dielektrik özellikleri, yüzey gerilimi, viskozitesi ve polaritesi, kızılötesi radyasyon sonrasında azalabilir. Dolayısıyla, sıcaklıktaki artış nedeniyle

bazı polar bileşiklerin sudaki çözünürlüğü artmakta ve bu durum da hedef bileşiklerin kütle transferini geliştirmektedir (Zhang vd., 2020). Daha yüksek sıcaklık ayrıca hedef bileşiklerin matristen salınmasını kolaylaştırmakta ve hedef bileşiklerin iç ve dış difüzyonunu hızlandıran spesifik kimyasal reaksiyonları ve moleküler difüzyonu desteklemektedir (Chan vd., 2014; Escobedo vd., 2016). Geleneksel ekstraksiyon yöntemleriyle karşılaştırıldığında, kızılötesi destekli ekstraksiyonda kullanılan radyasyonla ısıtma işlemi, ısı transfer verimliliğini artırmakta ve enerji sarfiyatını azaltmaktadır. Geleneksel ısıtma işleminde ısı, termal çözücünün konveksiyonu yoluyla hücre veya doku yüzeyine etki ederek hedef bileşiğin dışa doğru difüzyonunu desteklemektedir. Bu işlem, düşük bir ısı transfer oranına sahiptir ve numune yüzeyinin sertleşmesine ve kütle transferinin azalmasına neden olabilir. Buna karşılık, kızılötesi ısıtma, numunenin yüzeyine nüfuz edebilir ve iç matris üzerinde hareket edebilir, böylece hücre ve çevresi aynı anda ısıtılabilir. Bu durum, materyalin homojen ısınmasına ve yüksek ısı transfer hızı ile geçici bir sıcaklık gradyanı oluşmasına neden olmaktadır (Xiang vd., 2022).

Cai vd. (2011), üzüm çekirdeklerinde prosiyanidin B₂, epikateşin ve kateşin konsantrasyonlarını belirlemek için kızılötesi destekli ekstraksiyon işlemi kullanmıştır. Optimum ekstraksiyon koşulları altında prosiyanidin B₂, epikateşin ve kateşin miktarları sırasıyla 12.10, 30.04 ve 47.88 mg/g olup, sıcak çözücü ekstraksiyonu (geleneksel yöntem) kullanılarak elde edilenlerden önemli ölçüde daha yüksek bulunmuştur (prosiyanidin B₂, 7.23 mg/g; epikateşin, 25.95 mg/g; kateşin, 30.66 mg/g). Tang vd. (2012), hanımeli (Lonicera spp.) klorojenik asidi geri kazanmak için kızılötesi destekli ekstraksiyon teknolojisini kullanmış ve geri kazanım oranı, sıcak çözücü ekstraksiyonundan (geleneksel yöntem) elde edilenden daha yüksek bulunmuştur.

Kayısı posasından polifenol ekstraksiyonuna ilişkin yapılan başka bir çalışmada katı-sıvı, kızılötesi, mikrodalga destekli ve ultrason destekli ekstraksiyon gibi farklı ekstraksiyon yöntemleri ile karşılaştırılmıştır (Cheaib vd., 2018). Kızılötesi destekli ekstraksiyon ile elde edilen polifenol verimi, mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrason destekli ekstraksiyondan ve katı-sıvı ekstraksiyonu elde edilenlerden çok daha yüksek bulunmuştur. Sonuç olarak, kızılötesi destekli ekstraksiyon yönteminin, biyoaktif bileşik eldesinde geleneksel ve diğer yenilikçi yöntemlere kıyasla daha uygun olduğu görülmüştür.

1.1.8. Yüksek Voltajlı Elektrik Deşarjı ve Vurgulu Elektrik Alan Destekli Ekstraksiyon

Termal olmayan proseslerden elektrik alanın kullanıldığı işlemlerde, çözücü geçirgenlikleri önemli ölçüde artana ve hücre içi fitokimyasallar çözücü içinde çözünür hale gelene kadar bitki duvarlarında ve hücre zarlarında fiziksel strese neden olmak için farklı

değerlerde elektrik alanı uygulanmaktadır. Termal olmayan elektrostimülasyonunun amacı, kütle transferini iyileştirmek ve böylece enerji, zaman ve çözücü gereksinimlerinden tasarruf etmektir. Son zamanlarda, bitki atıklarının ve yan ürünlerinin değerlendirilmesi için yeşil kimya ekstraksiyon uygulamalarına tamamen uyumlu birkaç elektroteknik geliştirilmiştir (Vorobiev ve Lebovka, 2010). Bunların en önemli ikisi vurgulu elektrik alan ve yüksek voltajlı elektrik deşarj yöntemleridir.

Vurgulu elektrik alanı teknolojisinde, 140 veya 220 V'dan 1000 ve hatta > 25000 V'a kadar artan darbeler, birkaç mikro saniyeden birkaç yüz saniyeye kadar, numunenin içinde olduğu kapalı bir hücreye verilmektedir. Elektrik potansiyelinin değişimi ve vurgu sayısına bağlı olarak hücre zarı zorlanarak, tahrip edilmektedir. Hücre zarı bir kez zayıfladığında, vurgulu elektriksel işlem, çözünen geçirgenliğinde artışa neden olmakta ve bitkiden biyoaktif bileşiklerinin ekstraksiyonunu hızlandırmaktadır (Vorobiev ve Lebovka, 2006; Soliva-Fortuny vd., 2009; Boussetta vd., 2013; Rodríguez De Luna vd., 2020). Genel olarak, elektrik darbelerinin yoğunluğuyla birlikte, gözenek boyutu ve hücre duvar/zar tahribatı arttığından, elektrik alan/kütle oranı vurgulu elektrik alan ekstraksiyonların etkinliğini yöneten ana faktördür (Peiró vd., 2019; Rodríguez De Luna vd., 2020).

Bitki hücrelerinde elektrik darbeleri sayesinde iç gözeneklerin oluşumu artar ve bozulma eğilimine girmektedirler. Gözenek boyutları, elektrik alanlarının yoğunlukları ile ilişkilendirilmiştir. Böylece, elektrik alanlarının daha düşük yoğunlukları küçük gözenekler üretirken, daha yüksek yoğunluklar geri dönüşü olmayan hücre parçalanmasına ve daha büyük gözeneklere yol açar. Bu işlem aynı zamanda, dışarıdan uygulanan bir elektrik alanının etkisiyle hücre zarının geçirgenliği olarak tanımlanan elektroporasyon olarak da bilinir. Daha yüksek doku hasarının hem geçirgenliği hem de elektroporasyonu arttırdığı sonucuna varılmıştır. Hücre hasarı ile birlikte fitokimyasalların çözücüye geçişi hızlanmaktadır (Chen vd., 2004; Soliva-Fortuny vd., 2009). Vurgulu elektrik alanın çözücü ekstraksiyonu ile kombinasyonu, sıcaklık ve pH koşullarının değişimi sayesinde fenoliklerin geri kazanılmasında oldukça başarılı olmuştur. Literatür incelendiğinde, patates kabukları, üzüm yan ürünleri ve asma sürgünleri, erik ve üzüm kabukları, keten tohumu kabukları, portakal ve limon kabuk artıkları veya zeytin ezmesi gibi materyallerin vurgulu elektrik alan destekli polifenol ekstraksiyonu, atık değerlendirme konusunda oldukça önemli örnekler oldukları görülmüştür (Gil-Martín vd., 2022).

Bitki matrislerinde hedef bileşenlerin ekstraksiyon kinetiklerini geliştirmek için kullanılan diğer bir termal olmayan ön işlem elektro teknolojisi, yüksek voltajlı elektrik deşarjı tekniğidir. Geleneksel ekstraksiyon yöntemlerine makul bir alternatif olarak kabul edilen bu

yöntemin prensibi, prosedürü ve ekipmanı, elektrik deşarjlarının küçük bir noktada meydana gelmesi dışında vurgulu elektrik alan yöntemine çok benzemektedir (Li vd., 2019). İki elektrottan uygulanan yoğun elektrik alanları (20–40 kV), çözücü aracılığıyla numuneye yayılır ve belirli bir potansiyel eşiğin üzerinde, hücre duvarı ve zarının elektroporasyonu gerçekleşmektedir (Mahnič-Kalamiza vd., 2014). Bu fiziksel etkinin kaynağı, daha sonra yüksek genlikli türbülans/kavitasyon şok dalgaları, ultraviyole radyasyon ve ohmik (Joule) ısıtmasının eşlik ettiği yoğun elektrik alanları tarafından oluşturulan anottan katoda elektrik akışı üzerinde su moleküllerinin parçalanmasıdır (Locke vd., 2006; El Darra vd., 2013). Elektroporasyon, hücresel bileşiklerin difüzyonunu artırır ve ekstraksiyon süresini azaltır. Bununla birlikte, yüksek enerjili elektrik deşarjı ve ark oluşumu, henüz tam olarak karakterize edilmemiş olan elektrokimyasal ve kimyasal reaksiyonlara (örneğin reaktif radikaller ve hidrojen peroksit veya ozon oluşumu) neden olur ve hedef türlerin kimyasal bütünlüğü ve biyotransformasyonunun yaşanabilirliği açısından önemlerinin anlaşılması için ele alınması gereken konulardır (Saulis vd., 2015). Bu yöntem kullanılarak yapılan bir çalışmada, üzüm posasından polifenol ekstraksiyonu ve antioksidan aktivite değerleri araştırılmıştır. Sonuçta uygulanan elektrik enerjisi 80 kJ/kg'ye kadar artırıldığında, %30 sulu etanol içinde 60 °C'de 30 dakikalık ekstraksiyon sonucunda maksimum verime ulaşılmıştır. Bunun üzerindeki elektrik enerjisi uygulamalarında, ekstrakte edilen maksimum polifenol miktarında (2.8 g GAE/100 g kurumadde) ve antioksidan aktivite değerinde (70 g TE/kg kurumadde) azalma meydana gelmiştir (Boussetta vd., 2011).

1.1.9. Mikro-Ekstraksiyon

Mikro-ekstraksiyon yöntemleri olarak adlandırılan minyatürleştirilmiş sistemler, geleneksel ekstraksiyon tekniklerinin dezavantajlarını ortadan kaldırırken faydalarını da artırmak için kullanılmaktadır. Mikro-ekstraksiyona dayalı tekniklerle ilgili son dönemlerde çok çalışma yapılmaktadır. Çünkü mikro-ekstraksiyon, kompleks matriksten hedeflenen bileşiğin ekstraksiyonu için mikro ölçekli prosedürler içermektedir. Bu yöntemde çok az miktarda çözücü kullanıldığı için ekonomik açıdan fayda sağlamakta olup ayrıca çevre dostu olarak nitelendirilmektedir. Bitki materyallerinden biyoaktif bileşik eldesinden en sık kullanılan türü katı faz mikro-ekstraksiyon tekniğidir (Jeleń vd., 2012; Płotka-Wasyłka vd., 2016; Jagirani ve Soylak, 2022). Katı faz mikro-ekstraksiyon yöntemi özellikle *in vivo* çalışmalara oldukça uygundur (Reyes-Garces vd., 2017). Mikro-ekstraksiyon yöntemi GC/MS, UPLC, UPLC/MS, GC, LC/MS, HPLC, ve UV gibi birçok farklı analiz tekniğine entegre edilebilmekte ve otomasyon yeteneği kullanım kolaylığı sağlamaktadır (Jagirani ve Soylak, 2022).



Şekil 7: Katı Faz Mikro-Ekstraksiyon Mekanizması (Jagirani ve Soylak, 2022)

Mikro-ekstraksiyon yöntemi daha çok matrislerden uçucu bileşik eldesinde kullanılmaktadır. Khio vd. (2012) yaptıkları bir çalışmada alkollü içecekten uçucu aroma ekstraksiyonunda bu yöntemi kullanmışlardır. Bu yöntemin, tat bileşiklerinin karmaşık gıda matrisinden salınma davranışının araştırılmasında etkili olduğunu rapor etmişlerdir. Farklı bir çalışmada balık ve sebze numunelerinde kontaminant analizi için in vivo katı faz mikro-ekstraksiyon yöntemi uygulanmış ve başarı ile sonuçlandırılmıştır. Bu sayede daha hızlı ve etkili ekstraksiyon gerçekleştirilmiş ve ayrıca çok daha az deney hayvanının kullanıldığı rapor edilmiştir (Ouyang vd., 2011). Katı faz mikro-ekstraksiyon yöntemi, bitki materyallerinden doğal toksinlerin ekstraksiyonu ile ilgili olarak, içecekler, tahıllar, kuruyemişler, kuru meyveler ve baharatlar gibi farklı materyallerden okratoksin, aflatoksin ve patülini ekstrakte etmek için sıklıkla kullanılmaktadır (Andrade ve Lanças, 2017; Du vd., 2018).

1.1.10. Ohmik Isıtma Destekli Ekstraksiyon

Tipik temel ohmik ısıtma cihazı, bir güç kaynağı, bir izolasyon transformatörü, bir değişken transformatör, işlem odası ve bir mikroişlemci kartından oluşur (Şekil 6) (İçier ve Bozkurt, 2011). Ohmik ısıtma işlem hücreleri, farklı boyutlarda silindirik veya dikdörtgen şeklinde olabilir ve sürekli veya statik modda çalıştırılabilir (Tempest, 1992). Gerçek zamanlı ölçüm ve herhangi bir zamanda örneğe verilen toplam güç, verimli proses kontrolü elde etmek için çok önemlidir.

Sıvı gıdaların elektriksel özelliklerine ilişkin veriler, bunların bütün bir ürün veya sıvı ortam olarak ohmik işlenmesinde özellikle önemlidir (De Alwis ve Fryer, 1992; Qihua vd., 1993). Ohmik ısıtma sırasında kaydedilen anlık akım ve gerilim değerleri, hücre boyutlarının bilinmesi koşuluyla çeşitli sıcaklıklarda elektriksel iletkenliklerin belirlenmesine yol açar (Lima vd., 1999; Reznick, 1996). Numunelerin elektriksel iletkenliği, aşağıdaki denklem (Wang ve Sastry, 2002; Wu vd., 2005) kullanılarak gerilim ve akım verilerinden hesaplanabilir. Burada σ elektrik iletkenliğidir (S/m), L numunenin uzunluğudur (m), A numunenin enine kesit alanıdır (m²) ve R dirençtir (ohm).

$$\sigma = L/A.R$$

Varghese vd. (2012), ODE yöntemini kullanarak yaptıkları çalışmada pancardan sükroz, pancardan pancar boyası, elmadan elma suyu vb. için geleneksel yöntemlere nazaran artan ekstraksiyon verimi elde etmiştir. Bu başarılı etki uygulanan proses, sistemdeki ısı üretim hızı, elektrik alan kuvveti, gıda malzemesinin elektriksel iletkenliği, işlem süresi, ekipman tasarımı vb. gibi çeşitli faktörlere dayanmaktadır.

Loypimai vd. (2009) tarafından yapılan bir çalışmada, ODE uygulanmadan önce kepeğin nem yüzdesinin %30 ila 40 arasında olacak şekilde ayarlamıştır. Geleneksel yöntem ile ODE'yi antosiyanin verimlerine göre karşılaştırılmıştır. Yüksek nem içeriğine sahip kepek, yüksek elektrik iletkenliğine ve düşük elektrik direncine sahip olduğu görülmüştür. ODE ile muamele edilmiş numunelerin toplam antosiyanin içeriği 10818.5±176.4 µg/g bulunurken, konvansiyonel yöntemle ile muamele edilen numunelerde bu değer 7713.4 ± 189.2 µg/g olduğu görülmüştür. Sonuç olarak ODE'nin kepekten antosiyanin eldesinde geleneksel yöntemlere kıyasla daha başarılı bir şekilde kullanıldığı belirtilmiştir. Darra vd. (2013) tarafından yapılan diğer bir çalışmada ise 400 V/cm elektrik alan şiddetinde ohmik ısıtma ön işleminin ardından 50 °C'de ve %30 etanol-su ile 1 saatlik difüzyon ile elde edilen kırmızı üzüm posasındaki polifenol içeriğinin, ön işlem görmemiş olan gruba göre %36 daha fazla olduğunu gözlemlemişlerdir.

1.2. LİTERATÜR ÖZETİ

Islam vd. (2017), kırmızı goji berry (*Lycium barbarum*) ve siyah goji berry (*Lycium ruthenicum*) meyvelerinin fenolik, karotenoid, antosiyanin içerikleri ve antioksidan kapasiteleri üzerine karşılaştırmalı çalışma yapmışlardır. Çalkalamalı ekstraksiyon yöntemi kullanılmıştır. Örneklerde çözücü olarak %70 aseton, %29.5 su, %0.5 aseton kullanılmıştır. Orbital çalkalayıcı kullanılarak 300 devirde 3 saat çalkalanarak ekstrakte edilen ürünler 12 saat karanlıkta bekletilmiştir. Ölçümler kolorimetrik yöntemler kullanılarak elde edilmiştir. Toplam fenolik ve

toplam flavonoid bileşik miktarı siyah goji berry örneklerinde, kırmızı goji berry örneklerinden yaklaşık 4 kat fazla bulunmuştur. Siyah goji berry meyvesinin antioksidan aktivitesi kırmızı goji berry meyvesine kıyasla yaklaşık 2 kat fazla olduğu belirlenmiştir. Monomerik antosiyanin miktarı siyah goji berryler de yaklaşık 80 kat fazla olduğu saptanmıştır.

Skenderidis vd. (2017), Yunanistan’da yetiştirilen goji berry meyvelerinin toplam fenolik bileşiklerinin ultrasonik destekli ekstraksiyonla eldesi ve koşullarının optimizasyonu üzerine bir çalışma yapmışlardır. Box–Behnken deney tasarımıyla 3 farklı çözücü: katı oranı (20 mL/g, 30 mL/g ve 40 mL/g), 3 farklı ekstraksiyon sıcaklığı (45 °C, 55 °C ve 65 °C), 3 farklı ultrasonik güç (138W/cm², 253W/cm² ve 368W/cm²) ve 3 farklı ekstraksiyon süresi (20, 30 ve 40 dk) uygulanmıştır. Farklı koşullar altında elde edilen ekstraktlarda toplam fenolik bileşik miktarının ve antioksidan aktivite değerinin sırasıyla 153.762-406.619 mg GAE/L ve 1-3 mg/mL aralığında değiştiği belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde toplam fenolik bileşik üzerine en etkili değişkenlerin solvent:katı oranı ve süre olduğu tespit edilmiştir. DPPH yöntemiyle belirlenen antioksidan aktivite üzerine tüm değişkenlerin etkisi istatistiksel olarak etkili bulunmuştur. Optimizasyon sonucunda toplam fenolik bileşiğin maksimum olduğu en uygun koşullar 20.4 mL/g, 57 °C, 222 W/cm², ve 22.9 dk. olarak saptanmıştır. Antioksidan aktivite değeri için ise optimum koşullar 20 mL/g, 45°C, 360 W/cm², ve 35.5 dk. olduğu bulunmuştur.

Tripodo vd. (2018), goji berryden biyoaktif bileşiklerinin yanıt yüzey metodolojisi ile basınçlı sıvı ekstraksiyonunun optimizasyonu üzerine çalışma yapmışlardır. Ekstraksiyon sıcaklığı (50 °C -180 °C) ve yeşil çözücü bileşiminin (su:etanol karışımları) önemini incelemek için deneysel bir tasarım planlamışlardır. Ekstraksiyon süresi ve basınç, sırasıyla 20 dakika ve 1500 psi’de sabit tutulmuştur. Sıcaklık (50 °C, 115 °C, 180 °C) ve sudaki etanol yüzdesi (%0, %50 ve %100) olmak üzere üç seviyeli bir faktöriyel deney tasarımı oluşturulmuştur. Bu tasarım kullanılarak, ekstraksiyon koşullarının dört farklı yanıt değişkeni (ekstraksiyon verimi, toplam fenoller, toplam flavonoid ve ekstraktların antioksidan aktivitesi) üzerindeki etkisi incelenmiştir. Ekstraksiyon verimleri incelendiğinde sıcaklıklara bağlı en yüksek değerler, çözücü olarak %50 etanol:su kullanıldığı durumda 50 °C, 115 °C ve 180 °C’de sırasıyla %41.74, %53.46 ve %74.84 elde edilmiştir. Ayrıca, deneysel veriler sıcaklığın 50 °C ila 180 °C arasında artmasının tüm ekstraksiyon çözücülerini için ekstraksiyon veriminde önemli bir artışa yol açtığını göstermiştir. Basınçlı sıvı ekstraksiyonu ve üç seviyeli iki faktörlü deneysel tasarım kullanılarak goji berry ekstraksiyonu için incelenen yanıt değişkenlerinden en düşük toplam fenolik içerik (5.72 mg GAE/g) 50 °C’de saf su ile elde edilen ekstraktta bulunurken, en yüksek değer (74.84 mg GAE/g) 180 °C’de %100 etanol ile elde edilen ekstraktta elde

edilmiştir. Kullanılan tüm çözücüler için toplam fenolik madde miktarları sıcaklıkla birlikte artmıştır. Özetle, daha fazla fenolik bileşik ekstrakte eden çözücü saf etanol olarak bulunmuş ve bunu sırasıyla etanol+su (%50 v/v) ve saf su takip etmiştir. Toplam fenolik içerik ile benzer şekilde, toplam flavonoid değerleri 50 °C'de saf su kullanıldığında minimum 0.16 mg QE/g ve 180 °C'de %100 etanol ile maksimum 3.20 mg QE/g değerini göstermiştir. Ayrıca, toplam flavonoid miktarı tüm çözücüler için sıcaklıkla birlikte artmıştır. Antioksidan aktivite açısından en yüksek TEAC değeri 1.21 ile 180 °C'de %50 etanol çözücüsü ile elde edilen ekstrakta bulunmuştur ki bu değer en yüksek verimi veren koşullarla aynıdır. Ayrıca antioksidan aktivite, ekstraksiyon çözücüsü olarak %100 etanol dışında sıcaklıkla birlikte artmıştır. Optimum basınçlı sıvı ekstraksiyon koşulları 180 °C'de ve çözücü olarak %86 etanol:su ile elde edilmiş ve metanol kullanılan geleneksel katı sıvı ekstraksiyon yöntemine göre daha iyi değerler göstermiştir. Optimum koşullarda, elde edilen deneysel değerler yanıt yüzey metodolojisi tarafından öngörülen teorik değerlerle örtüşmektedir.

Rajkowska vd. (2022), Çin'de elde edilen doğal yolla kurutulmuş goji berry meyvelerinde farklı koşullarda biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunu 2 farklı yöntemle gerçekleştirmişlerdir. İlk yöntemde 100 °C de kaynatarak ekstraksiyon yöntemi, İkincide ise ultrasonik destekli ekstraksiyon yöntemi kullanılmıştır. Kaynatarak ekstraksiyon yönteminde çözücü olarak su, etil laktat ve ayçiçek yağı kullanılmıştır. Ultrasonik destekli ekstraksiyon yönteminde ise çözücü olarak su, etil laktat, ayçiçek yağı, %25-50-75 oranlarında etanol:su ve %25-50-75 oranlarında aseton:su içeren çözücüler kullanılmıştır. En yüksek antioksidan aktivite ultrasonik destekli yöntemde %25 etanol:su ve %50 aseton:su ile yapılan ekstraksiyonda bulunmuştur. Çözücü olarak etil laktat ve ayçiçek yağının kullanıldığı çalışmalarda ise antioksidan aktiviteye rastlanmamıştır. Toplam karetenoid içeriğinin en yüksek bulunduğu çalışmalar çözücü olarak %100 suyun kullanıldığı kaynatma, %100 suyun kullanıldığı ultrasonik destekli ve %25 etanol:su kullanılan ultrasonik destekli ekstraksiyon yöntemlerinde elde edilmiştir. Çözücü olarak ayçiçek yağının kullanıldığı çalışmalarda en düşük toplam karetenoid içeriği tespit edilmiştir.

Gamage vd. (2023), siyah goji berrynin biyoaktif madde içeriğini maserasyon, ultrason destekli, mikrodalga destekli ve enzim destekli ekstraksiyon yöntemleriyle belirlenmesi üzerine çalışma yapmışlardır. Çalışmada çözücü katı oranı 1:15 olarak uygulanmıştır. Enzim destekli ekstraksiyon 3 farklı koşulda (40 °C'de 30 dk ve 1.5% (w/v) pektinaz, 50 °C'de 30 dk ve 1.5% (w/v) pektinaz ve 50 °C'de 30 dk ve 3% (w/v) pektinaz) yapılmıştır. Ultrasonik destekli ve mikrodalga destekli ekstraksiyonlar 2 farklı koşulda (50 °C'de 30 dk ve 50 °C'de 60 dk) yapılmıştır. Maserasyon yöntemi 30 dk 50 °C'de 2 farklı çözücüde (su ve %70 etanol:su)

uygulanmıştır. Sıcak su ekstraksiyonu, mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrasonik destekli ekstraksiyon ve %1.5 (w/v) pektinaz destekli ekstraksiyon (50 °C, 1:15 (w/v) ve 30 dakika) yüksek toplam antosiyanin ve toplam fenolik bileşiğe sahip bir ekstrakt elde etmek için eşit derecede etkili bulunmuşlardır. En yüksek petunidin-3-O-rutinosid(trans-p-coumaroyl)-5-O-glukosid yüzdesi (%80.9) pektinaz destekli ekstraksiyonda (%1.5 (w/v) pektinaz, substrat: çözücü oranı 1:15 (w/v) 50 °C'de 30 dakika) elde edilmiştir. Dolayısıyla gıda endüstrisinde potansiyel bir doğal gıda bileşeni olarak kullanılabilecek antosiyanini çıkarmak için etkili ve güvenli bir yöntem olarak enzim destekli ekstraksiyon önerilmiştir.

Peixoto vd. (2023), goji berryden (*Lycium barbarum*) biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunun optimizasyonu üzerine çalışma yapmışlardır. Ekstraksiyon işlemi 2 yöntemle yapılmıştır. İlk yöntemde ultrasonik ekstraksiyon ikinci yöntem ise çalkalamalı ekstraksiyondur. Ultrasonik ekstraksiyon 24 ile 66.2 °C aralığında değişen sıcaklık ve 6.7 ile 63.3 dakika aralığında değişen süre ile gerçekleştirilmiştir. Çalkalamalı ekstraksiyon ise 24 ile 66.2 °C aralığında değişen sıcaklık ve 0.7 ile 23.3 saat aralığında değişen süre ile gerçekleştirilmiştir. Ek olarak farklı etanol/su çözücü oranları kullanılmış ve en uygun oran %60 etanol olarak bulunmuştur. Optimizasyon sonucunda ultrasonik ekstraksiyon için koşullar 45 C ve 6.7 dakika, çalkalamalı ekstraksiyon için ise 45 °C 23.3 saat olarak belirlenmiştir. Sonuç olarak, optimum koşullar altında en yüksek toplam fenolik bileşik, toplam flavonoid bileşik ve karetenoid değerleri ultrasonik ekstraksiyon ile elde edilmiştir. ABTS yöntemi ile belirlenen antioksidan aktivite ve antosiyanin değerleri istatistiksel olarak iki yöntemde benzer bulunmuştur. DPPH yöntemi ile belirlenen antioksidan aktivite ise en yüksek çalkalamalı ekstraksiyon ile saptanmıştır. Çalışmada düşük ekstraksiyon süresi ile yüksek biyoaktif verimi sunan ultrasonik ekstraksiyon kullanımı önerilmektedir.

Do vd. (2024), 2 farklı yöntemle kurutulan goji berry meyvesinin biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunu üzerine bir çalışma yapmışlardır. Dondurarak kurutma ve püskürtmeli kurutma yöntemleriyle kurutulan goji berry meyveleri kullanılmıştır. Ekstraksiyon işlemi 5 (su, %50 etanol:su, %70 etanol:su, %50 metanol:su, %70 metanol:su) farklı çözücü kullanılmıştır. Ekstraksiyon işlemi 80 °C de 120 dakika bekletilerek gerçekleştirilmiştir. En yüksek toplam fenolik, toplam flavonoid ve antioksidan aktivite (DPPH ve ABTS yöntemiyle) değerleri, püskürtmeli kurutma yöntemiyle çözücü olarak suyun kullanıldığı koşullarda bulunmuştur. Ek olarak Antioksidan etkinin, toplam fenolik ve toplam flavonoid miktarlarının, ekstraksiyon çözücüsündeki artan etanol ve metanol konsantrasyonu ile önemli ölçüde arttığı tespit edilmiştir.

Teixeira vd. (2024), goji berryden biyoaktif bileşiklerin ultrasonik destekli ekstraksiyonu ve koşulların optimizasyonu üzerine bir çalışma yapmışlardır. Ekstraksiyonda 13 mm çapında ve 20 KHz frekansında ultrasonik prob kullanılmıştır. Optimizasyon Box-Behnken deney tasarımına göre 3 farklı çözücü:kati oranı (%2.5, %6.25 ve %10, w/v), 3 farklı süre (20, 40 ve 60 dk) ve 3 farklı ultrasonik güç (30, 50 ve 70 W/m²) uygulanmıştır. Deneme tasarımına bağlı olarak elde edilen ekstraktların toplam fenolik bileşik miktarları 17.75-20.91 mg GAE/g aralığında bulunmuştur. Antioksidan aktivite değerlerinin ABTS yöntemiyle 9.06-14.95 mg AAE/g, DPPH yöntemiyle 3.43-10.29 mg TE/g ve FRAP yöntemiyle ise 68.00-106.79 µmol FSE/g aralığında olduğu belirlenmiştir. Toplam fenolik bileşiklerin miktarı üzerine en etkili değişkenlerin süre ve ultrasonik güç olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca tüm parametrelerin interaksiyonlarının da etkili olduğu tespit edilmiştir. ABTS yöntemiyle belirlenen antioksidan aktivite değerlerinin üzerine kati:solvent oranı ve ultrasonik gücün etkili değişkenler olduğu tespit edilmiştir. Parametrelerin interaksiyonlarının ise etkili olmadığı tespit edilmiştir. DPPH yöntemiyle belirlenen antioksidan aktivite değerlerinin üzerine sadece ultrasonik gücün etkili değişken olduğu tespit edilmiştir. Ek olarak kati:solvent oranı ve süre interaksiyonunun etkili olduğu tespit edilmiştir. FRAP yöntemiyle belirlenen antioksidan aktivite değerlerinin üzerine ise ultrasonik gücün etkili değişken olduğu tespit edilmiştir. Parametrelerin interaksiyonlarından ise kati:solvent oranı ve süre ile kati:solvent oranı ve ultrasonik gücün etkili olduğu tespit edilmiştir. Optimum ekstraksiyon koşullarının %8.75 kati:solvent oranı, 56.21 dakika ve 59.05 W/m² ultrasonik güc olarak saptanmıştır. Optimum koşullar altında elde edilen teorik ve deneysel değerler birbirine benzer bulunmuştur.

Yapılan literatür incelemeleri sonucunda, ODE'nin goji berry meyvesinden biyoaktif bileşik eldesinde kullanımına dair bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu nedenle, farklı gıda materyallerinden ODE uygulamalarına ait çalışmalar incelenmiştir. Pereira vd. (2020), üzüm kabuğundan antosiyanin ekstraksiyonunda ön işlem olarak ohmik ısıtma ve geleneksel ısıtma yöntemleri kullanmışlardır. Geleneksel ısıtma işlemi su banyosu kullanılarak yapılmıştır. Ohmik ısıtma işleminde elektrotlar arasında ki mesafe 5 cm, işlem frekansı 25 kHz ve uygulanan elektirik alan şiddeti 16 V/cm olarak ayarlanmıştır. Ohmik ve geleneksel ısıtma ön işlemleri 40 °C ve 20 dk süreyle uygulanmıştır. Bir diğer uygulama ise ohmik ısıtma ön işlemiyle örnekler 100 °C ve 1 sn tutulmuştur. Yapılan ekstraksiyon işlemlerinden elde edilen en yüksek antosiyanin, toplam fenolik bileşik ve iletkenlik değerleri 100 °C de 1 sn ohmik ısıtma ön işlemi uygulanan örneklerde ulaşılmıştır. Bu değerleri Ohmik ısıtma ön işlemli 40 °C de 20 dk, geleneksel ısıtma 40 °C de 20 dk ve ön işlemsiz ekstraksiyon takip etmektedir. Çalışma sonucunda verimi artırdığı ve enerji sarfiyatını düşürdüğü için ohmik ısıtma desteğinin çok önemli olduğu vurgulanmıştır.

Kutlu vd. (2021a), kızılık meyvesinden biyoaktif bileşiklerin maserasyon, ultrasonik ekstraksiyon ve ohmik ısıtma destekli ultrasonik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak ekstrakte etmişlerdir. Maserasyon işlemi 25 °C'de 24 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Ultrasonik ekstraksiyon, 35 kHz frekans ve 320 W güçte, 5 farklı sürede (1 dk, 20 dk, 40 dk, 60 dk, 80 dk) ve 3 farklı katı:sıvı oranlarında (1/5, 1/10 ve 1/15 g/ml) $50 \pm 1^\circ\text{C}$ sıcaklıkta ultrasonik banyoda uygulanmıştır. Ohmik ısıtma işlemi 5 cm çapında ve aralarında 15 cm mesafe olan elektrotlar yardımıyla yapılmıştır. Ohmik ısıtma işlemleri 20 V/cm, 30 V/cm ve 40 V/cm elektrik alan şiddetlerinde gerçekleştirilmiştir. Ohmik ısıtma sırasında katı:sıvı oranı 1/15 g/ml ve numune sıcaklığı 50 °C olarak sabit tutulmuştur. Ohmik ısıtma için bekletme süreleri 1 dk, 10 dk ve 20 dk olmuştur. Örnekler haznedan çıkarılarak ultrasonik banyoda 5 farklı sürede (1 dk, 20 dk, 40 dk, 60 dk ve 80 dk) ultrasonik ekstraksiyona tabi tutulmuştur. Yapılan ekstraksiyonlar sonucu elde edilen ekstraktların toplam monomerik antosiyanin değerleri maserasyon, ultrasonik ekstraksiyon ve ohmik ısıtma destekli ultrasonik ekstraksiyon için sırasıyla 0.36, 0.55 ve 0.83 mg CGE/g kuru madde olarak bulunmuştur. Ultrasonik ekstraksiyonun geleneksel yöntemle kıyasla örneklerin toplam monomerik antosiyanin değerinde yaklaşık %52'lik bir artışa neden olduğu değerlendirilmiştir. Buna ek olarak, ohmik ısıtma destekli ultrasonik ekstraksiyon uygulaması, maserasyon ve ultrasonik ekstraksiyon ile karşılaştırıldığında toplam monomerik antosiyanin değerleri sırasıyla yaklaşık 2.4 ve 1.5 kat artırdığı görülmüştür. Örneklerin antioksidan aktiviteleri 4.09-4.36 mg TE/g kuru madde aralığında ölçülmüştür. Ultrasonik ekstraksiyon, maserasyon ile karşılaştırıldığında ekstraktların toplam monomerik antosiyanin değerlerinde artışa neden olsa da örneklerin antioksidan aktivite farkları istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur. Ohmik destekli ultrasonik ekstraksiyonda ise antioksidan aktivite 4,36 mg TE/g kuru madde olarak diğer yöntemlerden daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu durum, ekstraksiyonu kolaylaştırmak için ohmik ısıtma kullanıldığında ekstraksiyon sürelerinin kısılmasından kaynaklanıyor olabileceği değerlendirilmiştir. En yüksek toplam fenolik miktarı ohmik ısıtma destekli ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile elde edilmiştir (7.52 mg GAE/g kuru madde). Ohmik ısıtma uygulaması toplam fenolik içeriğini ultrasonik ekstraksiyon ve maserasyona kıyasla sırasıyla %13 ve %37 artırmış ve ekstraksiyon süresini de ultrasonik ekstraksiyona kıyasla yaklaşık %34 azaltmıştır. Bu sonuçlar, ohmik ısıtma uygulamasının gıda maddelerinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu için etkili bir yöntem olabileceği değerlendirilmiştir.

Kutlu vd. (2021b), maserasyon, mikrodalga ekstraksiyon ve ohmik ısıtma destekli mikrodalga ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak kızılık meyvesinden biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonu üzerine çalışma yapmışlardır. Maserasyon 25 °C'de 24 saat boyunca bir su banyosunda gerçekleştirilmiştir. Maserasyon sırasında üç farklı katı:sıvı oranı (1/5 g/mL, 1/10

g/mL ve 1/15 g/mL) ile çalışılmıştır. Mikrodalga ekstraksiyonda 3 farklı katı:sıvı oranlarında (1/5 g/mL, 1/10 g/mL ve 1/15 g/mL), mikrodalga gücünde (180 ve 360 W) ve ekstraksiyon sürelerinde (10 dk., 60 dk., 120 dk., 150 dk. ve 180 dk.) ekstrakte edilmiştir. Ohmik ısıtma destekli mikrodalga ekstraksiyon frekansı 50 Hz olarak uygulanmıştır. Ohmik ısıtma uygulamaları 20 V/cm, 30 V/cm ve 40 V/cm elektrik alan şiddetlerinde gerçekleştirilmiştir. Katı:sıvı oranı ve hücre sıcaklığı sırasıyla 1/15 g/mL ve 60 °C olarak sabit tutulmuştur. Ohmik ısıtma için bekletme süreleri 1 dk, 10 dk ve 20 dk olarak uygulanmıştır. Örnekler daha sonra 3 farklı ekstraksiyon süresinde (10 dk., 60 dk. ve 120 dk.) mikrodalga ekstraksiyonuna tabi tutulmuştur. Elektrik alan şiddeti, bekletme süresi ve ekstraksiyon süresinin ohmik ısıtma destekli mikrodalga ekstraksiyon ekstraktlarının toplam fenolik bileşikler üzerindeki etkileri, tüm bekletme süreleri için artan ekstraksiyon süresi ile önemli ölçüde arttığı gözlenmiştir. Ancak, elektrik alan şiddetlerindeki değişimin toplam fenolik bileşikler üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olmadığı saptanmıştır. En yüksek toplam fenolik bileşen miktarı, 20 V/cm elektriksel alan gücü, 10 dk bekletme süresi ve 60 dk ekstraksiyon süresinde 29.4 mg GAE/g kuru madde olarak bulunmuştur (ohmik ısıtmadan sonra mikrodalga ekstraksiyonu 1/15 g/mL katı:sıvı oranı ve 180 W mikrodalga gücünde gerçekleştirilmiştir). Bu değer maserasyondan 5.4 ve mikrodalga ekstraksiyondan 1.1 kat daha yüksek bulunmuştur. Ohmik ısıtma destekli mikrodalga ekstraksiyon ve mikrodalga ekstraksiyon toplam fenolik bileşik değerleri benzer görünse de ohmik ısıtma ile ekstraksiyon süresi yaklaşık %50 azalmıştır. Bunun nedenin elektroporasyon olabileceği rapor edilmiştir. Elektroporasyon, elektrik darbeleri ile hücre zarına zarar veren bir işlemdir. Elektrik direncinin etkisiyle hücre zarı parçalanmakta ve bu sayede geçici geçirgenliği artmaktadır (Loypimai vd., 2015). Bu sonuçlar, ohmik ısıtma ve mikrodalga ekstraksiyonunun birlikte uygulanmasının bitki materyallerinden toplam fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu için potansiyel bir alternatif yöntem olduğunu göstermektedir.

Gümüştepe vd. (2023), avokado yapraklarından ODE ve mikrodalga destekli ekstraksiyon teknikleriyle biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunun optimizasyonu üzerine çalışma yapmışlardır. ODE’de $6 \times 10 \text{ cm}^2$ boyutlarında paslanmaz çelik elektrotlar kullanılmıştır. Elektrotlar arasında ki mesafe ise 10 cm olarak ayarlanmıştır. Deneyler sırasında, yanıt yüzeyi metodolojisine dayalı olarak farklı voltaj gradyanları uygulanmıştır. Voltaj gradyanı (10.75 V-18.75 V) ve ekstraksiyon süresi (1dk.-10 dk.) olarak belirlenmiştir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon işleminde mikrodalga gücü ve süresi sırasıyla 500 W ve 5 dakika ve bağımsız değişkenler katı:sıvı oranı (1.0-7.5 g/100 mL) ve sıcaklık (30 °C-60 °C) olarak belirlenmiştir. Mikrodalga destekli ve ohmik ısıtma destekli ekstraksiyonlar da 5 merkez noktalı ve 13 deneyden oluşan merkezi bir kompozit tasarım uygulanmış ve yanıtlar olarak

toplam fenolik bileşikler ve ekstraksiyon verimliliği ölçülmüştür. Yapılan çalışmada ohmik destekli ekstraksiyon ile elde edilen ekstrakt veriminin %33.22-%36.89 aralığında olduğu, mikrodalga destekli ekstraksiyon için ise %14.25 ile %17.14 arasında olduğu belirlenmiştir. En yüksek ekstrakt verimi 9.38 V/cm voltaj değeri ve 5.5 dakika uygulama süresi ile ODE tekniklerinde bulunurken, en düşük verim 14.07 V/cm voltaj değeri ve 10 dakika ekstraksiyon süreli işlemde tespit edilmiştir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntem ile karşılaştırıldığında; en düşük ekstraksiyon verimi 6.55 g katı:sıvı oranı ve 34 °C sıcaklıkta edilirken, en yüksek ekstraksiyon verimi 1.95 g katı:sıvı oranı ve 56 °C sıcaklıkta bulunmuştur. Genel olarak, sonuçlar ODE ile avokado yapraklarından fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu için mikrodalga destekli ekstraksiyon yönteminden daha yüksek verimle umut verici bir yöntem olduğunu göstermektedir. Ayrıca, geleneksel yöntemle karşılaştırıldığında, 95 °C sıcaklıkta ve 120 dakika maserasyon koşullarında uygulanan avokado yaprakları fenoliklerinin ekstraksiyon verimliliği %13.38'dir. Ohmik destekli ekstraksiyon işleminde toplam fenolik bileşik değerlerinin 24223.7 ile 31737.8 arasında değiştiği, Mikrodalga destekli ekstraksiyon uygulamasının ise 9005.5 ile 13459.0 arasında bir toplam fenolik bileşik değerine sahip olduğu saptanmıştır. En yüksek fenolik bileşik miktarı ohmik destekli ekstraksiyon için 10.75 V/cm voltaj ve 8.68 dakika ekstraksiyon süresi ekstraksiyon koşulları altında elde edilirken, mikrodalga destekli ekstraksiyon 1 g katı çözücü oranı ve 45 °C ekstraksiyon sıcaklığında en yüksek toplam fenolik bileşik değerine ulaşılmıştır. Ohmik destekli ekstraksiyon için en düşük toplam fenolik bileşik değeri 17.38 V/cm voltaj ve 8.7 dakika ekstraksiyon süresi ile elde edilirken, mikrodalga destekli ekstraksiyon için en düşük toplam fenolik bileşik değeri 6.55 g katı:sıvı oranı ve 34 °C ekstraksiyon sıcaklığında elde edilmiştir. Ayrıca, geleneksel yöntemle karşılaştırmak için, avokado yapraklarının toplam fenolik bileşik içeriği 95 °C ve 120 dakikada maserasyon koşulları ile ekstrakte edilmiş ve toplam fenolik bileşik 89.95 ± 0.05 mg GAE/100 g ekstrakt olarak elde edilmiştir. Bu bulgular ohmik destekli ekstraksiyonun mikrodalga destekli ekstraksiyon ve maserasyondan daha yüksek toplam fenolik bileşiğe sahip olduğunu göstermektedir. Ohmik destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve maserasyonun en yüksek toplam fenolik bileşik için ekstraksiyon süresi sırasıyla 5.5, 5.0 ve 120 dakika olmuştur. Bu teknikler arasındaki ekstraksiyon süresi farkı, ekstraksiyon işleminin yaklaşık 20.5 kat daha kısa sürede gerçekleştirilerek zaman ve enerji tasarrufu açısından avokado yapraklarından fenolik geri kazanımının avantajlarını göstermektedir. Maksimum ekstraksiyon verimi (%) ve toplam fenolik bileşik (mg GAE/100 g ekstrakt) için optimum ekstraksiyon bileşimleri hem ODE hem de mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemleri için merkezi kompozit tasarım ile elde edilmiştir. ODE'nin optimum koşulları 9.38 V/cm voltaj gradyanı ve 6 dakika ekstraksiyon süresi olarak belirlenmiştir. Model, ekstrakt veriminin

%35.99-36.97 aralığında ve toplam fenolik bileşik 11.015-11.886 mg GAE/100 g ekstrakt aralığında olacağını öngörmüştür. Modelin öngörülen değerlerini deneysel olarak doğrulamak için, avokado yaprağı örnekleri optimum koşullar altında ODE'ye ona tabi tutulmuş ve ekstrakt verimliliği ve toplam fenolik bileşik miktarı sırasıyla %36.86 ve 11770.81 mg GAE/100 g ekstrakt olarak belirlenmiştir. Bulunan değerler modelin doğrulandığını göstermiştir. Benzer şekilde, mikrodalga destekli ekstraksiyon için optimum ekstraksiyon koşulları 60 °C, 5 dakika ve 1 g kurutulmuş yaprak/100 mL su olarak tespit edilmiştir. Model, ekstraksiyon veriminin %17.52-%17.62 aralığında ve toplam fenolik bileşik miktarı 132.80-135.31 mg GAE/100 g ekstrakt aralığında olacağını öngörmüştür. Deney optimum koşullara göre gerçekleştirilmiş ve toplam fenolik miktarı 134.25 mg GAE/100 g ekstrakt ve ekstraksiyon verimi %17.59 olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlar, optimum koşulların deneysel değerlerinin tahmini değer aralıklarıyla uyumlu olduğunu göstermiştir.

Ferreira-Santos vd. (2024), ODE yöntemiyle üzüm posasından biyoaktif bileşiklerin eldesi üzerine bir çalışma yapmışlardır. Kontrol grubu olarak geleneksel ekstraksiyon uygulanmıştır. Ekstraksiyon için ohmik ısıtma düzeneğinin elektrot mesafesi 5 cm, ohmik ısıtma elektrik alan şiddeti 7–14 V/cm ve frekansı 25 kHz olarak uygulanmıştır. Her iki ekstraksiyon işlemi 1:10 çözücü katı sıvı oranıyla, çözücü olarak %0 ve %50 etanol:su kullanılarak, 2 farklı süre (30 dk ve 60 dk) ve 2 farklı sıcaklıkta (50 °C ve 80 °C) yapılmıştır. Ekstraksiyon işlemleri sonucunda elde edilen ekstraktlarda, ekstraksiyon verimi, toplam fenolik bileşikler, toplam flavonoidler, antioksidan aktivite (DPPH ve FRAP yöntemiyle) ve antosiyanin içeriği belirlenmiştir. Çözücü olarak %50 etanol:su kullanılan ekstraksiyonlarda çalışılan tüm parametreler için daha yüksek değerler bulunmuştur. 80 °C sıcaklıkta, çözücü olarak %50 etanol:su ve 60 dk süreyle yapılan ekstraksiyonda daha yüksek ekstraksiyon verimi ve daha düşük antioksidan aktivite ve toplam fenolik bileşik içeriği tespit edilmiştir. 80 °C sıcaklıkta, çözücü olarak %50 etanol:su ve 30 dk süreyle yapılan ekstraksiyonlarda daha yüksek toplam fenolik bileşikler, toplam flavonoidler ve antioksidan aktivite gözlenmiştir. ODE, geleneksel ısıtma yöntemiyle karşılaştırıldığında tüm parametreler için ODE ile daha yüksek sonuçlar bulunmuştur.

Amirahmadi vd. (2024), bir tür İran narından ohmik destekli, ultrasonik destekli ve perkolasyonla ekstraksiyon yöntemlerini kullanarak biyoaktif bileşikleri ekstrakte etmişlerdir. ODE işlemi, 2-8 V/cm ve 25 kHz voltajlı banyo tipi bir ohmik ısıtma sisteminde gerçekleştirilmiştir. Bu ekstraksiyon için 45 °C ve 60 °C'lik iki sıcaklık ve 40 ve 60 dakikalık iki çalışma süresi kullanılmıştır. Ekstraksiyon işlem %70 etanol çözücüsü ile 1:10 katı:sıvı oranında, uygun iletkenliği elde etmek için 0,5 g sodyum klorür eklenerek uygulanmıştır.

Ultrasonik ekstraksiyon, 1:10 katı:sıvı oranı, %70'lik etanol çözeltisi kullanılarak , 3 farklı sıcaklıkta (40, 50 ve 60 °C) ve 2 farklı sürede (20 ve 40 dk) yapılmıştır. Perkolasyon işlemi 1:10 katı:sıvı oranı, %70 etanol çözeltisi kullanılarak 3 farklı sürede (24, 48 ve 72 saat) gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmada elde edilen ekstraktlar arasında, ohmik yöntemle hazırlanan ekstraktın, 60 °C sıcaklık ve 40 dakikalık ekstraksiyon süresinin en uygun işlem olduğunu ve bu ekstraktın toplam fenol içeriği, toplam antosiyanin ve ekstraksiyon veriminin sırasıyla 109.74 mg GAE/g, 373.26 mg/g ve %20.83 olduğunu göstermiştir. Ohmik ısıtma işlemiyle ekstrakt eldesinde en iyi yöntem olarak ön plana çıkmıştır.



İKİNCİ BÖLÜM

2. YÖNTEM

2.1. MATERYALLER

Tez çalışmasında kullanılan kırmızı goji berry (*Lycium barbarum* L.) bitkisinin kuru olarak elde edilen meyve örnekleri analizlere kadar +4 °C’de muhafaza edilmiştir. Tez çalışmasında kullanılan tüm kimyasallar analitik saflıkta Merck, Sigma-Aldrich ve Isolab firmalarından temin edilmiştir.

2.2. BOX–BEHNKEN DENEY TASARIMI VE YANIT YÜZEY YÖNTEMİ İLE OPTİMİZASYON

Deney tasarımında kullanılan bağımsız/bağımlı değişkenler Tablo 1’de verilmiştir. Ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon (ODE) yöntemi için uygulanacak çalışma koşulları (sıcaklık, süre ve elektrik alan şiddeti), Box–Behnken tasarımı kullanılarak belirlenmiştir. Dış faktörlerin etkilerini azaltmak amaçlı deney sıralaması rastgele hazırlanmıştır. Bu çalışmada tüm olası kombinasyonları test etmeden, daha az deneme ile değerli ve anlamlı veri eldesi sağladığı için Box–Behnken tasarımı tercih edilmiştir. Bağımlı değişkenler ise, toplam fenolik bileşik (TFB), toplam flavonoid bileşik (TFlaB) ve antioksidan aktivite (DPPH) olarak belirlenmiştir. DeneySEL veriler, aşağıdaki ikinci dereceden polinom denkleminde (Eşitlik 1) uyarlanmıştır (Gao vd., 2008). Bu denklemde Y, bağımlı değişkenler; b_i, katsayılar; ve X_i, bağımsız değişkenler olarak tanımlanmaktadır.

$$Y=b_0+b_1X_1+b_2X_2+b_3X_3+b_4X_1^2+b_5X_2^2+b_6X_3^2+b_7X_1X_2+b_8X_1X_3+b_9X_2X_3 \quad (1)$$

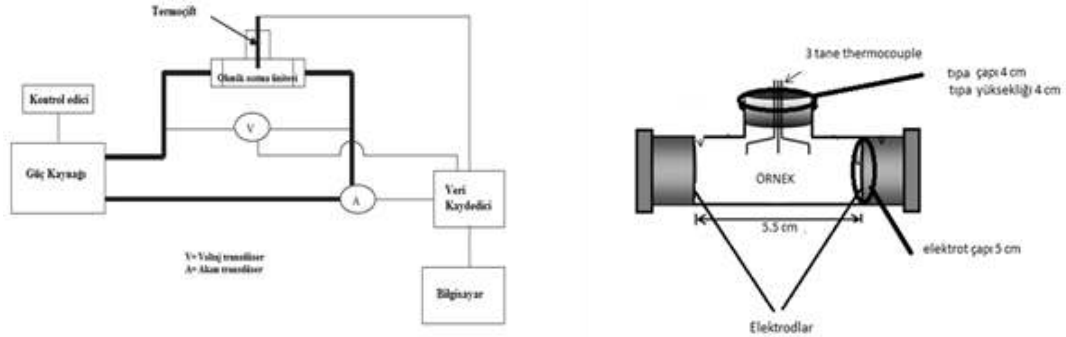
Tablo 1: Ohmik Isıtma Destekli Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu İçin Kullanılan Bağımlı ve Bağımsız Değişkenler

Bağımsız Değişkenler	Bağımlı Değişkenler
Ohmik ısıtma hazne sıcaklığı (X ₁): 40, 50 ve 60 °C	Toplam fenolik bileşik (TFB)
Ohmik ısıtma haznesinde kalma süresi (X ₂): 20, 40 ve 60 dk	Toplam flavonoid bileşik (TFlaB)
Elektrik alan şiddeti (X ₃): 15, 30 ve 45 V/cm	Antioksidan aktivite (DPPH)

Deney tasarımına göre yapılan ekstraktlardan elde edilen verilere göre optimizasyon uygulanmıştır. Yanıt yüzeyi yöntemi ile yapılan optimizasyon sırasında optimum koşulları saptamak amacıyla TFB, TFlaB ve DPPH değerleri maksimize edilmiştir.

2.3. OHMİK ISITMA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON (ODE)

Ekstraksiyon aşamasında ohmik ısıtma sistemi (CLOH-1000, CLS, Türkiye) kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan ekstraksiyon sisteminin şematik gösterimi Şekil 1’de verilmiştir. Ohmik ısıtma sistemi, yüksek sıcaklıklara dayanıklı cam özellikli ısıtma hücresi (15 cm uzaklık ve 5 cm çapına sahip paslanmaz çelik iki adet silindirik elektroda sahip), güç kaynağı ve güç kaynağına bağlı kontrol edici ve sıcaklık/gerilim/akım verilerinin kaydedildiği bilgisayardan oluşmaktadır. Isıtma hücresinin sıcaklığı, teflon kaplama termoçift ile kontrol edilmektedir. Güç kaynağı, 50 Hz frekansta, maksimum 1000 V gerilim sağlayacak şekilde tasarlanmıştır. ODE belirlenen deney tasarımına bağlı olarak, 3 farklı elektrik alan şiddeti (15, 30 ve 45 V/cm), süre (20, 40 ve 60 dakika) ve sıcaklık (40, 50 ve 60 °C) uygulanmıştır. Bu şartlar altında işlem sonunda elde edilen ekstraktlar analiz öncesine kadar -18 °C sıcaklıkta, oksijen ve ışık görmeyecek şekilde bekletilmiştir. Çözücü olarak %70 (w/w) etanol-su karışımı kullanılmıştır. İşlem esnasında katı:solvent oranı 1:15 olarak belirlenmiştir. Hazırlanan ekstraktlarda, toplam fenolik-flavonoid bileşik ve antioksidan aktivite analizleri yapılmış ve ek olarak ekstraktların bireysel fenolik profilleri belirlenmiştir. Çalışmada kontrol grubu olarak maserasyon yöntemi kullanılmış ve aynı çözücü (%70 etanol-su) kullanılarak ekstraksiyon (oda sıcaklığında 24 saat bekletilerek) gerçekleştirilmiştir.



Şekil 9: a) Ohmik Isıtma Sisteminin Şematik Gösterimi, b) Ohmik Isıtma Hücresinin Şematik Gösterimi

2.4. ANALİZLER

2.4.1. Ekstraktların Toplam Fenolik Bileşik (TFB) Miktarının Belirlenmesi

Elde edilen ekstraktların toplam fenolik madde miktarı Magalhães vd. (2010) önerdiği yöntemle göre gerçekleştirilmiştir. Buna göre 50 µL ekstrakt, 50 µL Folin Reagent (1:5, v/v) ve 100 µL 0.35 M NaOH microplate kuyucuğuna sırasıyla eklendikten sonra 3 dakika bekletilmiştir. Daha sonra 760 nm’de absorbans (Epoch Microplate Spectrophotometer/Biotek Instruments) ölçümü yapılmıştır. Sonuçlar galik asit ile hazırlanan standart eğrinin denkleminde hesaplanarak mg GAE/g olarak ifade edilmiştir.

2.4.2. Ekstraktların Toplam Flavonoid Bileşik (TFlaB) Miktarının Belirlenmesi

Goji berry ekstraktlarının toplam flavonoid madde miktarı Kostić vd. (2021) önermiş olduğu yönteme göre gerçekleştirilmiştir. Buna göre 125 µL örnek, 625 µL dH₂O ve 37,5 µL %5'lik NaNO₂ çözeltisi deney tüpünde birleştirildikten sonra vortekslendi. Ardından hazırlanan bu karışım 6 dakika bekletildikten sonra üzerine 75 µL %10'luk AlCl₃.6H₂O çözeltisi eklendikten sonra tekrar vortekslenerek karanlıkta 5 dakika inkübe edildi. Ardından karışıma 250 µL 1M NaOH ve 138 µL distile su eklenip vortekslenerek 20 dakika inkübe edildi. Daha sonra hazırlanan bu karışımından 200 µL mikropate aktararak 510 nm'de absorbans ölçümü (Epoch Microplate spectrophotometer/Biotek Instruments) yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar kuersetin ile hazırlanan standart eğrinin denkleminde hesaplanarak mg QE/g olarak ifade edilmiştir.

2.4.3. Ekstraktların Antioksidan Aktivitesinin Belirlenmesi

Ekstraktların antioksidan aktiviteleri, radikal süpürücü aktivite (DPPH; 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) yöntemi ile Bobo-García vd. (2015) tarafından önerilen yöntemin modifiye edilmiş hali ile belirlenmiştir. Buna göre mikropate içerisine 50 µL örnek ve 150 µL DPPH çözeltisi eklendikten sonra elde edilen bu karışım 20 dakika karanlıkta inkübe edilmiştir. Daha sonra 517 nm'de absorbans ölçümü (Epoch Microplate spectrophotometer/Biotek Instruments) yapılmıştır. Toplam antioksidan kapasite Trolox ile hazırlanan standart eğrinin denkleminde hesaplanarak sonuçlar mg TE/g olarak ifade edilmiştir.

2.4.4. Ekstraktların Bireysel Polifenolik Bileşik İçeriğinin LC-MS/MS ile Belirlenmesi

ODE yöntemi kullanılarak hazırlanan ekstraktlarda (-)-epikateşin, apigenin, artepillin C, epigallokateşin+gallokteşin, epikateşin gallat, galangin, gallik asit, hesperidin, hiperozid, kafeik asit fenil ester, kamferol, kateşin+epikateşin, kateşol, klorojenik asit, krisin, kuersetin, kuersitrin, luteolin, mirisetin, naringenin, pinobanksin, pinosembrin, *p*-kumarik asit, rutin, *trans*-ferulik asit, *trans*-kafeik asit, *trans*-sinnamik asit olmak üzere toplamda 27 farklı fenolik bileşik standart olarak kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Ekstraktlarda fenolik bileşiklerin taraması için 100 µL ekstrakt ve 900 µL su:metanol:formik asit (v:v:v, 80:19:1) solüsyonu ile karıştırılmış ve 2 dk vortekslendikten sonra 10.000 rpm'de 10 dk santrifüj edilmiştir. Ardından örnekler kantitatif analizler için LC-MS/MS sistemine enjekte edilmek üzere hazır hale getirilmiştir. LC-MS/MS analizleri Thermo TSQ Quantis kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Veri eldesi ve işlenmesi Chromeleon 7.1 (Thermo LC-MS yazılımı) ile yapılmıştır. Maddelerin ayrıştırılması Thermo C18 HPLC kolonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Otomatik örnekleyici sıcaklığı, 4 °C; kolon sıcaklığı, 30 °C; akış hızı 0.2

mL/dk, mobil fazlar, 5 mM amonyum asetat (mobil faz A) ve %1 asetik asit içeren asetonitril:metanol (1:1, v:v) çözeltileri; 5 µL enjeksiyon hacmi ve toplam analiz süresi 28 dk olacak şekilde LC parametreleri ayarlanmıştır. Elektrosprey iyonizasyon kaynağı ile donatılmış üç kutuplu LC-MS Thermo TSQ Quantis ile MS analizleri gerçekleştirilmiştir. Sprey voltajı pozitif ve negatif modda 3 kV, sheat gaz akışı 54 arb, oksilyer gaz akışı 11 arb, sweep gazı 1 arb, iyon transfer tüpü sıcaklığı 275 °C ve buharlaşma sıcaklığı 400 °C olacak şekilde MS parametreleri ayarlanmıştır.

2.4.5. İstatistik Analizler

Goji berry ekstraksiyonunda optimum koşulların elde edilmesi için yüzey yanıt yöntemi (RSM) uygulanmıştır. Toplam fenolik bileşik, toplam flavonoid bileşik ve antioksidan aktivite üzerindeki etkisi ve aralarındaki korelasyon ile regresyon analizleri Minitab 19 paket programı $p \leq 0.05$ güven aralığında yapılmıştır.

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. OHMİK ISITMA DESTEKLİ EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU

Ohmik ısıtma, ekstraksiyon esnasında doğrudan elektrik akımı geçirerek gıdayı ısıtma işlemi olup son yıllarda gıda endüstrisinde biyoaktif bileşenlerin ekstraksiyonu için en umut verici tekniklerden birisi olarak kabul edilmektedir (Knirsch vd., 2010). Bu yöntem, gıdalarda hızlı ve homojen bir ısıtma sağlamanın yanında ürün kalitesinin iyileştirilmesi (besin kalitesinin-renginin-dokusunun korunması) ve farklı gıdalara da uygulanabilirliği sebebiyle son yıllarda geleneksel yöntemle alternatif yenilikçi yöntemler arasında değerlendirilmektedir (Astráin-Redín vd., 2024). Bu nedenle, bu çalışmada goji berry gibi biyoaktif içeriği yüksek bir bitkinin meyvesinde biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonu için ODE parametreleri optimize edilmiş ve ekstraktların toplam fenolik-flavonoid madde ve antioksidan aktivite içerikleri değerlendirilmiştir. Goji berry meyvesinden biyoaktif bileşik eldesi için uygulanan ODE işlemleri, 17 aşamalı (5 merkez noktalı) Box-Behnken deney tasarımına göre yapılmıştır. Üç bağımsız değişkenin (X_1 : ohmik ısıtma hazne sıcaklığı-°C, X_2 : ohmik ısıtma haznesinde kalma süresi-dk ve X_3 : Elektrik alan şiddeti-V/cm) ekstraksiyona etkisi değerlendirilmiştir. Deney tasarımına bağlı olarak, bağımlı değişkenlere ait sonuçlar Tablo 2’de sunulmuştur. Tablo incelendiğine TFB (Y_1 , toplam fenolik bileşik-mg GAE/g) değerlerinin 17.9244-23.8257 mg GAE/g, TFlaB (Y_2 , toplam flavonoid bileşik-mg/g) değerlerinin 6.1795-7.3289 mg QE/g ve DPPH (Y_3 , antioksidan aktivite-mg TE/g) değerlerinin ise 13.4217-24.5275 mg TE/g aralığında değiştiği görülmektedir.

Tablo 2: Box-Behnken Deney Tasarımına Göre Elde Edilen Bağımlı Değişkenlere Ait Deneysel Veriler

Deney No	X_1^a	X_2	X_3	Y_1	Y_2	Y_3
1	50	40	30	17.9244	6.1795	18.6062
2	50	40	30	22.4451	6.7463	18.4615
3	50	40	30	23.7748	6.9353	18.0009
4	50	60	45	21.8004	7.0674	18.5536
5	60	60	30	22.4931	7.2248	18.4483
6	60	20	30	19.6732	6.8811	18.2246
7	50	40	30	21.3463	6.8618	13.9086
8	50	60	15	21.2255	6.7542	13.4217
9	40	40	45	22.2509	7.0123	24.5275

10	60	40	45	23.1650	6.6921	24.2117
11	40	20	30	19.7052	7.1260	24.5012
12	40	60	30	19.6300	6.8653	24.3565
13	50	40	30	21.9733	6.8662	24.3565
14	40	40	15	20.3185	6.4962	24.4486
15	60	40	15	23.8257	7.3289	24.2249
16	50	20	15	22.6411	6.6921	24.4486
17	50	20	45	22.8282	7.1260	24.1986

^a X₁, Ohmik ısıtma hazne sıcaklığı-°C; X₂, Ohmik ısıtma haznesinde kalma süresi-dk; X₃, Elektrik alan şiddeti-W/cm; Y₁, Toplam fenolik bileşik (TFB)-mg GAE/g; Y₂, Toplam flavonoid bileşik (TFlaB)-mg QE/g; Y₃, Antioksidan aktivite (DPPH)-mg TE/g.

Sürecin tahmini için doğrusal, ikinci dereceden ve iki faktörlü interaksiyon etkilerini içeren tam ikinci dereceden regresyon modeli ve elde edilen istatistiksel parametreler Tablo 3'de sunulmuştur.

Tablo 3: Regresyon Analizi Sonucu Elde Edilen Denklemler ve İstatistiksel Parametreler

Bağımlı değişkenler	Model eşitlikleri	R ²	Adj R ²	Model uyumsuzluğu
Y ₁	Y ₁ =-0.63*+1.012X ₁ *-0.156X ₂ -0.188X ₃ - 0.01064X ₁ ² *-0.003325 X ₂ ² *+0.00681X ₃ ² *+0.00786X ₁ X ₂ *- 0.00432X ₁ X ₃ +0.00032X ₂ X ₃	%92.93	%77.01	0.419
Y ₂	Y ₂ =6.34*+0.0417X ₁ - 0.083X ₂ +0.0642X ₃ *-0.00072X ₁ ² + 0.00061X ₂ ² *- 0.000828X ₃ ² *+0.000756X ₁ X ₂ *- 0.000101X ₂ X ₃	%93.78	%83.83	0.417
Y ₃	Y ₃ =144.9*-4.19X ₁ - 0.330X ₂ *+0.902X ₃ +0.0421X ₁ ² *+ 0.00004X ₂ ² +0.01287X ₃ ² *- 0.00015X ₁ X ₃ +0.00448X ₂ X ₃	%91.09	%76.84	0.674

*Önem derecesi P≤0.05; X₁, Ohmik ısıtma hazne sıcaklığı-°C; X₂, Ohmik ısıtma haznesinde kalma süresi-dk; X₃, Elektrik alan şiddeti-V/cm; Y₁, Toplam fenolik bileşik (TFB)-mg GAE/g; Y₂, Toplam flavonoid bileşik (TFlaB)-mg QE/g; Y₃, Antioksidan aktivite (DPPH)-mg TE/g.

Modelin iyi uyum sağlayabilmesi için minimum R² değerinin %80'den, ayarlanabilir (Adj) R² değerlerinin %70'den yüksek olması gerektiği bilinmektedir (Gan vd., 2007; Granato vd., 2010). Bu çalışmada denklemlerin R² değerlerinin %91.09-93.78, Adj R² değerlerinin ise %76.84-83.83 aralığında değiştiği bulunmuş olup bu koşulu sağladıkları belirlenmiştir. Diğer bir istatistiksel faktör olan model uyumsuzluğu (Lack of fit) ise modelin matematiksel formunun uygunsuzluğundan kaynaklanan hataya denilmekte olup bu değer istatistiksel

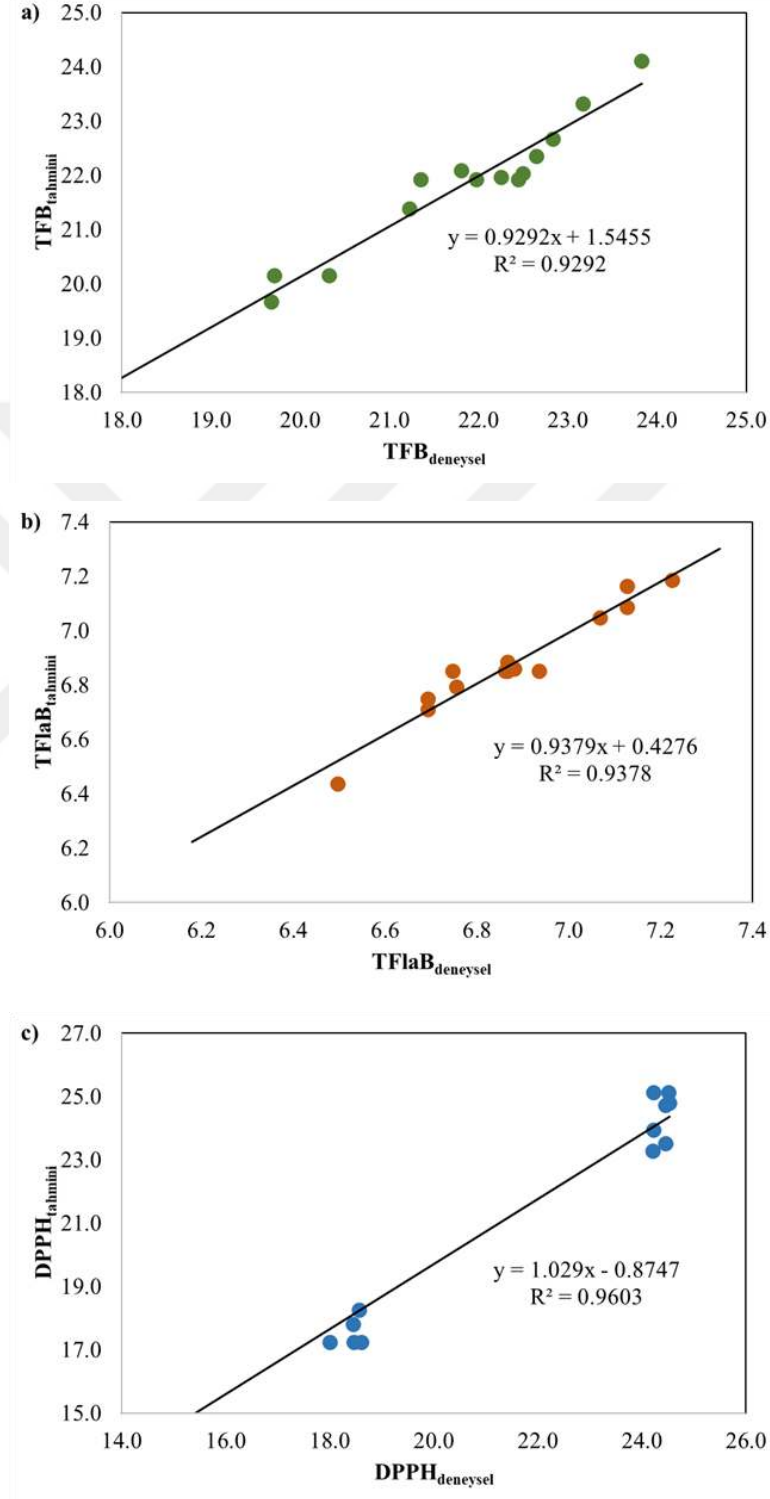
olarak önemsiz olması beklenmektedir (Box ve Draper, 2007). Tablo 3 incelendiğinde, regresyon modelinin uyumsuzluk değerinin önemsiz bulunduğu görülmüştür ($P>0.05$). Bağımlı değişkenlere ait ANOVA değerleri Tablo 4’de verilmiştir.

Tablo 4: Bağımlı Değişkenlere Ait ANOVA Analiz Sonuçları

	Kaynak	DF	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F-Değeri	P-Değeri
TFB	Model	9	19.0368	2.11521	5.84	0.049
	Lineer	3	9.9735	3.32450	9.18	0.029
	X ₁	1	9.4368	9.43675	26.05	0.007
	X ₂	1	0.7945	0.79451	2.19	0.213
	X ₃	1	0.5170	0.51696	1.43	0.298
	Kare	3	12.1583	4.05277	11.19	0.020
	X ₁ *X ₁	1	3.3937	3.39372	9.37	0.038
	X ₂ *X ₂	1	5.3056	5.30561	14.64	0.019
	X ₃ *X ₃	1	7.0419	7.04192	19.44	0.012
	İnteraksiyon	3	6.6549	2.21830	6.12	0.056
	X ₁ *X ₂	1	4.9363	4.93627	13.62	0.021
	X ₁ *X ₃	1	1.6810	1.68104	4.64	0.098
	X ₂ *X ₃	1	0.0376	0.03759	0.10	0.763
	Hata	4	1.4492	0.36230		
	Model Uyumsuzluğu	2	0.8415	0.42074	1.38	0.419
	Saf hata	2	0.6077	0.30385		
	Toplam	13				
TFIaB	Model	8	0.497497	0.062187	9.43	0.012
	Lineer	3	0.149154	0.049718	7.54	0.027
	X ₁	1	0.000003	0.000003	0.00	0.985
	X ₂	1	0.000938	0.000938	0.14	0.722
	X ₃	1	0.132143	0.132143	20.03	0.007
	Kare	3	0.253351	0.084450	12.80	0.009
	X ₁ *X ₁	1	0.016566	0.016566	2.51	0.174
	X ₂ *X ₂	1	0.190275	0.190275	28.84	0.003
	X ₃ *X ₃	1	0.111099	0.111099	16.84	0.009
	İnteraksiyon	2	0.094991	0.047496	7.20	0.034
	X ₁ *X ₂	1	0.091348	0.091348	13.85	0.014
	X ₂ *X ₃	1	0.003643	0.003643	0.55	0.491
	Hata	5	0.032983	0.006597		
	Model Uyumsuzluğu	2	0.014584	0.007292	1.19	0.417
	Saf hata	3	0.018399	0.006133		
	Toplam	13				
DPPH	Model	8	200.089	25.0111	6.39	0.028
	Lineer	3	89.310	29.7702	7.61	0.026
	X ₁	1	0.181	0.1810	0.05	0.838
	X ₂	1	79.007	79.0072	20.19	0.006
	X ₃	1	3.060	3.0599	0.78	0.417
	Kare	3	103.535	34.5117	8.82	0.019
	X ₁ *X ₁	1	56.826	56.8257	14.52	0.012
	X ₂ *X ₂	1	0.001	0.0009	0.00	0.989
	X ₃ *X ₃	1	26.817	26.8171	6.85	0.047
	İnteraksiyon	2	7.243	3.6216	0.93	0.455
	X ₁ *X ₃	1	0.002	0.0021	0.00	0.982
	X ₂ *X ₃	1	7.241	7.2411	1.85	0.232
	Hata	5	19.564	3.9128		
	Model Uyumsuzluğu	2	4.528	2.2642	0.45	0.674
	Saf hata	3	15.036	5.0119		
	Toplam	13				

X₁, Ohmik ısıtma hazne sıcaklığı-°C; X₂, Ohmik ısıtma haznesinde kalma süresi-dk; X₃, Elektrik alan şiddeti-V/cm

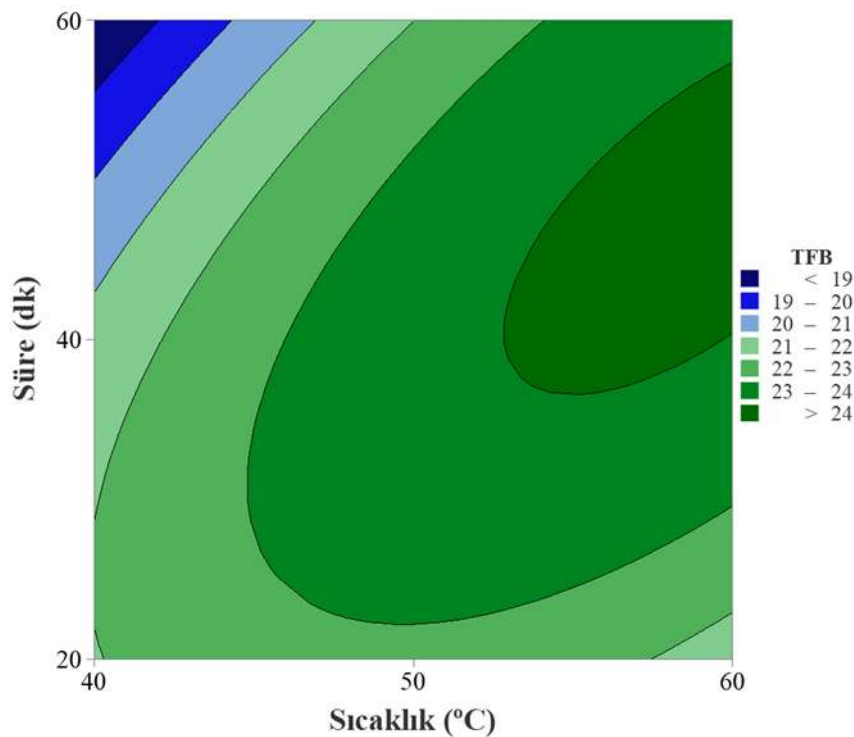
Bağımlı değişkenlere ait deneysel ve tahmini değerlerin uyumu Şekil 10a-c’de de görülmektedir. Görüldüğü üzere Şekil 10a’da TFB, Şekil 10b’de TFlaB ve Şekil 10c’de ise DPPH bağımlı değişkenlerine ait deneysel ve tahmini değerlerinin uyumunun $R^2 > 0.92$ olduğu saptanmıştır.



Şekil 10: a) TFB, b) TFlaB, c) DPPH Değişkenlerine Ait Deneysel ve Tahmini Değerlerin Uyumu

3.1.1. Elektrik Alan Şiddeti, Sıcaklık ve Süre Parametrelerinin Toplam Fenolik Bileşik (TFB) Miktarı Üzerine Etkisi

Farklı proses koşullarının TFB miktarı üzerine etkisi incelendiğinde, en etkili bağımsız değişkenin sıcaklık olduğu saptanmıştır (Tablo 3). Ek olarak tüm bağımsız değişkenlerin kareleri ile süre*sıcaklık interaksiyonu da istatistiksel olarak etkili bulunmuştur ($p \leq 0.05$). TFB miktarı ile sıcaklık arasında pozitif bir korelasyon bulunmakta olup, sıcaklık artışı TFB verimini olumlu etkilemiştir. Sıcaklık ve süre ile TFB miktarının değişimi Şekil 11’de görülmektedir. Yüksek sıcaklık ve ortalama bir süre ile en yüksek TFB miktarı elde edilmiştir. En yüksek TFB değeri sıcaklığın 60 °C, sürenin 40 dk ve elektrik alan şiddetinin 15 V/cm olduğu koşullarda 23.83 mg GAE/g olarak belirlenmiştir (Tablo 2).



Şekil 11: TFB Değerlerinin Süre ve Sıcaklık ile Değişimi (EAŞ Sabit Değer=45 V/cm)

Literatürde goji berry meyve ekstraksiyonu için bu tez çalışması kapsamında tercih edilen ODE yöntemi kullanılmamasına rağmen farklı doğal ürünlerden toplam fenolik bileşik ekstraksiyonu için bu yöntem kullanılmıştır (Pereira vd., 2020; Kutlu, 2021a, 2021b; Gumustepe vd., 2023). Bununla birlikte goji berry meyvesinden farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak toplam fenolik madde içeriğinin değerlendirildiği araştırmalar literatürde mevcuttur. Örneğin, Yunanistan’da yetiştirilen goji berry meyvelerinde ultrasonik destekli yöntem kullanılarak toplam fenolik bileşik ekstraksiyonu optimize edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre ekstraktların toplam fenolik bileşik içeriğinin 153.762-406.619 mg GAE/L aralığında değiştiği belirlenmiştir (Skenderidis vd., 2017). Benzer şekilde, Tripodo vd. (2018) yaptıkları çalışmada basınçlı sıvı ekstraksiyon yöntemi için ekstraksiyon şartlarını optimize

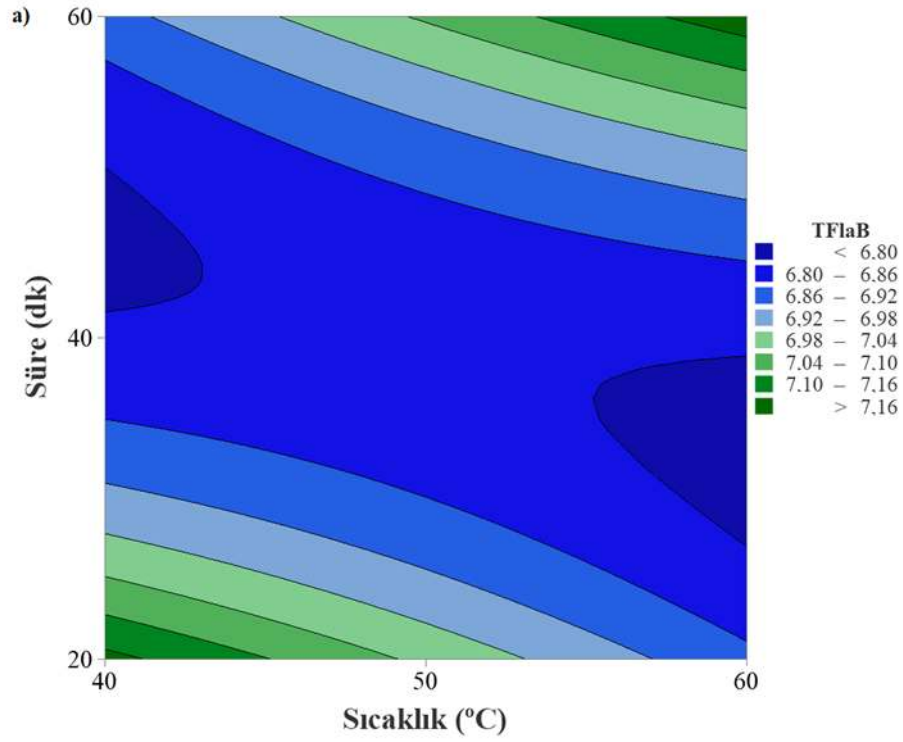
etmek için goji berry meyvesinin toplam fenolik madde, ekstraksiyon verimi, toplam flavonoid madde ve antioksidan aktivite içeriklerini değerlendirmişlerdir. Araştırmacılar ekstraksiyon şartlarının farklılığına göre goji berry meyvelerinin toplam fenolik madde içeriğinin en düşük 5.72 mg GAE/g, en yüksek ise 74.84 mg GAE/g arasında olduğunu rapor etmişlerdir. Bizim çalışmamızda ise, goji berry meyvesinin farklı ODE proses şartları altında toplam fenolik madde içeriğinin 17.9244-23.8257 mg GAE/g arasında değişkenlik gösterdiği belirlenmiştir. Literatürde yapılan bu çalışmalar ile bizim çalışmamıza ait sonuçların farklılığı değerlendirildiğinde bu durum ekstraksiyon yöntemlerinin-parametrelerinin farklılığı, meyvelerin botanik ve coğrafik orijinlerinin farklılığı gibi birçok değişkenle bağlantılı olabilir. Bu nedenle goji berry meyvelerinden yüksek oranda biyoaktif madde ekstraksiyonu için farklı ekstraksiyon yöntemleri ve parametreleri kullanılarak optimum ekstraksiyon şartlarının belirlenmesi önemlidir.

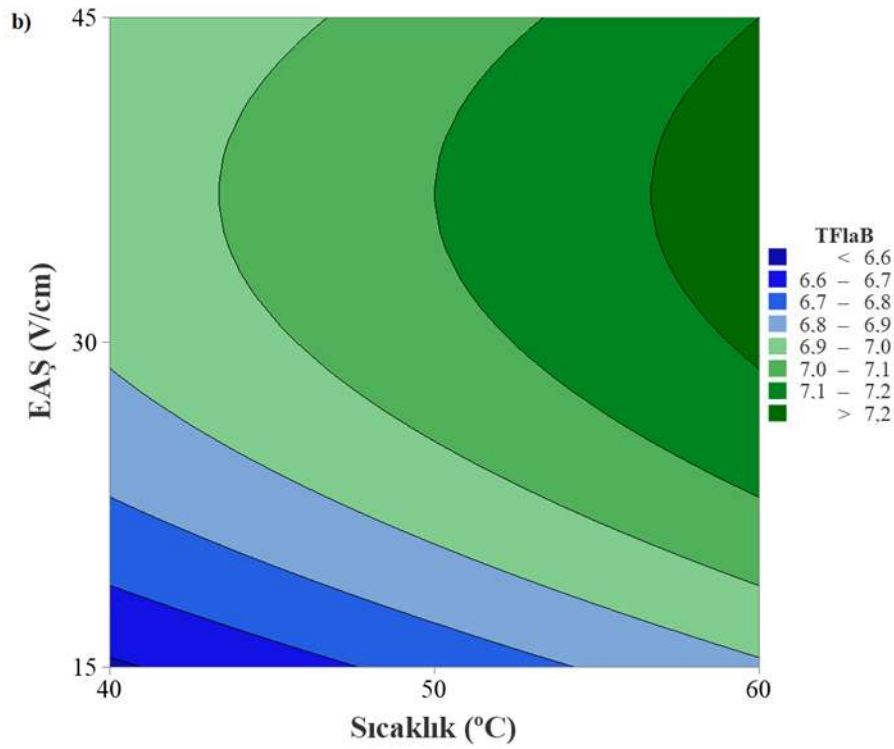
Daha önce yapılan araştırmalarda farklı gıdalar ODE yöntemi kullanılarak ekstrakte edilmiş ve bu gıdaların toplam fenolik içerik değerlendirmesi yapılarak bu yöntemin avantaj ve dezavantajlarına değinilmiştir (Pereira vd., 2020; Kutlu vd., 2021a). Pereira vd. (2020) yaptıkları çalışmada üzüm kabuğu ekstraksiyonunda ODE yöntemini kullanmış ve elde edilen ekstraktların en yüksek toplam fenolik madde içeriğine 100 °C sıcaklık ve 1 sn ohmik ısıtma ön işlemi uygulanarak hazırlanan ekstrakta elde edildiğini rapor etmişlerdir. Bu araştırmacılar elde ettikleri sonuçlara göre ohmik ısıtma desteğinin verimi artırdığını ve enerji sarfiyatını düşürdüğü için önemli olduğunu bildirmişlerdir. Benzer şekilde, Kutlu vd. (2021a) kıvılcık meyvesinden biyoaktif bileşenlerin ekstraksiyonu için ODE'ye ek olarak ultrasonik destekli ekstraksiyon ve maserasyon yöntemlerini kullanmışlardır. Araştırmacılar, ODE yöntemi ile diğer iki yöntemle kıyasla daha yüksek toplam fenolik madde içeriğinin kaydedildiğini rapor etmişlerdir. Farklı literatür çalışmalarından elde edilen bu sonuçlar, toplam fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu için ODE yönteminin umut verici olduğunu göstermektedir.

3.1.2. Elektrik Alan Şiddeti, Sıcaklık ve Süre Parametrelerinin Toplam Flavonoid Madde Üzerine Etkisi

Fenolik bileşiklere veya polifenoller sınıfına dahil edilen flavonoidler bitkilerde en bol bulunan sekonder metabolitlerdir. Flavonoidlerin bitkideki miktarı bitkinin yetiştirilme koşullarına, toprak ve iklim özelliklerine göre farklılık göstermektedir. Bu grup bileşiklerin insan sağlığı için olan faydaları sebebiyle gıda teknolojisi alanında geri kazanımlarına yönelik olan ilgi sürekli devam etmektedir (Dias vd., 2021). Bu tez çalışmasında, ODE proses koşullarının TFlaB üzerine etkisi incelendiğinde, en etkili bağımsız değişkenin elektrik alan şiddeti olduğu saptanmıştır (Tablo 3). Ek olarak süre ve elektrik alan şiddetinin kareleri ile

süre*sıcaklık interaksyonu da istatistiksel olarak etkili bulunmuştur ($p \leq 0.05$). TFlaB ile elektrik alan şiddeti arasında pozitif bir korelasyon bulunmakta olup, elektrik alan şiddeti artışı TFlaB verimini de artırmıştır. Şekil 12a'da TFlaB'nin sıcaklık ve süre ile Şekil 12b'de ise TFlaB'nin elektrik alan şiddeti ve sıcaklık ile değişimi verilmiştir. Sıcaklık*süre interaksyonunda ikisinin de minimum ya da maksimum olduğu koşullarda TFlaB veriminin yüksek olduğu gözlenmiştir. En yüksek TFlaB değeri, TFC değerinde olduğu gibi sıcaklığın 60 °C, sürenin 40 dk ve elektrik alan şiddetinin 15 V/cm olduğu koşullarda 7.33 mg/g olarak elde edilmiştir (Tablo 2).





Şekil 12: TFlaB Değerlerinin a) Süre ve Sıcaklık (EAŞ Sabit Değer=45 V/cm) b) Elektrik Alan Şiddeti ve Sıcaklık (Süre Sabit Değer=60 dk) ile Değişimi

Bu tez çalışmasına benzer şekilde, farklı araştırmalarda goji berry meyvesinin toplam flavonoid madde içeriği değerlendirilmiştir. İslam vd. (2017), kırmızı goji berry (*Lycium barbarum*) ve siyah goji berry (*Lycium ruthenicum*) meyvelerini orbital çalkalayıcıda 3 saat ön işleme maruz bıraktıktan sonra 12 saatlik inkübasyon sonucu elde ettikleri ekstraktların toplam fenolik, karotenoid ve antosiyanin içerikleri ile antioksidan kapasiteleri üzerine karşılaştırmalı bir çalışma yapmışlardır. Araştırmacılar, kırmızı goji berry ve siyah goji berry meyvelerinin toplam flavonoid madde içeriklerini sırasıyla 2.17-4.48 mg GAE/g ve 7.26-9.01 mg GAE/g olarak belirlemişlerdir. Peixodo vd. (2023) kırmızı goji berry (*Lycium barbarum*)’den biyoaktif maddelerin ultrasonik destekli ve maserasyon yöntemi kullanarak ekstraksiyonunun optimizasyonu üzerine bir çalışma yürütmüşlerdir. Araştırmacılar, farklı ekstraksiyon yöntemlerinin goji berry meyvesinden toplam flavonoid madde ekstraksiyonunu etkilediğini belirterek en yüksek toplam flavonoid madde miktarının ultrasonik destekli ekstraksiyon yöntemi ile elde edildiğini rapor etmişlerdir. Araştırmacılar optimum ultrasonik ve maserasyon ekstraksiyon şartlarında toplam flavonoid madde içeriğini sırasıyla 3.15 mg QE/g ve 2.99 mg QE/g olduğunu bildirmişlerdir. Do vd. (2024) yaptıkları çalışmada 2 farklı yöntemle kurutulan goji berry meyvesinden farklı çözücüler kullanarak biyoaktif madde ekstraksiyonu gerçekleştirmişlerdir. Araştırmacılar hazırlanan ekstraktların toplam flavonoid madde içeriğinin 13.3 mg OCE/g – 31 mg OCE/g arasında değişkenlik gösterdiğini rapor etmişlerdir. Bununla birlikte, Ferreira-Santos vd. (2024) tarafından yapılan bir diğer çalışmada ODE yöntemiyle

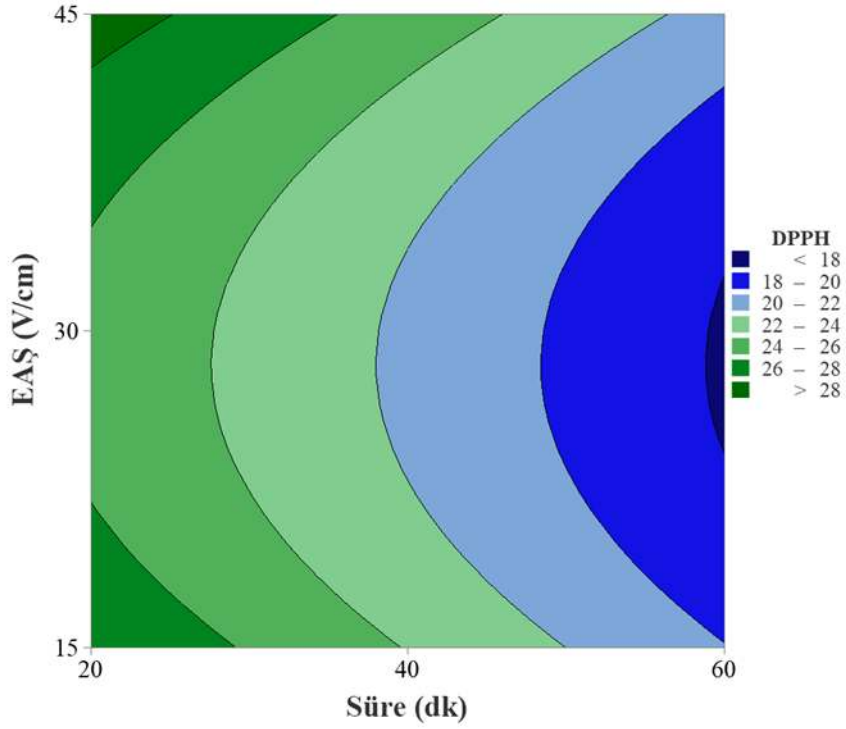
üzüm posasından biyoaktif madde ekstraksiyonu gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon esnasında farklı ekstraksiyon parametrelerinin (katı:çözücü oranı, süre, sıcaklık) biyokatı madde ekstraksiyonu üzerine olan etkisi değerlendirilmiştir. Araştırmacılar 80 °C, %50 etanol:su ve 30 dk'lık sürenin kullanıldığı ekstraksiyon parametrelerinde ekstraktın toplam flavonoid madde içeriğinin daha yüksek olduğunu rapor etmişlerdir. Ek olarak, toplam flavonoid madde içeriğinin geleneksel yöntem ve ODE yöntem kullanılarak hazırlanan ekstraktlar için sırasıyla 26.32 ± 1.4 mg CE/g ve 37.98 ± 2.3 mg CE/g olarak belirlemişlerdir. Bu durum ODE yöntemi ile daha yüksek oranda flavonoid madde ekstrakte edildiğini açık bir şekilde göstermektedir. Bu tez çalışmasında ODE yöntemi kullanılarak hazırlanan goji berry ekstraktlarının toplam flavonoid madde içeriği 6.1795-7.3289 mg QE/g arasında değişkenlik göstermiştir. Elde edilen bu sonuçlar, Do vd. (2024) ile Ferreira-Santos vd. (2024)'nin elde etmiş olduğu sonuçlara kıyasla düşük olmasına rağmen Peixoto vd. (2023)'nin elde etmiş olduğu sonuçlara kıyasla daha yüksektir. Fakat, toplam fenolik madde ekstraksiyon verimine benzer şekilde, elde edilen tüm bu sonuçlardaki farklılıklar / benzerlikler kullanılan gıda ürünün biyoaktif içeriğinin değişkenliğinin ve aynı zamanda ekstraksiyon şartlarının toplam flavonoid madde içeriğini önemli ölçüde etkilediğini göstermektedir.

3.1.3. Elektrik Alan Şiddeti, Sıcaklık ve Süre Parametrelerinin Antioksidan Aktivite Üzerine Etkisi

Hem doğal hem de sentetik formdaki antioksidanlar, serbest radikalleri temizleyebilir ve insan vücudundaki oksidasyon süreçlerini engelleyebilir (Ahmad ve Langrish vd., 2012). Bu nedenle farklı doğal ürünlerin antioksidan içeriğinin maksimum verimle geri kazanımı önemlidir. Bu bağlamda bu çalışmada yaygın bir yöntem olarak kullanılan DPPH yöntemi ile ekstraktların antioksidan kapasiteleri değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, farklı ODE proses koşullarının DPPH üzerine etkisi incelendiğinde, en etkili bağımsız değişkenin süre olduğu saptanmıştır (Tablo 3). Ek olarak sıcaklık ve elektrik alan şiddetinin kareleri de istatistiksel olarak etkili bulunmuştur ($p \leq 0.05$). DPPH ile süre arasında negatif bir korelasyon bulunmuş olup, süre artışı antioksidan aktiviteyi düşürmüştür. Elektrik alan şiddeti ve süre ile DPPH'in değişimi Şekil 3'de görülmektedir. Buradan da anlaşılabacağı üzere sürenin yükselmesi ile DPPH minimum değerini almıştır. En yüksek DPPH değeri, sıcaklığın 40 °C, sürenin 40 dk ve elektrik alan şiddetinin 45 V/cm olduğu koşullarda 24.43 mg TE/g olarak hesaplanmıştır (Tablo 2).

Yapılan farklı çalışmalarda ODE yöntemi dışında farklı ekstraksiyon yöntemleri ile hazırlanan goji berry ekstraktlarının antioksidan aktiviteleri belirlenmiştir (Skenderidis vd., 2017; Peixoto vd., 2023; Do vd., 2024; Teixeira vd., 2024; Ferreira-Santos vd., 2024). Ozkan

vd. (2018) goji berry (*Lycium barbarum* L.) meyvelerinin maserasyon yolu ile su ve metanol ile hazırladıkları ekstraktlarının DPPH ile ölçtükleri antioksidan aktivitesini sırasıyla %90.36 ve %70.83 olarak rapor etmişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre metanol ekstraktının antioksidan aktivitesinin daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Bu durum her ne kadar aynı ekstraksiyon yöntemi kullanılsa da bu aşamada kullanılan çözücü tipinde dikkate değer bir faktör olduğunu literatürü destekler şekilde ortaya koymaktadır. Benzer şekilde, Turan vd. (2023) taze ve kuru goji berry örneklerini 1:10 oranında hazırladıkları metanol çözeltilisinde ultrasonik destekli yöntem ile ekstrakte etmişlerdir. Elde edilen sonuçlara göre taze goji berry örneklerinin DPPH testiyle ölçülen antioksidan aktivitesini 15.70 mg TE/g olarak belirlerken, farklı kurutma teknikleriyle kurutulan örneklerin antioksidan aktivitesini ise 23.26 mg TE/g – 29.90 mg TE/g arasında tespit etmişlerdir. Benzer şekilde bizim çalışmamızda farklı proses şartlarında ekstrakte edilen kuru goji berry örneklerinin DPPH aktivitesi litertür ile benzer aralıkta tespit edilmiş olup 13.4217-24.5275 mg TE/g arasında ölçülmüştür. Bununla birlikte, Islam vd. (2017) tarafından farklı lokasyonlardan elde edilen kurutulmuş kırmızı ve siyah goji berry örnekleri, geleneksel yöntem ve aseton/su/asetik asit (70:29.5:..5) çözeltilisi kullanılarak ekstrakte edilmiş ve ekstraktların DPPH ile ölçülen antioksidan aktivitesi 0.46 mg TE/g–8.97 mg TE/g arasında tespit edilmiştir. Araştırmacıların elde ettikleri sonuçlar, bizim bu tez çalışması kapsamında elde ettiğimiz sonuçlardan daha düşük olup bu durum örneklerin coğrafik-botanik orijini, ekstraksiyon parametreleri ve ekstraksiyonda kullanılan çözücü tipi gibi farklı faktörlerden etkilenmiş olabilir. Bu nedenle literatür çalışmalarıyla kıyaslandığında bu tez çalışmasında sunulan ODE yönteminin kırmızı goji berry meyvesinden antioksidan etki gösteren bileşiklerin geri kazanımında dikkat çekici bir başarı gösterdiği söylenebilir.



Şekil 13: DPPH Değerlerinin Elektrik Alan Şiddeti ve Süre (Sıcaklık Sabit Değer=60 °C) ile Değişimi

3.2. OPTİMUM KOŞULLAR

İstenilen hedeflere ulaşmak için herhangi bir sürecin optimizasyonu önemlidir. Çalışmada TFB, TFlaB ve DPPH değerleri maksimize edilerek optimum koşullar belirlenmiştir. Yanıt yüzey yöntemi ile yapılan optimizasyon sonucunda optimum koşullar ohmik ısıtma hazne sıcaklığı için 60 °C, ohmik ısıtma haznesinde bekleme süresi için 60 dk ve elektrik alan şiddeti için ise 45 V/cm olarak saptanmış ve modelin istenilebilirlik değeri (d) 0.90 olarak bulunmuştur. Bu koşullar altında elde edilen tahmini TFB, TFlaB ve DPPH değerlerinin sırasıyla 23.83 mg GAE/g, 7.13 mg QE/g ve 22.65 mg TE/g olduğu görülmüştür. Çalışmamızda deneysel olarak elde edilen en yüksek TFB, TFlaB ve DPPH değerleri ise sırasıyla 23.83 mg GAE/g, 7.33 mg QE/g ve 24.53 mg TE/g olarak bulunmuştur. Tahmini ve deneysel değerler karşılaştırıldığında, deneysel değerlerin tahmini güven aralığında olduğu (Tablo 5) ve dolayısıyla değerlerin birbirine benzer olduğu saptanmıştır.

Tablo 5: Bağımlı Değişkenlere Ait Tahmini Değerler ve İstatistiksel Güven Aralığı (%95)

Yanıtlar	Tahmini Değer	%95 Güven Aralığı
TFB	23.830	(22.089; 25.570)
TFlaB	7.126	(6.8989; 7.3540)
DPPH	22.650	(17.10; 28.19)

Kontrol grubuna ait TFB, TFlaB ve DPPH deęerleri sırasıyla 21.55 mg GAE/g, 6.87 mg QE/g ve 24.16 mg TE/g olarak bulunmuştur. Bu deęerler, ODE ile elde edilen deęerler ile karşılaştırıldığında birbirlerine yakın olduęu saptanmıştır. Fakat maserasyon ile 24 saat uygulanan işlem sonrasında elde edilen bu deęerlere ODE ile 60 dk’da erişilmiştir. Dolayısı ile ODE ile yüksek oranda süre tasarrufu sağlanmıştır.

3.3. BİREYSEL FENOLİK BİLEŞİK PROFİLİ

Bitkilerde bulunan fenolik bileşikler sayısız farmakolojik aktiviteye sahip olmakla birlikte insan saęlığı üzerine de olumlu etkilere sahiptir (Sun ve Shahrajabian, 2023). Bu tez çalışmasında farklı deney koşullarında elde edilen ekstraktların bireysel fenolik bileşik profilleri ayrıca incelenmiş olup sonuçlar Tablo 6’da verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre ekstraktların bireysel fenoliklerinin toplamı 236.294-333.429 mg/kg arasında deęişkenlik göstermiştir. Bununla birlikte kontrol örneğinin toplam bireysel polifenolik içerięi ise 298.990 mg/kg olarak belirlenmiştir. Genel olarak toplamda 17 farklı proses koşunun 15’inde kontrole kıyasla daha yüksek oranda polifenolik bileşik ekstraksiyonu gerçekleştirildięi gözlemlenmiştir. Bu durum maserasyona kıyasla ODE yönteminin daha etkili olduęunu işaretlemektedir. Artepillin C ve catechol hariç dięer polifenolik bileşikler farklı ekstraksiyon koşullarında deęişen konsantrasyonlarda goji berry meyvesinden ekstrakte edilmiştir. Özellikle rutin bileşięi dięer fenoliklere kıyasla goji berry meyvesinde oldukça yüksek oranda (208.717-292.843 mg/kg) saptanmıştır. Benzer şekilde, De Moura vd. (2018) goji berryde bireysel fenolik bileşik taraması yapmışlardır. Çalışmada kateşin, kafeik asit, epikateşin, kumarik asit, ferulik asit, rutin ve mirisetin miktarları belirlenmiş ve en baskın fenolik bileşięin 326 mg/kg ile rutin bileşięi olduęu rapor edilmiştir. Bu deęeri 151 mg/kg kafeik asit, 123 mg/kg kumarik asit, 69 mg/kg ferulik asit ve 50 mg/kg ile kateşin takip etmiştir. Bununla birlikte araştırmacılar epikateşin ile mirisetin bileşikleri ise goji berry ekstraktlarında tespit etmemişlerdir. Ek olarak, Protti vd. (2017), goji berry meyvesinde 23 adet bireysel fenolik bileşik taraması yapmış ve en baskın fenolik bileşięin klorogenik asit olduęunu (10740±8.3 ile 11931±9.4 mg/kg aralıęında) rapor etmişlerdir. Araştırmacılar klorogenik asiti takiben epikateşin, kuersetin, rutin, kateşin, kafeik asit, ferulik asit, kumarik asit ve zeaksantin bileşiklerinde goji berry meyvesinde önemli ölçüde bulunduęunu bildirmişlerdir. Goji berry örneklerinde en düşük miktarda bulunan fenolik bileşiklerin ise kuersitrin (10.8±1.8-12.7±1.0 mg/kg) ve mirisitin (10.1±0.9-13.9±1.6 mg/kg) olduęunu bildirmişlerdir. Teixeira vd. (2024), yaptıkları çalışmada goji berryde bireysel fenolik bileşiklerin miktarlarını incelenmiş ve fenolik asit grubunda en baskın bileşięin 5.76±0.29 mg/100g ile 3,5-dikaffeoilkinik asit olduęunu ve flavonoid grubunda en baskın bileşięin ise bizim çalışmamıza benzer şekilde 192.7 mg/kg ile rutin olduęu tespit etmişlerdir.

Ek olarak Wojdyło vd. (2018), 21 farklı goji berry genotipinde bireysel fenolik bileşik ve karotenoid taraması yapmışlardır. Çalışma bulgularında en baskın fenolik bileşiğin Quercetin-dihexoside olduğu bulunmuştur. En düşük miktarda bulunan fenolik bileşik ise Keampferol 3-Orutinoside olarak tespit edilmiştir. Toplam fenolik miktar ise 254.85-1926.52 mg/kg aralığında bulunmuştur. Karotenoid grubuna ait bireysel fenolik bileşikler incelendiğinde Zeaksantin bileşiği (ortalama 845.39 mg/kg) en yüksek miktarda bulunmuştur. Bu bileşiği kriptozantin bileşiği (ortalama 722.94 mg/kg) takip etmiştir. Karotenoid grubunda en düşük bulunan bileşik ise neoksantin (ortalama 160.35 mg/kg) olduğu saptanmıştır. Rocchetti vd. (2018), 22 farklı goji berry genotipinde bireysel fenolik bileşik taraması yaparak siyanidin, ferulik asit, kateşin ve luteolin miktarlarını tespit etmişlerdir. Fenolik asit grubundan ferulik asit en baskın bileşik olarak saptanmıştır. Bu bileşikler flavon ve flavonoller takip etmiştir. Goji berry örneklerinde, siyanidin, ferulik asitler, kateşin ve luteolin eşdeğerleri için sırasıyla ortalama 0.22, 6.45, 0.86 ve 0.11 mg/g değerleri belirlenmiştir. Bu tez çalışmasında ise farklı proses koşullarında taraması yapılan trans-ferulik asitin en yüksek 1.307 mg/kg ve luteolinin ise en yüksek 54.048 mg/kg oranda ekstrakte edildiği saptanmıştır. Bu tez çalışması ve litertürde gözlenen bu farklılıklar, analizlere örnek hazırlama esnasında kullanılan ekstraksiyon yöntemi (maserasyon, ultrasonic destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon vs.), ekstraksiyon parametreleri (sıcaklık, süre vs.) gibi işleme prosedürlerinin farklılığı ile açıklanabilir. Ayrıca bu meyvelerin coğrafik orijini, botanik orijini, hasat zamanı, toplanma ve saklanma koşulları gibi farklı faktörlerinde bu farklılıklara etki ettiği söylenebilir.

Tablo 6: Farklı Proses Koşullarında Elde Edilen Goji Berry Ekstraktlarının Bireysel Polifenolik Bileşik Profili

Polifenolik Bileşikler (mg/kg)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
(-)-Epicatechin	0.342±0.014	0.499±0.036	0.563±0.019	0.593±0.019	0.536 ± 0.02	0.567 ± 0.021	0.551 ± 0.019	0.574 ± 0.032	0.735 ± 0.035
Apigenin	0.079±0.001	0.139±0.003	0.063±0.006	0.074±0.004	0.063 ± 0.001	0.052 ± 0.003	0.066 ± 0	0.054 ± 0.007	0.088 ± 0.004
Artepillin C	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Caffeic acid phenethyl ester	0.079±0.004	0.296±0.015	0.039±0.004	0.052±0.008	0.039 ± 0.004	0.049 ± 0.003	0.038 ± 0	0.036 ± 0.002	0.084 ± 0.001
Catechin + epicatechin	0.045±0.004	0.141±0.008	0.197±0.016	0.191±0.006	0.054 ± 0.005	0.131 ± 0.001	0.096 ± 0.001	-	0.126 ± 0.002
Catechol	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Chlorogenic acid + Neochlorogenic acid	5.163±0.357	5.837±0.520	6.194±0.242	5.887±0.156	5.803 ± 0.139	6.601 ± 0.612	6.012 ± 0.301	6.592 ± 0.539	6.263 ± 0.101
Chrysin	0.292±0.009	0.639±0.059	0.189±0.004	0.278±0.023	0.131 ± 0	0.202 ± 0.004	0.163 ± 0.002	0.184 ± 0.028	0.454 ± 0.016
Epicatechin gallate	-	-	-	0.039±0.001	-	0.032 ± 0.001	-	-	-
Galangin	0.128±0.005	0.217±0.010	0.044±0.008	0.118±0.002	0.036 ± 0.002	0.063 ± 0.003	0.056 ± 0.004	0.072 ± 0.002	0.157 ± 0.017
Gallic acid	1.593±0.170	1.663±0.112	1.891±0.046	1.863±0.021	2.787 ± 0.092	2.292 ± 0.205	1.941 ± 0.111	1.887 ± 0.09	1.59 ± 0.029
Gallocatechin + Epigallocatechin	0.368±0.057	0.513±0.052	1.146±0.069	1.148±0.128	0.608 ± 0.134	0.58 ± 0.019	0.692 ± 0.055	0.538 ± 0.014	-
Hesperidin	0.388±0.111	0.431±0.073	0.326±0.013	0.436±0.034	0.566 ± 0.039	0.5 ± 0.026	0.469 ± 0.008	0.423 ± 0.025	0.312 ± 0.005
Hyperosid	7.394±0.324	8.717±0.410	9.170±0.393	8.641±0.091	9.584 ± 0.495	8.462 ± 0.729	9.018 ± 0.474	9.556 ± 0.834	7.095 ± 0.031
Kaempferol	-	-	-	-	0.035 ± 0	0.013 ± 0.001	-	-	-
Luteolin	0.049±0.004	0.062±0.001	0.046±0.004	0.097±0.006	0.071 ± 0.007	0.06 ± 0.003	0.045 ± 0.002	0.071 ± 0.002	54.048 ± 53.952
Myricetin	0.625±0.099	1.083±0.107	1.195±0.124	1.005±0.138	1.642 ± 0.124	1.994 ± 0.104	1.481 ± 0.058	1.879 ± 0.016	1.622 ± 0.058
Naringenin	1.517±0.051	1.685±0.024	1.672±0.005	1.773±0.102	1.798 ± 0.013	1.804 ± 0.012	1.7 ± 0.052	1.778 ± 0.021	1.726 ± 0.013
p-coumaric acid	2.092±0.036	2.361±0.052	2.446±0.002	2.431±0.004	2.493 ± 0.037	2.427 ± 0.015	2.429 ± 0.036	2.545 ± 0.074	2.477 ± 0.018
Pinobanksin	0.235±0.026	0.438±0.024	0.128±0.013	0.221±0.007	0.154 ± 0.003	0.144 ± 0.01	0.132 ± 0.008	0.144 ± 0.001	0.142 ± 0.005
Pinocembrin	0.183±0.016	0.316±0.006	0.099±0.005	0.132±0.003	0.095 ± 0.002	0.115 ± 0.001	0.099 ± 0.005	0.103 ± 0.007	0.148 ± 0.007
Protocatechuic acid	5.817±0.567	10.683±0.480	6.330±0.623	0.719±0.026	11.202 ± 0.165	7.951 ± 0.188	8.544 ± 0.02	6.956 ± 0.65	6.887 ± 1.142
Quercetin	0.368±0.027	0.287±0.026	0.427±0.023	0.377±0.015	0.371 ± 0.026	0.198 ± 0.027	-	0.374 ± 0.009	0.701 ± 0.018
Quercitrin	0.021±0.002	0.035±0.004	0.017±0.002	0.028±0.006	0.02 ± 0	0.019 ± 0.002	0.011 ± 0.001	0.019 ± 0	-
Rutin	208.717±4.756	254.074±4.530	272.134±3.899	266.605±0.504	278.393 ± 1.502	263.786 ± 3.93	264.481 ± 17.21	278.178 ± 6.16	281.024 ± 2.781
t-cinnamic acid	0.799±0.096	1.011±0.136	1.163±0.108	0.831±0.049	0.895 ± 0.056	1.129 ± 0.016	0.904 ± 0.048	1.028 ± 0.065	1.057 ± 0.067
trans-caffeic acid	-	-	-	-	0.881 ± 0.044	1.11 ± 0.026	-	-	1.091 ± 0.012
trans-ferulic acid	-	1.032±0.100	0.720±0.008	-	0.862 ± 0.02	0.785 ± 0.004	0.754 ± 0.021	1.267 ± 0.061	1.043 ± 0.059
Toplam	236.294	292.157	306.200	293.537	319.121	301.068	299.681	314.259	368.871

Tablo 6: Farklı Proses Koşullarında Elde Edilen Goji Beryy Ekstraktlarının Bireysel Polifenolik Bileşik Profili (devam)

Polifenolik Bileşikler (mg/kg)	10	11	12	13	14	15	16	17	Kontrol
(-)-Epicatechin	0.553 ± 0.026	0.547 ± 0.016	0.745 ± 0.047	0.467 ± 0.037	0.572 ± 0.021	0.585 ± 0.007	0.674 ± 0.033	0.491 ± 0.044	0.502 ± 0.023
Apigenin	0.119 ± 0	0.067 ± 0.008	0.057 ± 0.003	0.05 ± 0.003	0.046 ± 0.002	0.073 ± 0.003	0.059 ± 0.002	0.434 ± 0.021	0.086 ± 0.001
Artepillin C	-	-	-	-	-	-	-	-	0.019 ± 0.002
Caffeic acid phenethyl ester	0.145 ± 0.01	0.042 ± 0.002	0.025 ± 0.001	0.027 ± 0.002	0.025 ± 0.002	0.038 ± 0.005	0.028 ± 0.001	0.748 ± 0.013	0.037 ± 0.003
Catechin + epicatechin	0.19 ± 0.005	-	0.134 ± 0.016	0.034 ± 0	0.168 ± 0.003	0.163 ± 0.005	0.071 ± 0.005	-	-
Catechol	-	-	-	-	-	-	-	-	0.588 ± 0.114
Chlorogenic acid + Neochlorogenic acid	6.242 ± 0.384	7.305 ± 0.199	6.649 ± 0.671	6.498 ± 0.589	6.36 ± 0.157	6.411 ± 0.245	7.204 ± 0.389	7.065 ± 0.161	6.106 ± 0.286
Chrysin	0.596 ± 0.029	0.209 ± 0.011	0.164 ± 0.004	0.181 ± 0.01	0.164 ± 0.032	0.169 ± 0.005	0.183 ± 0.003	2.67 ± 0.012	0.196 ± 0.052
Epicatechin gallate	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Galangin	0.242 ± 0.002	0.052 ± 0.004	0.025 ± 0.003	0.046 ± 0.004	0.025 ± 0.002	0.04 ± 0.001	0.027 ± 0	1.155 ± 0.035	0.053 ± 0.006
Gallic acid	2.796 ± 0.164	1.124 ± 0.026	1.088 ± 0.031	1.986 ± 0.194	0.984 ± 0.08	2.017 ± 0.049	1.713 ± 0.089	1.163 ± 0.069	1.926 ± 0.022
Gallocatechin + Epigallocatechin	0.653 ± 0.025	0.776 ± 0.07	0.827 ± 0.07	0.977 ± 0.057	0.703 ± 0.081	0.874 ± 0.098	0.926 ± 0.031	0.815 ± 0.019	0.508 ± 0.004
Hesperidin	0.573 ± 0.048	1.161 ± 0.07	0.647 ± 0.062	0.28 ± 0.001	0.204 ± 0.022	0.365 ± 0.029	0.498 ± 0.005	0.444 ± 0.034	0.431 ± 0.061
Hyperosid	10.218 ± 0.069	10.584 ± 0.392	9.591 ± 0.219	9.168 ± 0.086	8.672 ± 0.23	9.166 ± 0.232	8.944 ± 0.1	9.379 ± 0.213	8.436 ± 0.38
Kaempferol	-	-	-	-	-	-	-	0.109 ± 0	-
Luteolin	0.17 ± 0.01	0.1 ± 0.005	0.044 ± 0	0.042 ± 0.003	0.05 ± 0.002	0.076 ± 0.002	0.052 ± 0.001	0.784 ± 0.047	0.22 ± 0.007
Myricetin	2.117 ± 0.063	1.587 ± 0.147	1.383 ± 0.299	1.704 ± 0.088	1.324 ± 0.018	1.36 ± 0.155	1.161 ± 0.03	2.206 ± 0.061	1.22 ± 0.1
Naringenin	1.969 ± 0.013	1.8 ± 0.022	1.825 ± 0.08	1.762 ± 0.053	1.53 ± 0.09	1.761 ± 0.085	1.658 ± 0.094	2.022 ± 0.072	1.789 ± 0.091
p-coumaric acid	2.605 ± 0.109	2.667 ± 0	2.578 ± 0.043	2.394 ± 0.066	2.31 ± 0.085	2.432 ± 0.01	2.439 ± 0.083	2.509 ± 0.066	2.501 ± 0.055
Pinobanksin	0.354 ± 0.056	0.118 ± 0.009	0.135 ± 0.005	0.119 ± 0.002	0.086 ± 0.005	0.117 ± 0.006	0.162 ± 0.013	1.341 ± 0.057	0.114 ± 0.007
Pinocembrin	0.225 ± 0.012	0.111 ± 0.004	0.093 ± 0.004	0.097 ± 0.007	0.083 ± 0.007	0.102 ± 0.005	0.083 ± 0.002	1.076 ± 0.009	0.126 ± 0.003
Protocatechuic acid	7.731 ± 0.772	8.09 ± 0.055	7.027 ± 0.664	6.694 ± 0.462	10.746 ± 0.37	7.082 ± 0.345	10.651 ± 0.139	6.719 ± 0.029	1.594 ± 0.029
Quercetin	0.662 ± 0.023	0.365 ± 0.041	0.497 ± 0.022	0.399 ± 0.001	0.914 ± 0.098	0.615 ± 0.116	0.298 ± 0.006	0.349 ± 0.042	0.235 ± 0.001
Quercitrin	0.041 ± 0.001	-	0.008 ± 0.001	0.044 ± 0.004	0.017 ± 0	0.042 ± 0.001	0.012 ± 0	0.024 ± 0.002	0.02 ± 0.002
Rutin	290.514 ± 5.221	292.843 ± 11.635	284.36 ± 4.641	265.576 ± 5.738	254.146 ± 17.237	272.208 ± 7.37	279.284 ± 0.128	289.74 ± 2.936	269.651 ± 7.965
t-cinnamic acid	0.899 ± 0.02	0.943 ± 0.064	1.018 ± 0.145	0.962 ± 0.124	0.892 ± 0.038	1.061 ± 0.095	0.872 ± 0.013	0.878 ± 0.011	0.932 ± 0.063
trans-caffeic acid	-	1.137 ± 0.075	0.993 ± 0.022	1.028 ± 0.014	-	1.084 ± 0.055	-	-	0.973 ± 0.067
trans-ferulic acid	1.048 ± 0.099	0.942 ± 0.064	0.982 ± 0.066	0.794 ± 0.05	0.709 ± 0.084	0.864 ± 0.043	0.771 ± 0.033	1.307 ± 0.007	0.728 ± 0.026
Toplam	330.662	332.570	320.894	301.327	290.730	308.707	317.770	333.429	298.990

SONUÇ VE ÖNERİLER

Son yıllarda beslenme ve sağlık üzerindeki etkileri sebebiyle farklı fonksiyonel gıdaların araştırılmasına ve geliştirilmesine olan ihtiyaç artmıştır. Goji berry meyveleri sağlık üzerine olan koruyucu/tedavi edici etkileri sebebiyle tüm dünyada popüler hale gelen fonksiyonel gıdalar arasında yerini almıştır. Buna bağlı olarak artan teknolojik uygulamalarla beraber bu bitkinin çeşitli formları farklı gıda ürünlerinde ham olarak veya ekstrakt olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte özellikle gıda ürünlerinin ekstraksiyonu esnasında geleneksel yöntemlere alternatif olacak sürdürülebilir ve çevre dostu ekstraksiyon yöntemleri araştırılmakta ve bu aşamada kullanılmaktadır. Ekstraksiyon aşamasında yenilikçi yöntemlerin tercih edilmesindeki temel amaç ürünün biyoaktif içeriğinin maksimum verimle ekstraksiyonunu sağlamanın yanı sıra çözücü tüketiminin az olması, zaman verimi ve enerji tasarrufu gibi farklı parametreler açısından da bu yöntemlerin fayda sağlamasıdır. Bu nedenle bu çalışmada, goji berry meyveleri ilk kez ODE yöntemi kullanılarak ekstrakte edilmiş ve ekstraksiyon parametreleri yüzey yanıt metodu-Box Behnken deney tasarımı kullanılarak optimize edilmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre yanıt yüzey yöntemi ile yapılan optimizasyon sonucunda optimum koşullar ohmik ısıtma hazne sıcaklığı için 60 °C, ohmik ısıtma haznesinde bekleme süresi için 60 dk ve elektrik alan şiddeti için ise 45 V/cm olarak belirlenmiştir. Bu optimum koşullarda elde edilen tahmini TFB, TFlaB ve DPPH değerleri ve çalışmamızda deneysel olarak elde edilen en yüksek TFB, TFlaB ve DPPH değerleri karşılaştırıldığında, deneysel değerlerin tahmini güven aralığında olduğu ve dolayısıyla değerlerin birbirine benzer olduğu saptanmıştır. Bununla birlikte ODE yöntemi ile kontrol olarak maserasyon yöntemine kıyasla daha kısa sürede daha yüksek biyoaktif madde içeriğine sahip ekstrakt elde edilmiştir. Ek olarak polifenolik bileşikler, ODE için belirlenen farklı proses koşullarında hazırlanan ekstraktlarda kontrol örneğine kıyasla daha yüksek konsantrasyonda tespit edilmiştir. Sonuç olarak, ODE yönteminin özellikle zaman ve enerji tasarrufu sağlaması ve yüksek biyoaktif madde kazanımı sağlaması gibi avantajlarından dolayı, goji berry meyve ekstraktlarının hazırlanması aşamasında tercih edilebileceği söylenebilir. Ek olarak, gelecek çalışmalarda bu yöntemin farklı fonksiyonel gıdaların işleme proseslerinde kullanım potansiyelinin araştırılması ve geliştirilmesi önerilebilir.

KAYNAKÇA

- Abdel-Aal, E. S. M., Akhtar, H., Rabalski, I., & Bryan, M. (2014). Accelerated, microwave-assisted, and conventional solvent extraction methods affect anthocyanin composition from colored grains. *Journal of Food Science*, 79(2), C138-C146.
- Aboud, S. A., Altemimi, A. B., RS Al-Hilphy, A., Yi-Chen, L., & Cacciola, F. (2019). A comprehensive review on infrared heating applications in food processing. *Molecules*, 24(22), 4125.
- Agagunduz, D., Koseler-Beyaz, E., & Duman, S. (2021). Assessment of the Physicochemical and Antioxidant Profile of Dried Goji Berries. *Progress In Nutrition*, 23(4).
- Ahmad, J., & Langrish, T. A. G. (2012). Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction. *Journal of Food Engineering*, 109(1), 162-174.
- Alfaro, M. J., Bélanger, J. M., Padilla, F. C., & Paré, J. J. (2003). Influence of solvent, matrix dielectric properties, and applied power on the liquid-phase microwave-assisted processes (MAP™) extraction of ginger (*Zingiber officinale*). *Food Research International*, 36(5), 499-504.
- Ameer, K., Shahbaz, H. M., & Kwon, J. H. (2017). Green extraction methods for polyphenols from plant matrices and their byproducts: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 16(2), 295-315.
- Amirahmadi, N., Sharifi, A., & Koubaa, M. (2024). Extraction of bioactive compounds of Persian Golnar (*punica pranatum*) using ohmic, ultrasound and percolation methods. *Journal of Food Science & Technology (2008-8787)*, 21(148).
- Andrade, M. A., & Lanças, F. M. (2017). Determination of Ochratoxin A in wine by packed in-tube solid phase microextraction followed by high performance liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1493, 41-48.
- Anonim, (2000). *Kinetics of Microbial Inactivation for Alternative Food Processing Technologies*. US Food and Drug Administration, Center for Food Safety and 01 Apr 2009
- Astráin-Redín, L., Ospina, S., Cebrián, G., & Álvarez-Lanzarote, I. (2024). Ohmic heating technology for food applications, from ohmic systems to moderate electric fields and pulsed electric fields. *Food Engineering Reviews*, 16(2), 225-251.
- Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M. H. A., Ghafoor, K., Norulaini, N. A. N., & Omar, A. K. M. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426-436.
- Baldwin, E. A., Bai, J., Plotto, A., Cameron, R., Luzio, G., Narciso, J., Manthey, J., Widmer, W., & Ford, B. L. (2012). Effect of extraction method on quality of orange juice: hand-squeezed, commercial-fresh squeezed and processed. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 92(10), 2029-2042.
- Batu, H. S., & Kadakal, Ç. (2021). Drying characteristics and degradation kinetics in some parameters of goji berry (*Lycium Barbarum* L.) fruit during hot air drying. *Italian Journal of Food Science*, 33(1), 16-28.
- Bertoldi, D., Cossignani, L., Blasi, F., Perini, M., Barbero, A., Pianezze, S., & Montesano, D. (2019). Characterisation and geographical traceability of Italian goji berries. *Food*

- Bobo-García, G., Davidov-Pardo, G., Arroqui, C., Vírveda, P., Marín-Arroyo, M. R., & Navarro, M. (2015). Intra-laboratory validation of microplate methods for total phenolic content and antioxidant activity on polyphenolic extracts, and comparison with conventional spectrophotometric methods. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95(1), 204-209.
- Bodoira, R., Cittadini, M. C., Velez, A., Rossi, Y., Montenegro, M., Martínez, M., & Maestri, D. (2022). An overview on extraction, composition, bioactivity and food applications of peanut phenolics. *Food Chemistry*, 132250.
- Boulila, A., Hassen, I., Haouari, L., Mejri, F., Amor, I. B., Casabianca, H., & Hosni, K. (2015). Enzyme-assisted extraction of bioactive compounds from bay leaves (*Laurus nobilis* L.). *Industrial Crops and Products*, 74, 485-493.
- Boussetta, N., Lesaint, O., & Vorobiev, E. (2013). A study of mechanisms involved during the extraction of polyphenols from grape seeds by pulsed electrical discharges. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 19, 124-132.
- Boussetta, N., Vorobiev, E., Deloison, V., Pochez, F., Falcimaigne-Cordin, A., & Lanoisellé, J. L. (2011). Valorisation of grape pomace by the extraction of phenolic antioxidants: Application of high voltage electrical discharges. *Food Chemistry*, 128(2), 364-370.
- Box, G. E., & Draper, N. R. (2007). Response surfaces. *Mixtures, and Ridge Analyses*, 649.
- Braga, A., Bernardo, M. A., Brito, J., Moncada, M., Silva, M. L., & Mesquita, M. F. (2019). Characterization of the antioxidant activity of a commercial juice (apple, carrot, ginger and goji berries) and comparison with its manufactured equivalent. *Annals of Medicine*, 51(sup1), 162-162.
- Cai, Y., Yu, Y., Duan, G., & Li, Y. (2011). Study on infrared-assisted extraction coupled with high performance liquid chromatography (HPLC) for determination of catechin, epicatechin, and procyanidin B2 in grape seeds. *Food Chemistry*, 127(4), 1872-1877.
- Carabias-Martínez, R., Rodríguez-Gonzalo, E., Revilla-Ruiz, P., & Hernández-Méndez, J. (2005). Pressurized liquid extraction in the analysis of food and biological samples. *Journal of Chromatography A*, 1089(1-2), 1-17.
- Chan, C. H., Yusoff, R., & Ngoh, G. C. (2014). Modeling and kinetics study of conventional and assisted batch solvent extraction. *Chemical Engineering Research and Design*, 92(6), 1169-1186.
- Chan, C. H., Yusoff, R., Ngoh, G. C., & Kung, F. W. L. (2011). Microwave-assisted extractions of active ingredients from plants. *Journal of Chromatography A*, 1218(37), 6213-6225.
- Chang, C. C., Yang, M. H., Wen, H. M., & Chern, J. C. (2002). Estimation of total flavonoid content in propolis by two complementary colorimetric methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, 10(3).
- Cheab, D., El Darra, N., Rajha, H. N., El-Ghazzawi, I., Mouneimne, Y., Jammoul, A., Maroun, R. G., & Louka, N. (2018). Study of the selectivity and bioactivity of polyphenols using infrared assisted extraction from apricot pomace compared to conventional methods. *Antioxidants*, 7(12), 174.
- Chemat, F., Vian, M. A., Fabiano-Tixier, A. S., Nutrizio, M., Jambrak, A. R., Munekata, P. E., Lorenzo, J. M., Barba, J. F., Binello, A., & Cravotto, G. (2020). A review of sustainable and intensified techniques for extraction of food and natural products. *Green Chemistry*, 22(8), 2325-2353.
- Chen, Y. S., Zhang, X. S., Dai, Y. C., & Yuan, W. K. (2004). Pulsed high-voltage discharge

- plasma for degradation of phenol in aqueous solution. *Separation and Purification Technology*, 34(1-3), 5-12.
- Ćujić, N., Šavikin, K., Janković, T., Pljevljakušić, D., Zdunić, G., & Ibrić, S. (2016). Optimization of polyphenols extraction from dried chokeberry using maceration as traditional technique. *Food Chemistry*, 194, 135-142.
- Çolak, A. M., Okatan, V., Polat, M., & Güçlü, S. F. (2019). Different harvest times affect market quality of *Lycium barbarum* L. berries. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 43(3), 326-333.
- Darra, N. E., Grimi, N., Vorobiev, E., Louka, N., & Maroun, R. (2013). Extraction of polyphenols from red grape pomace assisted by pulsed ohmic heating, *Food and Bioprocess Technology*, 6(5), 1281-1289.
- De Alwis A. A. P., & Fryer P. J. (1992). Operability of the ohmic heating process: electrical conductivity effects. *J Food Eng.*, 15, 21-48.
- De Melo, M. M. R., Silvestre, A. J. D., & Silva, C. M. (2014). Supercritical fluid extraction of vegetable matrices: Applications, trends and future perspectives of a convincing green technology. *The Journal of Supercritical Fluids*, 92, 115-176.
- De Moura, C., dos Reis, A. S., da Silva, L. D., de Lima, V. A., Oldoni, T. L. C., Pereira, C., & Carpes, S. T. (2018). Optimization of phenolic compounds extraction with antioxidant activity from açai, blueberry and goji berry using response surface methodology. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 30(3), 180-189.
- Delazar, A., Nahar, L., Hamedeyazdan, S., & Sarker, S. D. (2012). Microwave-assisted extraction in natural products isolation. *Natural Products Isolation*, 89-115.
- Dhobi, M., Mandal, V., & Hemalatha, S. (2009). Optimization of microwave assisted extraction of bioactive flavonolignan-silybinin. *Journal of Chemical Metrology*, 3(1), 13.
- Dias, M. C., Pinto, D. C., & Silva, A. M. (2021). Plant flavonoids: Chemical characteristics and biological activity. *Molecules*, 26(17), 5377.
- Do, S., Kim, Y., Yim, J., & Lee, K. G. (2024). Analysis of volatile compounds, betaine, and antioxidant effect in goji berry (*Lycium barbarum* L.) powder extracted by various drying methods and extraction solvents. *Current Research in Food Science*, 100798.
- Du, L. J., Chu, C., Warner, E., Wang, Q. Y., Hu, Y. H., Chai, K. J., Cao, J., Peng, L. Q., Chen, Y. B., Yang, J., & Zhang, Q. D. (2018). Rapid microwave-assisted dispersive micro-solid phase extraction of mycotoxins in food using zirconia nanoparticles. *Journal of Chromatography A*, 1561, 1-12.
- El Darra, N., Grimi, N., Vorobiev, E., Louka, N., & Maroun, R. (2013). Extraction of polyphenols from red grape pomace assisted by pulsed ohmic heating. *Food and Bioprocess Technology*, 6, 1281-1289.
- Escobedo, R., Miranda, R., & Martínez, J. (2016). Infrared irradiation: Toward green chemistry, a review. *International Journal of Molecular Sciences*, 17(4), 453.
- Fattore, M., Montesano, D., Pagano, E., Teta, R., Borrelli, F., Mangoni, A., Seccia, S., & Albrizio, S. (2016). Carotenoid and flavonoid profile and antioxidant activity in “Pomodoro Vesuviano” tomatoes. *Journal of Food Composition and Analysis*, 53, 61-68.
- Ferreira-Santos, P., Nobre, C., Rodrigues, R. M., Genisheva, Z., Botelho, C., & Teixeira, J. A. (2024). Extraction of phenolic compounds from grape pomace using ohmic heating: Chemical composition, bioactivity and bioaccessibility. *Food Chemistry*, 436, 137780.

- Gamage, G. C. V., & Choo, W. S. (2023). Effect of hot water, ultrasound, microwave, and pectinase-assisted extraction of anthocyanins from black goji berry for food application. *Heliyon*, 9(3).
- Gan, H. E., Karim, R., Muhammad, S. K. S., Bakar, J. A., Hashim, D. M., & Rahman, R. A. (2007). Optimization of the basic formulation of a traditional baked cassava cake using response surface methodology. *LWT-Food Science and Technology*, 40(4), 611-618.
- Garcia-Salas, P., Morales-Soto, A., Segura-Carretero, A., & Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Phenolic-compound-extraction systems for fruit and vegetable samples. *Molecules*, 15(12), 8813-8826.
- Gil-Martín, E., Forbes-Hernández, T., Romero, A., Cianciosi, D., Giampieri, F., & Battino, M. (2022). Influence of the extraction method on the recovery of bioactive phenolic compounds from food industry by-products. *Food Chemistry*, 378, 131918.
- Gong, G., Dang, T., Deng, Y., Han, J., Zou, Z., Jing, S., Zhang, Y., Liu, Q., Huang, L., & Wang, Z. (2018). Physicochemical properties and biological activities of polysaccharides from *Lycium barbarum* prepared by fractional precipitation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 109, 611-618.
- Granato, D., Ribeiro, J. C. B., Castro, I. A., & Masson, M. L. (2010). Sensory evaluation and physicochemical optimisation of soy-based desserts using response surface methodology. *Food Chemistry*, 121(3), 899-906.
- Gude, V. G., Patil, P., Martinez-Guerra, E., Deng, S., & Nirmalakhandan, N. (2013). Microwave energy potential for biodiesel production. *Sustainable Chemical Processes*, 1, 1-31.
- Gümüštepe, L., Kurt, N., Aydın, E., & Ozkan, G. (2023). Comparison of ohmic heating-and microwave-assisted extraction techniques for avocado leaves valorization: Optimization and impact on the phenolic compounds and bioactivities. *Food Science & Nutrition*, 11(9), 5609-5620.
- Hashemi, Z., Ebrahimzadeh, M. A., & Khalili, M. (2019). Sun protection factor, total phenol, flavonoid contents and antioxidant activity of medicinal plants from Iran. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 18(7), 1443-1448.
- Hodgins, A. M., Mittal, G. S., & Griffiths, M. W. (2002). Pasteurization of fresh orange juice using low-energy pulsed electrical field. *Journal of Food Science*, 67(6), 2294-2299.
- İcier, F., & Bozkurt, H. (2011). Ohmic heating of liquid whole egg: Rheological behaviour and fluid dynamics. *Food and Bioprocess Technology*, 4, 1253-1263.
- İcier, F., & Ilıcalı, C. (2005). The effects of concentration on electrical conductivity of orange juice concentrates during ohmic heating. *European Food Research and Technology*, 220, 406-414.
- Islam, T., Yu, X., Badwal, T. S., & Xu, B. (2017). Comparative studies on phenolic profiles, antioxidant capacities and carotenoid contents of red goji berry (*Lycium barbarum*) and black goji berry (*Lycium ruthenicum*). *Chemistry Central Journal*, 11, 1-8.
- Jagirani, M. S., & Soylak, M. (2022). Microextraction technique based new trends in food analysis. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 52(5), 968-999.
- Jatoi, M. A., Jurić, S., Vidrih, R., Vinceković, M., Vuković, M., & Jemrić, T. (2017). The effects of postharvest application of lecithin to improve storage potential and quality of fresh goji (*Lycium barbarum* L.) berries. *Food Chemistry*, 230, 241-249.
- Jeleń, H. H., Majcher, M., & Dziadas, M. (2012). Microextraction techniques in the analysis of food flavor compounds: A review. *Analytica Chimica Acta*, 738, 13-26.

- Jing, L., Cui, G., Feng, Q., & Xiao, Y. (2009). Evaluation of hypoglycemic activity of the polysaccharides extracted from *Lycium barbarum*. *African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines*, 6(4).
- Ju, Z. Y., & Howard, L. R. (2003). Effects of solvent and temperature on pressurized liquid extraction of anthocyanins and total phenolics from dried red grape skin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(18), 5207-5213.
- Karioti, A., Bergonzi, M. C., Vincieri, F. F., & Bilia, A. R. (2014). Validated method for the analysis of goji berry, a rich source of zeaxanthin dipalmitate. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(52), 12529-12535.
- Khio, S. W., Cheong, M. W., Zhou, W., Curran, P., & Yu, B. (2012). Characterization of the Volatility of Flavor Compounds in Alcoholic Beverages through Headspace Solid-Phase Microextraction (HS-SPME) and Mathematical Modeling. *Journal of Food Science*, 77(1), C61-C70.
- Khosravi-Darani, K. (2010). Research activities on supercritical fluid science in food biotechnology. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 50(6), 479-488.
- King, J. W. (2014). Modern supercritical fluid technology for food applications. *Annual Review of Food Science and Technology*, 5, 215-238.
- Knirsch, M. C., Dos Santos, C. A., de Oliveira Soares, A. A. M., & Penna, T. C. V. (2010). Ohmic heating—a review. *Trends in Food Science & Technology*, 21(9), 436-441.
- Kostić, A. Ž., Milinčić, D. D., Nedić, N., Gašić, U. M., Špirović Trifunović, B., Vojt, D., Tešić, Z., Lj., & Pešić, M. B. (2021). Phytochemical profile and antioxidant properties of bee-collected artichoke (*Cynara scolymus*) pollen. *Antioxidants*, 10(7), 1091.
- Kutlu, N., Isci, A., Sakiyan, O., & Yilmaz, A. E. (2021a). Effect of ohmic heating on ultrasound extraction of phenolic compounds from cornelian cherry (*Cornus mas*). *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(10), e15818.
- Kutlu, N., Isci, A., Sakiyan, O., & Yilmaz, A. E. (2021b). Extraction of phenolic compounds from cornelian cherry (*Cornus mas* L.) using microwave and ohmic heating assisted microwave methods. *Food and Bioprocess Technology*, 14, 650-664.
- Lasekan, O. (2014). Exotic berries as a functional food. *Current Opinion in Clinical Nutrition & Metabolic Care*, 17(6), 589-595.
- Latif, S., & Anwar, F. (2009). Effect of aqueous enzymatic processes on sunflower oil quality. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86(4), 393-400.
- Leizerson, S., & Shimoni, E. (2005). Effect of ultrahigh-temperature continuous ohmic heating treatment on fresh orange juice. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(9), 3519-3524.
- Li, Z., Fan, Y., & Xi, J. (2019). Recent advances in high voltage electric discharge extraction of bioactive ingredients from plant materials. *Food Chemistry*, 277, 246-260.
- Lima, M., Heskitt, B. F., Burianek L. L., Nokes, S. E., & Sastry, S. K. (1999). Ascorbic acid degradation kinetics during conventional and ohmic heating. *Journal of Food Processing and Preservation*, 23(5), 421-443.
- Liu, J., Meng, J., Du, J., Liu, X., Pu, Q., Di, D., & Chen, C. (2020). Preparative separation of flavonoids from Goji berries by mixed-mode macroporous adsorption resins and effect on A β -expressing and anti-aging genes. *Molecules*, 25(15), 3511.
- Locke, B. R., Sato, M., Sunka, P., Hoffmann, M. R., & Chang, J. S. (2006). Electrohydraulic discharge and nonthermal plasma for water treatment. *Industrial & Engineering*

- Loypimai, P., Moonggarm, A. & Chottanom, P. (2009). Effects of ohmic heating on lipase activity, bioactive compounds and antioxidant activity of rice bran. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 3(4), 3642-3652.
- Loypimai, P., Moongngarm, A., Chottanom, P., & Moontree, T. (2015). Ohmic heating-assisted extraction of anthocyanins from black rice bran to prepare a natural food colourant. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 27, 102-110.
- Luthria, D. L., Biswas, R., & Natarajan, S. (2007). Comparison of extraction solvents and techniques used for the assay of isoflavones from soybean. *Food Chemistry*, 105(1), 325-333.
- Ma, Y. Q., Ye, X. Q., Fang, Z. X., Chen, J. C., Xu, G. H., & Liu, D. H. (2008). Phenolic compounds and antioxidant activity of extracts from ultrasonic treatment of Satsuma mandarin (*Citrus unshiu* Marc.) peels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56(14), 5682-5690.
- Ma, Y., Wang, Z., Li, Y., Feng, X., Song, L., Gao, H., & Cao, B. (2023). Fruit morphological and nutritional quality features of goji berry (*Lycium barbarum* L.) during fruit development. *Scientia Horticulturae*, 308, 111555.
- Magalhães, L. M., Santos, F., Segundo, M. A., Reis, S., & Lima, J. L. (2010). Rapid microplate high-throughput methodology for assessment of Folin-Ciocalteu reducing capacity. *Talanta*, 83(2), 441-447.
- Mahnič-Kalamiza, S., Vorobiev, E., & Miklavčič, D. (2014). Electroporation in food processing and biorefinery. *The Journal of Membrane Biology*, 247, 1279-1304.
- Mandal, V., Mohan, Y., & Hemalatha, S. J. P. R. (2007). Microwave assisted extraction—an innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *Pharmacognosy Reviews*, 1(1), 7-18.
- Marhamati, M., Kakhaki, Z. K., & Rezaie, M. (2020). Advance in Ultrasound-Assisted Extraction of Edible Oils: A Review. *Journal of Fasting & Health*, 8(4).
- Marić, M., Grassino, A. N., Zhu, Z., Barba, F. J., Brnčić, M., & Brnčić, S. R. (2018). An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and by-products: Ultrasound-, microwaves-, and enzyme-assisted extraction. *Trends in Food Science & Technology*, 76, 28-37.
- McGuire, R. G. (1992). Reporting of objective color measurements. *HortScience*, 27(12), 1254-1255.
- Meini, M. R., Cabezudo, I., Boschetti, C. E., & Romanini, D. (2019). Recovery of phenolic antioxidants from Syrah grape pomace through the optimization of an enzymatic extraction process. *Food Chemistry*, 283, 257-264.
- Mustafa, A., & Turner, C. (2011). Pressurized liquid extraction as a green approach in food and herbal plants extraction: A review. *Analytica Chimica Acta*, 703(1), 8-18.
- Naviglio, D., Ferrara, L., Formato, A., & Gallo, M. (2014a). Efficiency of conventional extraction technique compared to rapid solid-liquid dynamic extraction (RSLDE) in the preparation of bitter liquors and elixirs. *IOSR J. Pharm*, 4, 14-22.
- Naviglio, D., Formato, A., & Gallo, M. (2014b). Comparison between 2 methods of solid-liquid extraction for the production of Cinchona calisaya elixir: An experimental kinetics and numerical modeling approach. *Journal of Food Science*, 79(9), E1704-E1712.

- Naviglio, D., Montesano, D., & Gallo, M. (2015). Laboratory production of lemon liqueur (Limoncello) by conventional maceration and a two-syringe system to illustrate rapid solid–liquid dynamic extraction. *Journal of Chemical Education*, 92(5), 911-915.
- Ni, J., Ding, C., Zhang, Y., & Song, Z. (2020). Impact of different pretreatment methods on drying characteristics and microstructure of goji berry under electrohydrodynamic (EHD) drying process. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 61, 102318.
- Ogundele, O. M., & Kayitesi, E. (2019). Influence of infrared heating processing technology on the cooking characteristics and functionality of African legumes: a review. *Journal of Food Science and Technology*, 56(4), 1669.
- Ouyang, G., Vuckovic, D., & Pawliszyn, J. (2011). Nondestructive sampling of living systems using in vivo solid-phase microextraction. *Chemical Reviews*, 111(4), 2784-2814.
- Ozkan, E. E., Ozden, T. Y., Toplan, G. G., & Mat, A. (2018). Phenolic content and biological activities of *Lycium barbarum* L (Solanaceae) fruits (Goji berries) cultivated in Konya, Turkey. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 17(10), 2047-2053.
- Peiró, S., Luengo, E., Segovia, F., Raso, J., & Almajano, M. P. (2019). Improving polyphenol extraction from lemon residues by pulsed electric fields. *Waste and Biomass Valorization*, 10, 889-897.
- Peixoto, F. B., Raimundini Aranha, A. C., Oliveira Defendi, R., Tonin, L. T. D., Sipoli, C. C., Fragoso, Á. G., Düsman, E., & Suzuki, R. M. (2023). Optimization of extraction of bioactive compounds with antiproliferative activity from goji berry and assessment of kinetic models. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 98(12), 2888-2903.
- Pereira, C. G., & Meireles, M. A. A. (2010). Supercritical fluid extraction of bioactive compounds: fundamentals, applications and economic perspectives. *Food and Bioprocess Technology*, 3, 340-372.
- Pereira, R. N., Coelho, M. I., Genisheva, Z., Fernandes, J. M., Vicente, A. A., & Pintado, M. E. (2020). Using Ohmic Heating effect on grape skins as a pretreatment for anthocyanins extraction. *Food and Bioproducts Processing*, 124, 320-328.
- Piñeiro, Z., Palma, M., & Barroso, C. G. (2004). Determination of catechins by means of extraction with pressurized liquids. *Journal of Chromatography A*, 1026(1-2), 19-23.
- Plaza, M., Abrahamsson, V., & Turner, C. (2013). Extraction and neof ormation of antioxidant compounds by pressurized hot water extraction from apple byproducts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(23), 5500-5510.
- Plotka-Wasyłka, J., Owczarek, K., & Namieśnik, J. (2016). Modern solutions in the field of microextraction using liquid as a medium of extraction. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 85, 46-64.
- Protti, M., Gualandi, I., Mandrioli, R., Zappoli, S., Tonelli, D., & Mercolini, L. (2017). Analytical profiling of selected antioxidants and total antioxidant capacity of goji (*Lycium* spp.) berries. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 143, 252-260.
- Qihua, T., Jindal, V. K., & Van Winden, J. (1993). Design and performance evaluation of an ohmic heating unit for liquid foods. *Computers and Electronics in Agriculture*, 9(3), 243-253.
- Rajkowska, K., Simińska, D., & Kunicka-Styczyńska, A. (2022). Bioactivities and microbial quality of *Lycium* fruits (goji) extracts derived by various solvents and green extraction methods. *Molecules*, 27(22), 7856.
- Rathore, S. K., Bhatt, S. H. A. S. H. A. N. K., Dhyan, S., & Jain, A. (2012). Preliminary

- phytochemical screening of medicinal plant *Ziziphus mauritiana* Lam. fruits. *International Journal of Current Pharmaceutical Research*, 4(3), 160-162.
- Reyes-Garces, N., Gionfriddo, E., Gómez-Ríos, G. A., Alam, M. N., Boyacı, E., Bojko, B., Singh, V., Grandy, J., & Pawliszyn, J. (2017). Advances in solid phase microextraction and perspective on future directions. *Analytical chemistry*, 90(1), 302-360.
- Reznick, D. (1996). Ohmic heating of fluid foods. *Food Technol. May*, 250-251.
- Riadh, M. H., Ahmad, S. A. B., Marhaban, M. H., & Soh, A. C. (2015). Infrared heating in food drying: An overview. *Drying Technology*, 33(3), 322-335.
- Roberts, J. S., Balaban, M. O., Zimmerman, R., & Luzuriaga, D. (1998). Design and testing of a prototype ohmic thawing unit. *Computers and Electronics in Agriculture*, 19(2), 211-222.
- Rocchetti, G., Chiodelli, G., Giuberti, G., Ghisoni, S., Baccolo, G., Blasi, F., Montesano, D., Trevisan, M., & Lucini, L. (2018). UHPLC-ESI-QTOF-MS profile of polyphenols in Goji berries (*Lycium barbarum* L.) and its dynamics during in vitro gastrointestinal digestion and fermentation. *Journal of Functional Foods*, 40, 564-572.
- Rodríguez De Luna, S. L., Ramírez-Garza, R. E., & Serna Saldívar, S. O. (2020). Environmentally friendly methods for flavonoid extraction from plant material: Impact of their operating conditions on yield and antioxidant properties. *The Scientific World Journal*, 2020(1), 6792069.
- Rodsamran, P., & Sothornvit, R. (2019). Extraction of phenolic compounds from lime peelwaste using ultrasonic-assisted and microwave-assisted extractions. *Food Bioscience*, 28, 66-73.
- Romano, R., De Luca, L., Aiello, A., Rossi, D., Pizzolongo, F., & Masi, P. (2022). Bioactive compounds extracted by liquid and supercritical carbon dioxide from citrus peels. *International Journal of Food Science & Technology*, 57(6), 3826-3837.
- Rosenthal, A., Pyle, D. L., & Niranjana, K. (1996). Aqueous and enzymatic processes for edible oil extraction. *Enzyme and Microbial Technology*, 19(6), 402-420.
- Rostagno, M. A., Palma, M., & Barroso, C. G. (2003). Ultrasound-assisted extraction of soyisoflavones. *Journal of Chromatography A*, 1012(2), 119-128.
- Sahne, F., Mohammadi, M., Najafpour, G. D., & Moghadamnia, A. A. (2017). Enzyme-assisted ionic liquid extraction of bioactive compound from turmeric (*Curcuma longa* L.): Isolation, purification and analysis of curcumin. *Industrial Crops and Products*, 95, 686-694.
- Salengke, S., & Sastry, S. K. (2007). Experimental investigation of ohmic heating of solid-liquid mixtures under worst-case heating scenarios. *Journal of Food Engineering*, 83(3), 324-336.
- Santos, D. T., Veggi, P. C., & Meireles, M. A. A. (2012). Optimization and economic evaluation of pressurized liquid extraction of phenolic compounds from jabuticaba skins. *Journal of Food Engineering*, 108(3), 444-452.
- Santos, P. H., Kammers, J. C., Silva, A. P., Oliveira, J. V., & Hense, H. (2021). Antioxidant and antibacterial compounds from feijoa leaf extracts obtained by pressurized liquid extraction and supercritical fluid extraction. *Food Chemistry*, 344, 128620.
- Sastry, S. (2008). Ohmic heating and moderate electric field processing. *Food Science and Technology International*, 14(5), 419-422.
- Saulis, G., Rodaitė-Riševičienė, R., Dainauskaitė, V. S., & Saulė, R. (2015). Electrochemical

Processes During High-Voltage Electric Pulses and their Importance in Food Processing Technology. *Advances in Food Biotechnology*, 575-592.

- Sen, K. K., Chouhan, K. B. S., Tandey, R., Mehta, R., & Mandal, V. (2019). Impact of microwaves on the extraction yield of phenolics, flavonoids, and triterpenoids from centella leaves: An approach toward digitized robust botanical extraction. *Pharmacognosy Magazine*, 15(64).
- Singh, S. A., Ramakrishna, M., & Rao, A. A. (1999). Optimisation of downstream processing parameters for the recovery of pectinase from the fermented bran of *Aspergillus carbonarius*. *Process Biochemistry*, 35(3-4), 411-417.
- Skenderidis, P., Petrotos, K., Giavasis, I., Hadjichristodoulou, C., & Tsakalof, A. (2017). Optimization of ultrasound assisted extraction of goji berry (*Lycium barbarum*) fruits and evaluation of extracts' bioactivity. *Journal of Food Process Engineering*, 40(5), e12522.
- Soliva-Fortuny, R., Balasa, A., Knorr, D., & Martín-Belloso, O. (2009). Effects of pulsed electric fields on bioactive compounds in foods: a review. *Trends in Food Science & Technology*, 20(11-12), 544-556.
- Sridhar, A., Ponnuchamy, M., Kumar, P. S., Kapoor, A., Vo, D. V. N., & Prabhakar, S. (2021). Techniques and modeling of polyphenol extraction from food: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 19, 3409-3443.
- Sun, W., & Shahrajabian, M. H. (2023). Therapeutic potential of phenolic compounds in medicinal plants—Natural health products for human health. *Molecules*, 28(4), 1845.
- Tang, Z., Zang, S., & Zhang, X. (2012). Detection of chlorogenic acid in honeysuckle using infrared-assisted extraction followed by capillary electrophoresis with UV detector. *Journal of Chromatographic Science*, 50(1), 76-80.
- Teixeira, F., Silva, A. M., Sut, S., Dall'Acqua, S., Ramos, O. L., Ribeiro, A. B., Ferraz, R., Delerue-Matos, C., & Rodrigues, F. (2024). Ultrasound-assisted extraction of bioactive compounds from goji berries: Optimization, bioactivity, and intestinal permeability assessment. *Food Research International*, 188, 114502.
- Tempest, P. (1992). *Experience with ohmic heating and aseptic packaging of particulate foods*. Technical Report. No. PT/FBD1368. Crawley, UK: APV Baker Ltd., Automation Process Division.
- Thaipong, K., Boonprakob, U., Crosby, K., Cisneros-Zevallos, L., & Byrne, D. H. (2006). Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19(6-7), 669-675.
- Tripodo, G., Ibáñez, E., Cifuentes, A., Gilbert-López, B., & Fanali, C. (2018). Optimization of pressurized liquid extraction by response surface methodology of Goji berry (*Lycium barbarum* L.) phenolic bioactive compounds. *Electrophoresis*, 39(13), 1673-1682.
- Tsubaki, S., Sakamoto, M., & Azuma, J. I. (2010). Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from tea residues under autohydrolytic conditions. *Food Chemistry*, 123(4), 1255-1258.
- Tuhanioglu, A., & Ubeyitogullari, A. (2022). Extraction of High-Value Lipids and Phenolic Compounds from Sorghum Bran via a Sequential Supercritical Carbon Dioxide Approach. *ACS Food Science & Technology*, 2(12), 1879-1887.
- Turan, B., Tekin-Cakmak, Z. H., Kayacan Çakmakoglu, S., Karasu, S., Kasapoglu, M. Z., & Avcı, E. (2023). Effect of different drying techniques on total bioactive compounds and

- individual phenolic composition in goji berries. *Processes*, 11(3), 754.
- Uasuf, C. G., De Angelis, E., Guagnano, R., Pilolli, R., D'Anna, C., Villalta, D., Brusca, I., & Monaci, L. (2020). Emerging allergens in goji berry superfruit: The identification of new ige binding proteins towards allergic patients' sera. *Biomolecules*, 10(5), 689.
- USDA. (2019). *Goji berries, dried*. Food Data Central Retrieved from <https://fdc.nal.usda.gov/fdcapp.html#/food-details/173032/nutrients>.
- Varghese, K.S., Pandey, M.C., Radhakrishna, K. and Bawa, A.S. (2012). Technology, applications and modelling of ohmic heating: a review, *Journal of Food Science and Technology*, Vol. 51 No. 10, pp. 2304-2317
- Vázquez, M. B., Comini, L. R., Martini, R. E., Montoya, S. N., Bottini, S., & Cabrera, J. L. (2014). Comparisons between conventional, ultrasound-assisted and microwave-assisted methods for extraction of anthraquinones from *Heterophyllaea pustulata* Hook f.(*Rubiaceae*). *Ultrasonics Sonochemistry*, 21(2), 478-484.
- Veggi, P. C., Martinez, J., & Meireles, M. A. (2013). *Fundamentals of microwave extraction*. In: Chemat F, Cravotto G, editors. Microwave-assisted extraction for bioactive compounds: theory and practice. Boston: Springer Publishing Inc. p. 15–52.
- Vidović, B. B., Milinčić, D. D., Marčetić, M. D., Djuriš, J. D., Ilić, T. D., Kostić, A. Ž., & Pešić, M. B. (2022). Health benefits and applications of goji berries in functional food products development: A review. *Antioxidants*, 11(2), 248.
- Vilkhu, K., Mawson, R., Simons, L., & Bates, D. (2008). Applications and opportunities for ultrasound assisted extraction in the food industry—A review. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 9(2), 161-169.
- Vorobiev, E., & Lebovka, N. (2010). Enhanced extraction from solid foods and biosuspensions by pulsed electrical energy. *Food Engineering Reviews*, 2, 95-108.
- Vorobiev, E., & Lebovka, N. I. (2006). Extraction of intercellular components by pulsed electric fields. Pulsed electric fields technology for the food industry: *Fundamentals and Applications*, 153-193.
- Wang, K., Sasaki, T., Li, W., Li, Q., Wang, Y., Asada, Y., Kato, H., & Koike, K. (2011). Two novel steroidal alkaloid glycosides from the seeds of *Lycium barbarum*. *Chemistry & Biodiversity*, 8(12), 2277-2284.
- Wang, L., & Weller, C. L. (2006). Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science & Technology*, 17(6), 300-312.
- Wang, M., Ouyang, X., Liu, Y., Liu, Y., Cheng, L., Wang, C., Zhu, B., & Zhang, B. (2021). Comparison of nutrients and microbial density in goji berry juice during lactic acid fermentation using four lactic acid bacteria strains. *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(1), e15059.
- Wang, W. C., & Sastry, S. K. (2002). Effects of moderate electrothermal treatments on juice yield from cellular tissue. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 3(4), 371-377.
- Wei, Y., Xu, X., Tao, H., & Wang, P. (2006). Growth performance and physiological response in the halophyte *Lycium barbarum* grown at salt-affected soil. *Annals of Applied Biology*, 149(3), 263-269.
- Wen, C., Zhang, J., Zhang, H., Dzah, C. S., Zandile, M., Duan, Y., Ma, H., & Luo, X. (2018). Advances in ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from cash crops—A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 48, 538-549.

- Wojdyło, A., Nowicka, P., & Bąbalewski, P. (2018). Phenolic and carotenoid profile of new goji cultivars and their anti-hyperglycemic, anti-aging and antioxidant properties. *Journal of Functional Foods*, 48, 632-642.
- Wu, Y., Mittal, G. S., & Griffiths, M. W. (2005). Effect of pulsed electric field on the inactivation of microorganisms in grape juices with and without antimicrobials. *Biosystems Engineering*, 90(1), 1-7.
- Xiang, B., Zhou, X., Qin, D., Li, C., & Xi, J. (2022). Infrared assisted extraction of bioactive compounds from plant materials: Current research and future prospect. *Food Chemistry*, 371, 131192.
- Xu, C., Ling, L., Zhu, J., Long, J., Duan, G., & Yu, Y. (2017). Ionic-liquid-based infrared-assisted extraction (IL-IRAE) coupled with HPLC–MS: A green and convenient tool for determination of TCMs. *Chromatographia*, 80, 335-340.
- Yao, R., Heinrich, M., & Weckerle, C. S. (2018). The genus *Lycium* as food and medicine: A botanical, ethnobotanical and historical review. *Journal of Ethnopharmacology*, 212, 50-66.
- Yu, F., Li, Y., Wu, Z., Wang, X., Wan, N., & Yang, M. (2020). Dehydration of wolfberry fruit using pulsed vacuum drying combined with carboxymethyl cellulose coating pretreatment. *Lwt*, 134, 110159.
- Yu, J., Yan, Y., Zhang, L., Mi, J., Yu, L., Zhang, F., Lu, L., Luo, Q., Li, X., Zhou, X., & Cao, Y. (2023). A comprehensive review of goji berry processing and utilization. *Food Science & Nutrition*, 11(12), 7445-7457.
- Yusoff, I. M., Taher, Z. M., Rahmat, Z., & Chua, L. S. (2022). A review of ultrasound-assisted extraction for plant bioactive compounds: Phenolics, flavonoids, thymols, saponins and proteins. *Food Research International*, 111268.
- Zhang, J., Wen, C., Zhang, H., Duan, Y., & Ma, H. (2020). Recent advances in the extraction of bioactive compounds with subcritical water: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 95, 183-195.
- Zhang, Z., He, K., Zhang, T., Tang, D., Li, R., & Jia, S. (2019). Physiological responses of Goji berry (*Lycium barbarum* L.) to saline-alkaline soil from Qinghai region, China. *Scientific Reports*, 9(1), 12057.
- Živković, J., Šavikin, K., Janković, T., Čujić, N., & Menković, N. (2018). Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenolic compounds from pomegranate peel using response surface methodology. *Separation and Purification Technology*, 194, 40-47.
- Zuo, Y. B., Zeng, A. W., Yuan, X. G., & Yu, K. T. (2008). Extraction of soybean isoflavones from soybean meal with aqueous methanol modified supercritical carbon dioxide. *Journal of Food Engineering*, 89(4), 384-389.

ÖZ GEÇMİŞ

Harun KANTAR 2005 yılında Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü'nde başladığı lisans eğitimini 2009 yılında tamamladı. Özel sektörde farklı şirketlerde gıda mühendisi olarak görev aldı. 2021 yılında Bayburt Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Organik Tarım İşletmeciliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans eğitimine başladı.

