**T.C.**
**MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ**
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DOKTORA TEZİ**
**GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

# ZEYTİNYAĞI EKSTRAKSİYONUNDA ULTRASON UYGULAMASININ YAĞIN VERİMİ VE KALİTE ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

**Alev Yüksel AYDAR**

**Danışman**
**Prof. Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU**

**MANİSA–2017**

| | | |
|---|---|---|
| **Alev Yüksel AYDAR** | **ZEYTİNYAĞI EKSTRAKSİYONUNDA ULTRASON UYGULAMASININ YAĞIN VERİMİ VE KALİTE ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ** | **2017** |

**Tez Sırtı**

**TEZ ONAYI**

**Alev Yüksel AYDAR** tarafından hazırlanan **"Zeytinyağı ekstraksiyonunda Ultrason Uygulamasının Yağın Verimi ve Kalite Özellikleri Üzerine Etkisi "**adlı tez çalışması 17/02/2017 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **DOKTORA TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

| | |
|---|---|
| **Danışman** | **Prof. Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU**<br>Manisa Celal Bayar Üniversitesi |
| **Jüri Üyesi** | **Prof. Dr. Aytaç GÜMÜŞKESEN**<br>Ege Üniversitesi |
| **Jüri Üyesi** | **Prof. Dr. Ahmet KAYACIER**<br>Bursa Teknik Üniversitesi |
| **Jüri Üyesi** | **Doç. Dr. Pelin GÜNÇ ERGÖNÜL** .<br>Manisa Celal Bayar Üniversitesi |
| **Jüri Üyesi** | **Yrd. Doç. Dr. İsmail EREN**<br>Manisa Celal Bayar Üniversitesi |

**Enstitü Müdürü** **Prof.Dr. Kenan DOST**

**TAAHHÜTNAME**

Bu tezin Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

**Alev Yüksel AYDAR**

İÇİNDEKİLER

**İÇİNDEKİLER** ..... **I**
**SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ** ..... **V**
**ŞEKİLLER DİZİNİ** ..... **VI**
**TABLO DİZİNİ** ..... **VII**
**TEŞEKKÜR** ..... **VIII**
**ÖZET** ..... **IX**
**ABSTRACT** ..... **X**
**1. GİRİŞ** ..... **1**
**2. GENEL BİLGİLER** ..... **3**
2.1. Zeytin Ağacı, Genel Özellikleri ve Zeytinlerde Hasat Zamanı ..... 3
2.2. Zeytinin Bileşimi ve Olgunlaşmanın Etkisi ..... 5
2.3. Zeytinyağı Üretimi, Sınıflandırılması ve Kalitesi ..... 6
2.3.1. Kırma/Ezme ..... 6
2.3.2. Malaksasyon (Yoğurma) ..... 7
2.3.3. Yağın Ayrılması ..... 8
2.3.4. Sınıflandırılması ve Kalitesi ..... 9
2.4. Zeytinyağının Bileşenleri ..... 12
2.5. Zeytinyağın Duyusal Özellikleri ..... 16
2.6. Ultrason (Ultrases) ..... 17
2.6.1 Gıdalarda Ultrason Uygulamaları ve Ultrasonla Yağ Ekstraksiyonu ..... 18
**3. MATERYAL VE YÖNTEMLER** ..... **21**
3.1. Materyal ..... 21
3.1.1. Hammadde ..... 21
3.1.2. Kullanılan Kimyasallar ..... 21
3.2. Yöntem ..... 22
3.2.1. Zeytinlerin kırılması ..... 22
3.2.2. Ultrason uygulama – yoğurma: ..... 23
3.2.3. Optimizasyon ..... 24
3.2.4. Analiz Yöntemleri ..... 26
3.2.4.12. Duyusal Analizler ..... 33
**4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA** ..... **37**

4.1. Ultrason Destekli Ekstraksiyon Yönteminin Ekstraksiyon Verimi ve Yağın Kalite Özellikleri Üzerine Etkileri ..... 37
4.1.1. Sıcaklık Artışı ..... 37
4.1.2 Zeytin örneklerinde nem ve toplam yağ oranları ..... 39
4.1.3. Ekstraksiyon verimi ..... 40
4.1.4. Zeytinyağının Fizikokimyasal Özellikleri ..... 44
4.1.5. p-anisidin Değeri ..... 50
4.1.6. Toplam Oksidasyon Değeri ..... 51
4.1.7. Klorofil ve Karotenoid Miktarı ..... 52
4.1.8. Toplam Fenol Miktarı ..... 52
4.1.9. Duyusal Özellikler ..... 53
4.2. Ultrason Destekli Natürel Zeytinyağı Ekstraksiyonunun Yüzey Yanıt Yöntemi ile Optimizasyonu ..... 55
4.2.1. Yanıt Yüzey Yöntemlerinin Oluşturulması ..... 55
4.2.2. Ekstraksiyon İşleminin Optimizasyonu ve Modelin Validasyonu ..... 63
4.2.3.Box-Behnken tasarım desenine göre yapılan deneylerde ultrason parametrelerinin yağların fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi ..... 67
**5. SONUÇ VE ÖNERİLER ..... 76**
**KAYNAKLAR ..... 79**
**EKLER ..... 86**
EK 1. Toplam fenol analizinde gallik asit kalibrasyon grafiği ..... 86
EK 2. Edremit çeşidi ham yağ verimine ait ANOVA tablosu ..... 86
EK 3. Edremit çeşidi yağların ekstraksiyon verimine ait ANOVA tablosu ..... 86
EK 4 . Edremit yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu ..... 87
EK5 . Edremit yağı p-anisidin değerine ait ANOVA tablosu ..... 87
EK 6. Edremit yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu ..... 87
EK 7. Edremit yağı K270 değerine ait ANOVA tablosu ..... 87
EK 8. Edremit yağı toplam oksidasyon değerine ait ANOVA tablosu ..... 88
EK 9. Edremit yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu ..... 88
EK 10. Edremit yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu ..... 88
EK 11. Edremit yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu ..... 88
EK 12. Uslu yağı ham yağ verimine ait ANOVA tablosu ..... 89
EK 13. Uslu yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu ..... 89
EK 14. Uslu yağı peroksit değerine ait ANOVA tablosu ..... 89

EK 15. Uslu yağı p-anisidin değerine ait ANOVA tablosu ..... 89
EK 16. Uslu yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu..... 90
EK 17. Uslu yağı K270 değerine ait ANOVA Tablosu ..... 90
EK 18. Uslu yağı toplam oksidasyon değeri için ANOVA tablosu ..... 90
EK 19. Uslu yağı  toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu..... 90
EK 20. Uslu yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu..... 91
EK 21. Uslu yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu ..... 91
EK 22. Gemlik yağı ham yağ verimine ait ANOVA tablosu..... 91
EK 23. Gemlik yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu ..... 91
EK 24. Gemlik yağı peroksit değerine ait ANOVA tablosu ..... 92
EK 25. Gemlik yağı p-anisidin değerine ait ANOVA tablosu ..... 92
EK 26. Gemlik yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu ..... 92
EK 27. Gemlik yağı K270 değerine ait ANOVA Tablosu..... 92
EK 28. Gemlik yağı toplam oksidasyon değeri için ANOVA tablosu..... 93
EK 29. Gemlik yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu ..... 93
EK 30. Gemlik yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu ..... 93
EK 31. Gemlik yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu ..... 93
EK 32. Optimizasyon Sınırları ..... 94
EK 33. Yağ Verimi için BBD Modelleri..... 94
Ek 34. Yağ asitliği için BBD modelleri ..... 95
EK 35. BBD Edremit yağı toplam antioksidan miktarına ait ANOVA tablosu..... 96
Ek 36. BBD Edremit yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu ..... 96
Ek 37. BBD Edremit yağı peroksit değerine ait ANOVA tablosu ..... 96
Ek 38. BBD Edremit yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu ..... 96
EK 39. BBD Edremit yağı K270 değerine ait ANOVA Tablosu..... 97
Ek 40. K270 Model Kareler Toplamı..... 97
EK 41. BBD Edremit yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu ..... 97
EK 42. BBD Edremit yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu ..... 98
EK 43. BBD Edremit yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu..... 98
EK 44. Peroksit değerine ait modelin ANOVA tablosu..... 98
EK 45. Toplam antioksidan değerine ait 2FI modelin ANOVA tablosu ..... 99
EK 46. Toplam fenolik madde miktarına ait lineer modelin ANOVA tablosu..... 99
EK 47. Toplam karotenoid miktarına ait kuadratik modelin ANOVA tablosu.... 100

EK 48. Toplam klorofil miktarına ait kuadratik modelin ANOVA tablosu..... 100
EK 49. K232 değerine ait kuadratik modelin ANOVA tablosu..... 101
**ÖZGEÇMİŞ..... 102**

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

| | |
|---|---|
| **EI** | Ekstraktabilite İndeksi |
| **FFA (SYA)** | Free Fatty Acid (Serbest Yağ Asitliği) |
| **p-AV (p-AD)** | p-anicidin Value (p-anisidin değeri) |
| **EVOO** | Extra Virgin Olive Oil (Natürel Sızma Zeytin Yağı) |
| **TOTOX (TOD)** | Total Oxidation Value (Toplam Oksidasyon Değeri) |
| **PV (PD)** | Peroxit Value (Peroksit Değeri) |
| **UV** | Ultraviyole |
| **Oİ** | Olgunlaşma İndeksi |
| **TGK** | Türk Gıda Kodeksi |
| **AOAC** | The Association of Analytical Chemists (Analitik Kimyacılar Birliği) |
| **$DPPH^+$RSA** | 2.2-Diphenyl-1-Picrylhydrazyl Radical Scavenging Activity (DPPH Radikal Yakalama Aktivitesi) |
| **TE** | Trolox Eşdeğeri |
| **IOOC** | International Olive Oil Council (Uluslararası Zeytinyağı Konseyi) |
| **ÇDYA** | Çoklu Doymamış Yağ Asidi |
| **TDYA** | Tekli Doymamış Yağ Asidi |
| **BBD** | Box-Behnken Deneme Deseni |

# ŞEKİLLER DİZİNİ

**Sayfa**

Şekil 2. 1. Farklı Oİ' lere sahip zeytinlerden elde edilen zeytinyağları ..... 5
Şekil 2. 2. Zeytin danesinin anatomik yapısı ..... 6
Şekil 2. 3. Dekantör ..... 9
Şekil 2. 4. Oleuropein, tirosol ve hidroksitirosolün kimyasal yapısı ..... 14
Şekil 2. 5. Ultrases ve infrasesin spektrada gösterimi ..... 17
Şekil 2. 6. Kavitasyon süresince hücre zarı parçalanmasının şematik gösterimi ..... 18
Şekil 3. 1. Ekstraksiyon işlemi akım şeması ..... 22
Şekil 3. 2. Tüp çalkayıcı ..... 30
Şekil 3. 3. DPPH analizi için hazırlanmış örnekler ..... 31
Şekil 3. 4. DPPH analizi için kalibrasyon grafiği ..... 31
Şekil 3. 5. Natürel zeytinyağı tadım profil kâğıdı ..... 35
Şekil 4. 1. Ultrason uygulamasına bağlı olarak zeytin ezmelerindeki sıcaklık artışı. 38
Şekil 4. 2. Edremit zeytinyağlarında duyusal analiz sonuçları ..... 54
Şekil 4. 3. Yağ asitliği (a,b,c) için 3D yanıt yüzey grafikleri ..... 58
Şekil 4. 4. Yağ verimi (a,b,c) için 3D yanıt yüzey grafikleri ..... 60
Şekil 4. 5. Verim için beklenen değerler ile gerçek değerlerin kıyaslanması ..... 63
Şekil 4. 6. Verim için beklenen değerler ile gerçek değerlerin kıyaslanması ..... 63
Şekil 4. 7. En yüksek istenebilirlikte bağımsız ve bağımlı değişkenler ..... 64
Şekil 4. 8. K270 değeri için 3D yanıt yüzey grafikleri (a ve b) ..... 71
Şekil 4. 9. K 270 değeri için lineer modele ait diagnostik grafikler ..... 73
Şekil 4. 10. 6 ay depolanan zeytinyağlarına ait duyusal değerlendirme sonuçları .... 75

# TABLO DİZİNİ

Tablo 2. 1. Zeytin ağacının sınıflandırılması ..... 3
Tablo 2. 2. Olgunlaşma indeksi (Oİ) kategorileri ..... 4
Tablo 2. 3. Zeytinyağı ve pirina yağları için belirlenmiş kalite kriterleri ..... 11
Tablo 2. 4. Zeytinyağında yağ asit kompozisyonu ..... 12
Tablo 2. 5. Natürel zeytinyağlarına ait duyusal özellikler ..... 17
Tablo 3. 1. Tez döneminde kullanılan zeytinlerin olgunlaşma indeksleri ..... 21
Tablo 3. 2. Uygulanan malaksasyon ve sonikasyon süreleri ..... 23
Tablo 3. 3. Deneme deseni ..... 24
Tablo 3. 4. Box Behnken tasarımına uygun hazırlanmış faktörler ve seviye değerleri ..... 25
Tablo 3. 5. Genişletilmiş Box-Behnken deneme tasarımı ..... 36
Tablo 4. 1 Optimizasyon çalışmasında ultrason giriş ve çıkış sıcaklıkları ..... 38
Tablo 4. 2. Ekstraksiyonda kullanılan zeytinlerin nem ve yağ oranları ..... 39
Tablo 4. 3. Edremit çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytin yağlarının verimi ve ekstraktabilite indeksi üzerine ultrasonun etkisi ..... 41
Tablo 4. 4.Gemlik çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytin yağlarının verimi ve ekstraktabilite indeksi üzerine ultrasonun etkisi ..... 42
Tablo 4. 5. Uslu çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytin yağlarının verimi ve ekstraktabilite indeksi üzerine ultrasonun etkisi ..... 43
Tablo 4. 6. Farklı ultrason ve malaksasyon sürelerinin Edremit zeytinyağlarının kalite ve besin değeri üzerine etkisi ..... 46
Tablo 4. 7. Farklı ultrason ve malaksasyon sürelerinin Uslu zeytinyağlarının kalite ve besin değeri üzerine etkisi ..... 47
Tablo 4. 8. Farklı ultrason ve malaksasyon sürelerinin Gemlik zeytinyağlarının kalite ve besin değeri üzerine etkisi ..... 48
Tablo 4. 9. Box-Behnken tasarımına uygun yapılan deneylerin sonuçları ..... 55
Tablo 4. 10. Serbest yağ asitliği model kareler toplamı ..... 56
Tablo 4. 11. Serbest yağ asitliği için model uyumluluğu ..... 56
Tablo 4. 12. Verim için model kareler toplamı ..... 56
Tablo 4. 13. Verim için model istatistikleri ..... 57
Tablo 4. 14. Yağ asitliğine ait kuadratik modelin ANOVA tablosu ..... 57
Tablo 4. 15. Verime ait kuadratik modelin ANOVA tablosu ..... 59
Tablo 4. 16. Regresyon modellerinin yeterliliğini gösteren ANOVA tablosu ..... 61
Tablo 4. 17. Regresyon modellerindeki değişkenlerin katsayıları ve önemleri ..... 61
Tablo 4. 18. Deneysel ve öngörülen değerler ..... 66
Tablo 4. 19. Ultrason uygulaması ve malaksasyon surelerinin zeytinyağlarının fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi ..... 70
Tablo 4. 20. K270 Model uyumluluğu ..... 72

## TEŞEKKÜR

Tez çalışmamın tamamlanmasında bana destek olan, bilgi ve deneyimleri ile yol gösteren danışmanım Sayın Prof. Dr. Neriman Bağdatlıoğlu'na, doktora öğrenimim sürecinde tecrübeleri ile beni aydınlatan ve desteğini hiç eksik etmeyen sevgili hocam Sayın Doç. Dr. Pelin Ergönül'e, doktora eğitimim sırasında desteğini esirgemeyen ve kendisiyle tanışmaktan onur duyduğum sevgili hocam Sayın Prof. Dr. Ahmed Kayacıer'e, çalışmalarım sırasında manevi desteğini hissettiğim değerli bölüm arkadaşlarıma ve hocalarıma, öğrenim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen ve hep yanımda olan aileme yürekten teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım boyunca gerek zeytinlerin temin edilmesinde gerekse diğer konularda maddi ve manevi desteğini esirgemeyen Aydar Zeytincilik A.Ş.' ne, zeytinyağı ekstraksiyonunu ve analizlerimin bir bölümünü gerçekleştirdiğim Bornova Zeytincilik Enstitüsü ve değerli çalışanlarına, bu teze destek olan Manisa Celal Bayar Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar ve Projeler Koordinasyon birimine teşekkürü bir borç bilirim.

Son olarak tezimin başlangıcından sonuna kadar ki zorlu süreçte hep yanımda olan, beni motive eden ve bu tezin gerçekleşmesinde büyük paya sahip eşim Ali Osman Aydar'a, varlıklarından ve sevgilerinden güç aldığım kızlarım Zeynep Duru Aydar ve Elif Nil Aydar ile oğlum Orhun Kerem Aydar'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Alev Yüksel AYDAR

Manisa, 2017

# ÖZET

**Doktora Tezi**

## ZEYTİNYAĞI EKSTRAKSİYONUNDA ULTRASON UYGULAMASININ YAĞIN VERİMİ VE KALİTE ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

**Alev Yüksel AYDAR**

**Manisa Celal Bayar Üniversitesi**
**Fen Bilimleri Enstitüsü**
**Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU**

Bu tezde, farklı ultrason sürelerinin Edremit, Uslu ve Gemlik çeşitlerinden elde edilen zeytinyağlarının ekstraksiyon verimi ve kalite özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Bu etkiler yağların ekstraksiyon verimi, serbest yağ asitliği, peroksit değeri, p-anisidin değeri, toplam oksidasyon değeri, K232 ve K270, toplam fenol bileşiği, toplam klorofil içeriği, toplam karotenoid değerleri ve duyusal özellikleri ile belirlenmiştir. Farklı sonikasyon uygulamaları, Edremit zeytinlerinde yağ verimi ve ekstraktabilite indekslerinde önemli bir farklılığa neden olmazken, Gemlik ve Uslu zeytin çeşitlerinde yağ verimi uygulamalar arasında farklı bulunmuştur. Bununla birlikte, Gemlik çeşidi zeytinlere 4 ve 8 dakika ultrason uygulandığında %1.63 ve % 1.53 oranında yağ verimi artışı ve %8.3 ve %7.8 oranında ekstraktabilite artışı gözlenmiştir. 8 dakika sonikasyon uygulamasına tabi tutulan örneklerin klorofil ve karotenoid içeriği en yüksek, 12 dakika ultrason uygulananların ise en düşük bulunmuştur. 8 dakikalık sonikasyon ile ekstrakte edilen yağlar, 4 ve 12 dakika ile elde edilenlerden daha düşük serbest yağ asidi (SYA), p-anisidin değeri (p-AD), peroksit değeri (PD) ve toplam oksidasyon (TOD) değerleri ile daha düşük oksidasyon derecesi göstermişlerdir.

Bu çalışmada zeytinyağı kalitesi üzerine ultrason süresi, ultrason sıcaklığı ve malaksasyon süresi gibi farklı ekstraksiyon parametrelerinin etkisi de araştırılmıştır. Ticari olarak yağ kalitesini maksimumda tutmak kaydıyla yüksek verimde zeytinyağı elde etmek için ideal ultrason destekli ekstraksiyon koşullarını belirlemek için ultrason başlangıç sıcaklığı (20-50°C), ultrason süresi (2-10 dakika) ve malaksasyon süresinin (30-50 dakika) etkileri incelenmiştir. Ultrason başlangıç sıcaklığı, ultrason süresi ve malaksasyon süresi için optimum koşulların sırasıyla 50°C, 2 dakika ve 44.74 dakika olduğu bulunmuştur. Optimum koşullarda ekstraksiyon verimi % 8.39 ve asitlik değeri ise 0.28 mg oleik asit / 100 g yağ olarak öngörülmüştür. Optimum koşullar altında elde edilen deneysel değerler ile teorik değerler uyumlu bulunmuştur.



**Anahtar Kelimeler: Zeytinyağı, ekstraksiyon verimi, ultrason, optimizasyon, kalite özellikleri**

**2017, 118 sayfa**

## ABSTRACT

**PhD Thesis**

**THE EFFECT OF ULTRASOUND ON EXTRACTION YIELD AND QUALITY CHARACTERISTICS OF OLIVE OIL**

**Alev Yüksel AYDAR**

**Manisa Celal Bayar University**
**Graduate School of Applied and Natural Sciences**
**Department of Food Engineering**

**Supervisor: Prof. Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU**

In our study, the influence of ultrasound on the extraction yield and quality characteristics of Virgin Olive Oils (VOO) extracted from of Edremit, Uslu and Gemlik cultivar were studied. The extraction yield, free acidity, peroxide value, p-anisidin value, total oxidation value, K232 and K270, total phenol compound, the content of total chlorophyll, total carotenoid compounds and sensorial properties of oils were determined. Different sonication treatments did not induce significant difference in the oil yield and extractability indexes of Edremit olive oils, however they were significantly different those extracted from Uslu and Gemlik olive oils. The oil obtained from Gemlik olive pastes treated with 4 and 8 minute ultrasound improved oil yield, by 1.63% and 1.53% and the oil extractability by 8.3% and 7.8%, respectively. Moreover, the content of chlorophylls and carotenoids were highest in samples subjected to 8 minutes sonication treatment whereas they were lowest in olive oils subjected to 12 minute ultrasound. Oils extracted by 8 minute sonication showed higher oxidative stability as proven by their lower acidity value (FFA), p-anicidine value (p-AV), peroxide value (PV) and total oxidation (TOTOX) values than those extracted by 4 and 12 minute sonication.

In this study, effect of different extraction parameters including ultrasound time, temperature and malaxation time on olive oil quality were investigated. The extraction variables ultrasound initial temperature (20–50°C), ultrasound time (2–10 min) and malaxation time (30-50 min) were studied to obtain ideal conditions of ultrasonic treatment on the olive paste for obtaining of a greater yield in the extraction of oil, keeping a maximum of commercial quality. The optimal conditions were found to be 50°C, 2 min and 44.74 min for ultrasound initial temperature, sonication time and malaxation time, respectively. The optimal condition resulted in extraction yield of 8.39 % and the acidity value of 0.28 mg oleic acid/ 100 g olive oil. The experimental values obtained under optimal conditions were in agreement with the theoretical values.



**Keywords: Olive oil, extraction yield, ultrasound, optimization, quality characteristics,**
**2017, 118 pages**

# 1. GİRİŞ

Gıdaların işlenmesi ve muhafazasında sıklıkla uygulanan ısıl işlemler gıdaların besin değeri ve kalite özelliklerinde arzu edilmeyen değişimlere sebep olabilmektedir. Bu nedenle gıda sanayiinde ısıl olmayan gıda muhafaza ve işleme yöntemlerine olan ilgi her geçen gün artmaktadır. Gıdalarda ısıl olmayan muhafaza yöntemlerinden ultrason uygulamasına ısı ve kütle aktarımı, enzim ve mikrobiyal inaktivasyon, kurutma, dondurma, kristalizasyon, degas, köpük giderme, homojenizasyon ve ekstraksiyon gibi çok çeşitli amaçlarla başvurulmaktadır

Zeytinyağı çoklu ve tekli doymamış yağ asitleri, esansiyel yağ asitleri, tokoferoller ve skualen gibi biyoaktif bileşenlere sahip, insan sağlığı üzerine olumlu etkileri kanıtlanmış, Akdeniz kültürünün önemli bir besin unsurudur. E vitamini olarak da bilinen tokoferoller güçlü bir antioksidan olmalarıyla beraber son yıllarda kalp hastalıkları ve bazı kanser türlerinin tedavisinde önemli role sahip oldukları kanıtlanmıştır. İnsan sağlığı üzerindeki olumlu etkilerinden dolayı her geçen gün zeytinyağı tüketimi artmaktadır.

Artan tüketici ihtiyaçlarını karşılamak ve yüksek kalitede zeytinyağı üretmek için zeytinyağı ekstraksiyon yöntemlerinin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Her ne kadar ultrason tekniğinin yağ ekstraksiyonunda olumlu etkileri bilinmesine rağmen literatürde ultrason tekniğinin bitkisel yağ ekstraksiyonu ve özellikle de zeytinyağı ekstraksiyon verimi üzerine etkisinin araştırıldığı sınırlı sayıda araştırmaya rastlanmıştır. Ülkemize ait zeytin çeşitlerinden elde edilen natürel sızma zeytinyağlarında ultrason uygulamasının yağın ekstraksiyon verimi üzerine etkisi ise henüz araştırılmamış olup bu çalışma Türkiye'ye özgü zeytin çeşitlerinde yapılmış ilk ultrason çalışması olması özelliğiyle literatürdeki boşluğun doldurulması ve çalışma sonunda elde edilen verilerle ultrason tekniğinin yağ kalitesi üzerine etkilerinin biraz daha anlaşılır hale gelmesi hedeflenmiştir. Ultrason destekli zeytinyağı ekstraksiyonunda kalite ve duyusal özelliklerin en uygun şekilde muhafaza edildiği optimum ultrason uygulama süresi, ultrason uygulama sıcaklığı ve

malaksasyon süresini belirlemek ve elde edilen sonuçların gıda endüstrisi ile paylaşılması bu çalışmanın diğer önemli hedeflerini oluşturmuştur.

Tamamlanmış olan bu tez kapsamında, Akhisar- Manisa yöresinde yetiştirilen Uslu, Gemlik ve Edremit çeşidi zeytinler ile Mersin-Mut yöresine ait Edremit çeşidi zeytinler kırma işlemi sonrası farklı ultrason parametreleri uygulanarak yağa işlenmiştir. Zeytinyağı ekstraksiyonunda ortalama 30 dakika olan malaksasyon süresinin bir kısmının (12 dakikaya kadar) ultrasonla tamamlanarak ultrason uygulamasının ekstraksiyon verimi ve yağ kalite özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Elde edilen zeytinyağlarında serbest yağ asitliği, peroksit sayısı, ultraviyole ışığında özgül soğurma değerleri (K232 ve K270), p-anisidin, toplam oksidasyon değeri, toplam karotenoid, toplam klorofil, toplam fenolik madde içeriği ve antioksidan aktivite analizleri yapılmıştır. Bunlara ilaveten zeytinyağı örnekleri duyusal özellikleri bakımından da incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar ülkemize ait farklı zeytin çeşitlerinden yağ eldesi aşamasında ultrason uygulamasının yağ verimi ve kalitesi üzerine olumlu etkilerini ortaya koymaktadır. Aynı zamanda bu tez çalışması sonucunda, ultrason destekli zeytinyağı ekstraksiyonunda zeytinyağı kalite özelliklerinin en fazla korunduğu ve maksimum yağ veriminin elde edildiği koşullarının tespiti için yanıt yüzey yöntemi ile optimizasyon yapılmış ve sonuç olarak optimal ultrason sıcaklığı, ultrason süresi ve malaksasyon süreleri belirlenmiştir.

# 2. GENEL BİLGİLER

## 2.1. Zeytin Ağacı, Genel Özellikleri ve Zeytinlerde Hasat Zamanı

M.Ö 4000'li yıllardan beri yetiştirilen ve özellikle İtalya, İspanya, Tunus, Yunanistan, Türkiye gibi ülkelerde tarımı yapılan zeytin ağacı Akdeniz kültürü ile özdeşleşmiştir [1,2]. Anavatanı Güney Ön Asya ve Yukarı Mezopotamya olan zeytinin Anadolu üzerinden Ege adaları, Yunanistan, İtalya ve İspanya'ya, ve Mısır üzerinden Fas ve Tunus'a yayıldığı düşünülmektedir [3]. Mitolojik zamanlardan günümüze değin zeytin ağacı ve meyvesine verilen önem kutsal kitaplar da dahil birçok yazılı ve görsel eserde karşımıza çıkmaktadır. İbrani mitolojisine göre büyük tufan sonrası Nuh'a bir güvercin hayatın eski canlılığına döndüğünün bir simgesi olarak ağzında zeytin dalı getirir ki zeytin ve zeytin dalı günümüzde halen barışı ve bereketi simgelemektedir. Yunan geleneğine göre efsanevi Hyperborean ülkelerden Olympia'ya gelenler için zeytin dallarından çelenkler verilmesi ilk olarak Herakles'in girişimidir ve olimpiyatlarda sporculara ödül olarak bu çelenkler verilmekteydi [2].

Oleaceae familyasından olan zeytin ağacının bilimsel sınıflandırılması Tablo 2.1'de gösterilmiştir.

**Tablo 2.1**. Zeytin Ağacının Sınıflandırılması ([4]

| | |
|---|---|
| Alem | *Plantea* (Bitkiler) |
| Bölüm | *Magnoliophyta* (Kapalı Tohumlular) |
| Sınıf | *Magnoliopsita* (İki Çenekliler) |
| Takım | *Lamiales* (Çok yıllık, aromatik kokulu, hermafrodit çiçekli bitkiler) |
| Familya | *Oleaceae* (Zeytingiller) |
| Cins | *Olea* |
| Tür | *Olea europea* |

Türkiye'de 5 ayrı bölgede – Ege, Marmara, Akdeniz, Güneydoğu ve Karadeniz- yetiştirilebilen zeytin ağaçlarından hasat edilen zeytinlerin her biri kendine özgü karakterlere sahiptir ve bu özelliklere bağlı olarak her bölgede farklı oranlarda zeytinyağına ve sofralık zeytine işlenmektedir. Ege bölgesinde üretilen zeytinlerin %80'i zeytinyağına işlenirken %20'si ise sofralık zeytin olarak değerlendirilir [5].Marmara bölgesinde ise Ege bölgesinin aksine zeytinlerin %90'ı sofralık olarak işlenirken sadece %10'luk bir kısmı yağa işlenir. Bu durum Türkiye

de üretilen sofralık zeytinlerin %40'lık önemli bir kısmının neden bu bölgeden temin edildiğini de açıklamaktadır [5].

Akdeniz bölgesindeki zeytin yetiştiriciliği ise daha çok 850 metre yüksekliğe kadar ulaşan Toros dağları ile Akdeniz kıyıları arasında yoğunlaşmaktadır. Bu bölgedeki zeytinlerin %68'i yağa %32'si ise sofralık olarak değerlendirilmektedir. Hatay (Antakya), İçel, Adana ve Antalya zeytin üretimin Akdeniz bölgesinde yoğunlaştığı alanlardır. Güneydoğu Anadolu Bölgesi'nde yetiştirilen zeytinlerin %14'ü sofralık zeytin ve kalan %86'lık kısım ise yağlık olarak değerlendirilmektedir. Zeytin yetiştiriciliği Akdeniz ikliminin hakim olduğu Gaziantep, Kilis, Şanlıurfa, Kahramanmaraş ve Mardin'de yoğunlaşmıştır. Son yıllarda özellikle Adıyaman ve Kilis bölgelerine ekilen zeytin fidanlarının sayısı bölgedeki mevcut ağaç sayısını aşmıştır [4,5].

Zeytinlerin hasadı, maksimum yağ verimi ve kalitesine ulaşıldığında yapılmalıdır. Zeytin hasadı genel olarak Ekim-Ocak ayları arasında yapılmaktadır. En uygun hasat döneminin belirlendiği farklı yöntemler olmasına rağmen en yaygın kullanılan yöntem Uluslararası Zeytinyağı Konseyi (IOOC)'nin belirlemiş olduğu olgunlaşma indeksi (Oİ) yöntemidir [7]. Bu yönteme göre 1 kg zeytin örneğinden rastgele seçilmiş 100 adet zeytinin dış kabuk rengi ve et rengine bağlı olarak 8 farklı kategoriye ayrılır (Tablo 2.2).

**Tablo 2.2**. Olgunlaşma indeksi (O.I) Kategorileri [8]

| **Kategori No** | **Renk tanımı** |
|---|---|
| Kategori 0 | Kabuk renginin koyu yeşil olduğu zeytinler |
| Kategori 1 | Kabuk renginin sarı, ya da sarımsı-yeşil olduğu zeytinler |
| Kategori 2 | Kabuk renginin kırmızımsı lekeli, ya da sarımsı olduğu zeytinler |
| Kategori 3 | Kabuk renginin kırmızımsı, ya da menekşe rengi olduğu zeytinler |
| Kategori 4 | Kabuk rengi siyah ve meyve eti rengi hala tamamen yeşil olan zeytinler |
| Kategori 5 | Kabuk renginin siyah ve meyve eti renginin, et kalınlığının yarısına kadar menekşe renginde olan zeytinler |
| Kategori 6 | Kabuk rengi siyah ve meyve eti rengi çekirdeğe kadar tamamen menekşe renginde olan zeytinler |
| Kategori 7 | Kabuk rengi siyah ve meyve eti rengi tamamen koyulaşmış olan zeytinler |

Formül 2.1'de verilen eşitliğe göre, her bir kategorideki dane adedi ait olduğu grubun numarası ile çarpılarak, elde edilen değerlerin toplamı, toplam zeytin adedine bölünerek "Olgunluk İndeksi" hesaplanmaktadır [7].

$$O.İ. = \frac{(0 * n0) + (1 * n1) + (2 * n2) + (3 * n3) + (4 * n4) + (5 * n5) + (6 * n6) + (7 * n7)}{100} \quad \textbf{(2.1)}$$

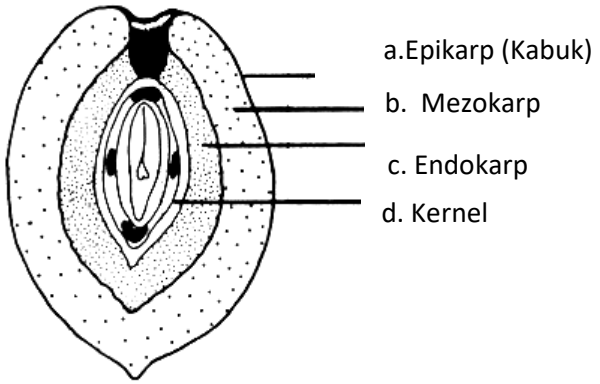
**Şekil 2.1.** Farklı Oİ' lerine sahip zeytinlerden elde edilen zeytinyağları [7]

Şekil 2.1'de görüldüğü gibi erken hasat edilen zeytinlerin klorofil içeriğinin yüksek olmasından dolayı bu dönemde elde edilen zeytinyağlarının rengi koyu yeşil, geç hasat edilen zeytinlerin ise karoten içerikleri daha yüksek olmasından dolayı bu dönemde sıkılan zeytinyağlarının rengi ise sarı-yeşildir [9].

## 2.2. Zeytinin Bileşimi ve Olgunlaşmanın Etkisi

Şekil 2.2'de gösterildiği gibi zeytin meyvesi anatomik olarak a) epikarp, b) mezokarp ve c) çekirdek ve d) çekirdek içi olmak üzere 4 ana kısma ayrılır. Meyve ağırlığının yaklaşık %1-3'ünü oluşturan epikarp ya da kabuk meyveyi koruyan kısımdır. Kabuk rengi olgunlaşmanın ilk safhalarında klorofilden dolayı yeşil renkte iken olgunlaşmanın ilerleyen aşamalarında pembe, mor ve siyaha dönüşmektedir. Bu renk dönüşümünün sebebi meyvedeki klorofil, karotenoid ve antosiyanin bileşimlerindeki değişimdir. Zeytin danesinin yenilebilir kısmını ve meyve ağırlığının %70-80'ini oluşturan mezokarp zeytindeki en önemli kısımdır [10]. Yeşil

renkli zeytinler %70-75 oranında su ve yaklaşık %10-15 yağ içerirken siyah renkli olgunlaşmış zeytinlerde yağ oranı %30 seviyelerine kadar çıkmaktadır [9].




**Şekil 2.2.** Zeytin Danesinin Anatomik Yapısı

Zeytin danesinin yaklaşık % 10-30'luk kısmını endokarp ya da çekirdek, %65-83'lük kısmını mezokarp, %1.5-3.5'lik kısmı epikarp ve %2-6'lık kısmını ise çekirdek içi (kernel) oluşturmaktadır [11–13].

## 2.3. Zeytinyağı Üretimi, Sınıflandırılması ve Kalitesi

Natürel zeytinyağı, zeytin meyvelerine (*Olea europaea L.*) fiziksel veya mekanik işlemler uygulanması sonucu elde edilen, herhangi bir kimyasal işlem görmeden ve rafine edilmeden tüketilebilen yağlardır [12,13]. Zeytinyağı ekstraksiyonu temel olarak, zeytin meyvesinin hücre membranlarını parçalanarak yağ damlacıklarının hapsolduğu mezokarp hücrelerden çıkmasına yardımcı olan kırma [14,15], küçük yağ damlacıklarının birleşerek boyutunun arttığı yoğurma (malaksasyon) ve yağın ayrıldığı santrifüjleme basamaklarından oluşur [18].

### 2.3.1. Kırma/Ezme

Natürel zeytinyağı üretim aşamalarından ilki kırma-parçalama aşamasıdır. Bu işlem sonucu meyve eti parçalanarak hücreler içinde var olan yağ dışarı çıkarılmaktadır. Zeytinler kırıcılarda kırılıp parçalanarak hamur kıvamına getirilir ve bir pompa yardımıyla yoğurma-malaksör ünitesine aktarılmaktadır [17,18].

### 2.3.2. Malaksasyon (Yoğurma)

Yoğurma ya da malaksasyon, zeytin ezmelerinin sürekli ve yavaş bir şekilde kontrollü bir sıcaklıkta yoğrulduğu mekanik ekstraksiyon prosesinin en önemli aşamalarından biridir. Yoğurma işleminde hücreden salınan küçük yağ damlacıkları birleşerek daha büyük yağ damlacıkları oluşarak yağ-su emülsiyon oluşumunun engellenmesiyle yağın sudan daha kolay ayrılması sağlanmaktadır [19,20].

Malaksasyon zeytin hamurunun düşük hızda (20-30 rpm) ve sürekli olarak yoğurulduğu aşamadır [19] ve bu aşama ekstraksiyon verimini ve yağ kalitesini etkiler [21,22].

Malaksasyon süresi ve/veya sıcaklığı artırılarak daha yüksek miktarda yağ özütlenebilir [15,17,23,24]. Ranalli ve ark., (2003) 3 farklı çeşit zeytine (Dritta, Leccino ve Caroleo) 30°C'de 0-75 dakika malaksasyon uygulamışlar ve yağ veriminin 60 dakikaya kadar malaksasyon işlemine tabi tutulan örneklerde önemli miktarda arttığı ancak 75 dakika malaksasyonla elde edilen zeytinyağlarında yağ veriminin 60 dakika yoğurularak elde edilenlerden düşük olduğunu kaydetmişlerdir [24].

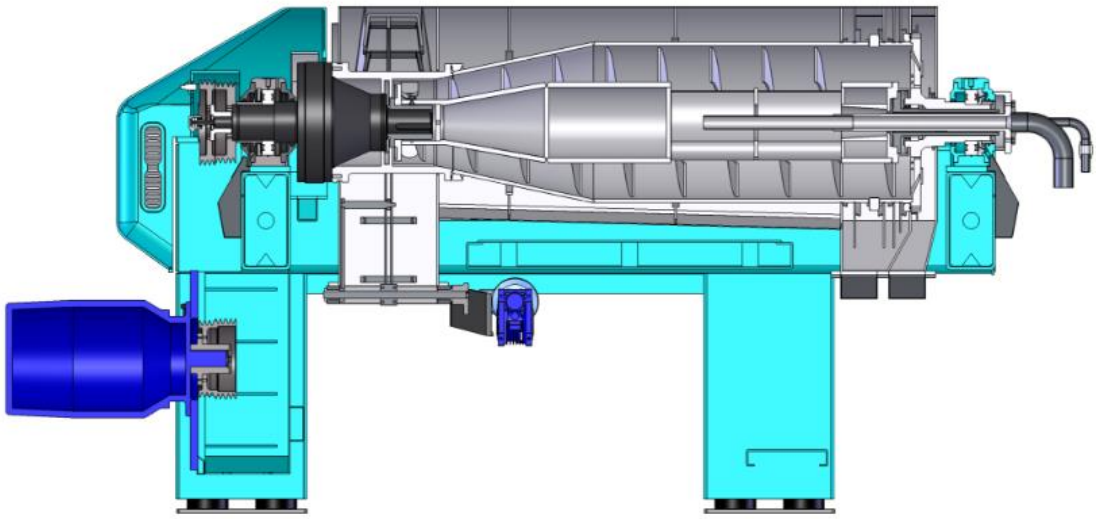
Di Giovacchino ve ark. (2003) malaksasyon süresinin zeytinyağlarının verimi ve kalite özellikleri üzerine etkisini araştırdıkları çalışmada artan malaksasyon süresinin yalnızca yağ veriminin arttığını değil aynı zamanda pirina ve karasuda kalan yağ miktarını da azalttığını bulmuşlardır [27]. Aynı çalışmada yağların peroksit ve asitlik değerleri 45 dakika malaksasyonla elde edilen yağlarda 15 dakika malaksasyonla elde edilenlere oranla önemli derecede yükselirken 90 dakika malaksasyon uygulanan zeytinyağlarının 15 dakika malaksasyonla elde edilen yağlara göre yakın değerlerde olduğu görülmüştür. Tüm yağlarda artan malaksasyonla toplam klorofil ve fenolik bileşiklerinde önemli bir azalma gözlenmiştir [27].

Zeytin hamurunda doğal olarak bulunan enzimlerin (polifenol oksidaz ve peroksidaz) aktivitesi [13,26,27] ile yüksek sıcaklıklarda ve uzun süre uygulanan malaksasyon işlemi yağın oksidatif stabilitesini azaltabileceği gibi yağın serbest yağ asitliği, peroksit değeri ve fenol içeriği gibi fizikokimyasal özelliklerinde istenmeyen

değişikliklere sebep olabilmektedir [23,25]. Bu nedenle, zeytin prinasında kalan yağ miktarının azaltılmasına bağlı olarak yağ verimini ve yağ endüstrisinin çalışma kapasitesini artıracak inovatif tekniklerin bulunması birçok araştırmacı için önemli bir hale gelmiştir [14,16,21,24,28–31].

### 2.3.3. Yağın Ayrılması

Zeytin ezmelerinin ekstraksiyon işlemi ile katı ve sıvı fazlarına ayrılması zeytinyağı üretiminde üçüncü aşamayı oluşturmaktadır. Ekstraksiyon sırasında presleme, perkolasyon ve santrifüj sistemlerinden biri kullanılabilmekte ancak natürel zeytinyağı üretiminde çözücü kullanılmamaktadır. Sadece fiziksel uygulamalar esas alınarak bu işlemler gerçekleştirilmektedir [14,21]. En sık kullanılan teknik dekantör ya da santrifüj yöntemidir (Şekil 2.3). En sık 2 fazlı ya da 3 fazlı sistemlerin kullanıldığı dekantörlerde zeytin ezmesi yağ ve prina olarak ayrılıyorsa 2 fazlı, yağ, karasu ve prina olarak ayrılıyorsa bu sistemlere de 3 fazlı denmektedir.



**Şekil 2.3**. Dekantör [34]

Zeytinyağına eklenen su miktarını azaltmak için 90'lı yılların başında, yeni santrifüj dekantörler piyasaya sürülmüştür. Genel olarak Türkiye'de ve diğer ülkelerde kullanılan dekantörler şunlardır:

i) 3 fazlı santrifüjlü dekantör, geleneksel tip: 100 kg zeytin ezmesi başına 50-70 litre su ilave ederek çalışır ve yağ, pirina (%45-55 nemli) ve karasu (70-90 L/100 kg zeytin) olmak üzere 3 akışkan çıkışı vardır;

ii) 2 fazlı santrifüjlü dekantör, tip integral: zeytinyağına ılık su ilave etmeden çalışır ve yağ ve pirinayı (%65-72 nemli) ayırmak üzere 2 akışkan çıkışıyla ayırır;

iii) 2.5 fazlı, "su tasarrufu" tipi santrifüj dekantör: 100 kg zeytin ezmesi başına 0-20 litre ılık su veya karasu ekleyerek çalışır ve yağ, pirina (%55-60 nemli) ve karasuyu (5-30 L/100 kg zeytin) 3 akışkan çıkışıyla ayırır [27].

İki fazlı dekantör ekstraksiyonunda su eklenmediği için ezilmiş zeytinler doğrudan yağ ve pirina olarak ayrılır. Bu sistem atık su miktarını önemli ölçüde azaltmakta ve böylece çevreyi korumaktadır. Bu şekilde üretilen yağlarda fenolik bileşikler su ile atılmadığı için antioksidan seviyeleri daha yüksek seviyededir ve böylece oksidasyona karşı daha stabildirler. Ancak pirina yüksek bir nem içeriğine (%57-58) sahiptir ve bu da nakliyesini daha pahalı hale getirmektedir [25,33].

Presleme yöntemi en eski yağ ekstraksiyon yöntemidir. Yaygın olmasa da hala kullanılmaktadır. 1970'li ve 1980'li yıllarda yerini işletme maliyetlerini düşürmeye ve zeytin depolama süresini azaltmaya yardımcı olan santrifüj sistemlerine bırakmıştır. Kırılıp yoğurulmuş zeytin ezmesine pres yardımıyla baskı uygulanması esasına dayanmaktadır. Böylece sıvı fazı oluşturan yağ ve karasu katı fazdan ayrılmaktadır [33,34].

Perkolasyon (Seçici Filtrasyon) sisteminde ise çelik bir plaka zeytin ezmesi içine daldırılır. Geri çekildiğinde yağ ile su arasındaki farklı yüzey gerilimi nedeniyle plaka yağ ile kaplanır. Kapasiteyi arttırmak için sistem sürekli bir yatay santrifüj ile birleştirilir [35].

### 2.3.4. Sınıflandırılması ve Kalitesi

İnsan sağlığı üzerindeki olumlu etkilerinden dolayı her geçen gün zeytinyağı tüketimi artmaktadır. 1990/1991'de Türkiye'de 55 000 ton zeytinyağı tüketilirken

2015/2016'de bu miktar 125 000 tona yükselmiştir. Dünyada toplam zeytinyağı tüketimi son 15 yılda 1 482 500 tondan 2 275 500 tona çıkmıştır. Bu artan tüketici ihtiyaçlarını karşılamak ve yüksek kalitede zeytinyağı üretmek için zeytinyağı ekstraksiyon yöntemlerinin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır [6].

Türk Gıda Kodeksi' ne göre natürel zeytinyağı; Zeytin ağacı meyvesinden doğal niteliklerinde değişikliğe neden olmayacak bir ısıl ortamda, sadece yıkama, dekantasyon, santrifüj ve filtrasyon işlemleri gibi mekanik veya fiziksel işlemler uygulanarak elde edilen; kendi kategorisindeki ürünlerin fiziksel, kimyasal ve duyusal özelliklerini taşıyan yağları ifade eder. Natürel sızma zeytinyağı ise doğrudan tüketime uygun, serbest yağ asitliği oleik asit cinsinden her 100 gramda 0,8 gramdan fazla olmayan ve peroksit değeri meq aktif oksijen/kg yağ cinsinden en fazla 20 olan yağlardır (Tablo 2.3) [37].

**Tablo 2.3.** Zeytinyağı ve pirina yağları için belirlenmiş kalite kriterleri [2]

| **Kalite Kriterleri** | **Yağ Sınıfları** | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **Ham Zeytinyağı** | **Natürel Sızma Zeytinyağı** | **Natürel Birinci Zeytinyağı** | **Rafine Zeytinyağı** | **Riviera Zeytinyağı** | **Ham Pirina Yağı** | **Rafine Pirina Yağı** | **Pirina Yağı** |
| Serbest asitlik (% en çok, oleik asit cinsinden) | > 2.0 | ≤ 0.8 | ≤ 2.0 | ≤ 0.3 | ≤ 1.0 | - | ≤ 0.3 | ≤ 1.0 |
| Peroksit Değeri, (meq aktif oksijen/kg yağ, en çok) | - | 20 | 20 | 5 | 15 | - | 5 | 15 |
| Ultraviyole Işığında Özgül Soğurma (E) | | | | | | | | |
| E (232 nm) | - | ≤ 2.5 | ≤ 2.60 | - | - | - | - | - |
| E (270 nm) | - | ≤ 0.22 | ≤ 0.25 | ≤ 1.25 | ≤ 1.15 | - | ≤ 2.00 | ≤ 1.70 |

## 2.4. Zeytinyağının Bileşenleri

Zeytinyağı bileşimi genel olarak %98 oranında trigliseritler ve % 2 oranında fenolik maddeler, serbest yağ asitleri, steroller, hidrokarbonlar, alifatik ve triterpenik alkoller, uçucu bileşenler ve antioksidanlardan oluşmaktadır [15, 38]. Trigliserit ve yağ asitleri zeytinyağı temel bileşenleri olarak sayıldığında diğer bileşenler içerisinde ise fenolik maddeler, steroller, fosfatidler, pigmentler ve aroma bileşenleri sayılabilir. Diğer bileşenler miktarca zeytinyağının çok küçük bir kısmını oluştursa da kalite parametreleri üzerine oldukça önemlidirler [39].

Tablo 2.4'de TGK (2016) ve IOOC (2003)'e göre zeytinyağı için belirlenmiş yağ asit bileşimi yer almaktadır.

**Tablo 2.4**. Zeytinyağının yağ asidi bileşimi [6, 37]

| Yağ Asidi | | IOOC (2003) | TGK(2016) |
|---|---|---|---|
| Laurik | C12:0 | - | - |
| Miristik | C14:0 | ≤0.03 | ≤0.03* |
| Palmitik | C16:0 | 7.5-20.0 | 7.5-20.0 |
| Palmitoleik | C16:1 | 0.3-3.5 | 0.3-3.5 |
| Heptadekonik/Margarik asit | C17:0 | ≤ 0.3 | ≤ 0.3 |
| Heptadesenoik/Margoleik asit | C17:1 | ≤ 0.3 | ≤ 0.3 |
| Stearik | C18:0 | 0.5-5.0 | 0.5-5.0 |
| Oleik | C18:1 | 55.0-83.0 | 55.0-83.0 |
| Linoleik | C18:2 | 3.5-21.0 | 2.5-21.0* |
| Linolenik | C18:3 | ≤1.0 | ≤1.0 |
| Araşidik | C20:0 | ≤0.6 | ≤0.6 |
| Gadoleik/Eikosenoik | C20:1 | ≤0.4 | ≤0.4 |
| Behenik | C22:0 | ≤0.2 | ≤0.2 |
| Lignoserik | C24:0 | ≤0.2 | ≤0.2 |

*TGK 2016 Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği Taslağı'nda alt limitler değiştirilmiştir

Gliserinle üç aynı ya da farklı yağ asitlerinin birleşmesi sonucu oluşan trigliseritler yağların ana bileşenleridir. Zeytinyağında yoğun olarak bulunan trigliseritlerin OOO (% 40-59), POO (% 12-20), OOL (% 12.5-20), POL (% 5.5-7) ve SOO (% 3-7) olduğu bildirilmiştir (O:Oleik asit, P:Palmitik asit, L:Linoleik Asit, S:Stearik asit) [2] . Zeytinyağına yapılan tağşişlerin belirlenmesinde ve farklı coğrafi

bölgelerde yetişmiş zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının karakterizasyonunda trigliserit analizleri kullanılabilmektedir [39].

Trigliseridlerin eksik biyosenteziyle, hidrolitik reaksiyonlarla veya esterleşme ile oluşabilen monogliseridler ve digliseridler zeytinyağında sırasıyla %1-2.8 ve %0-0.25 oranında bulunurlar [12]. Monogliseridler ve digliseritler gıda sanayinde yüzey aktif maddesi olarak sıklıkla kullanılmaktadırlar [40].

Yağlarda hidrolitik aktivitenin varlığını gösteren serbest yağ asitleri zeytinyağı kalitesinin belirlenmesinde kullanılan en eski parametredir [2]. Kızartma gibi yüksek sıcaklık uygulanan proseslerde yağ degredasyonu gerçekleşmektedir, ve sıcaklık arttıkça trigliseritler diglisertilere, monogliseritlere ve serbest yağ asitlerine kadar parçalanabilmektedir [41].

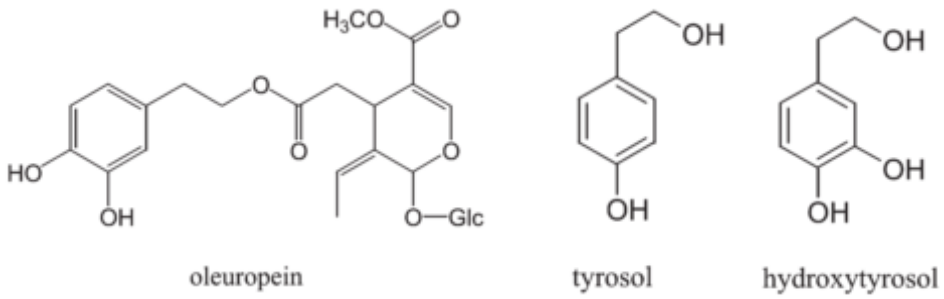
Kimyasal ya da fiziksel rafinasyonla elde edilen yağlarda nötralizasyon ve deodarizasyon aşamalarında uzaklaştırıldığı için TGK'ne göre rafine zeytinyağında serbest yağ asitliği en fazla % 0.3 olarak belirlenmiştir. Natürel sızma zeytinyağında ise bu değer % 0.8 olarak düzenlenirken, serbest yağ asitliği % 2.0 'den fazla olan yağlar ise ham zeytinyağı sınıfına girmektedir [35]. Yağ asitliği zeytinyağı kalite kriteri olarak değerlendirilmesinin yanı sıra, yağ proses kontrolünde ve oluşabilecek sorunlara zamanında müdahale edilebilmesi amacıyla yağda sürekli takip edilen bir parametredir [12].

Zeytinyağında fosfolipidlerin toplam miktarı 40-135 mg/kg'dir. Fosfolipidlerin belirlenmesinde sınırlı sayıda çalışma olmasına rağmen Alter ve Gutfinger (1982) zeytinyağındaki temel fosfolipitlerin fosfatidil kolin, fosfatidil etanolamin, fosfatidil inositol ve fosfatidil serin olduğunu bulmuşlardır [42]. Antioksidan aktiviteye sahip olan fosfolipidlerin fazla miktarda bulunması yüksek sıcaklıkta yağda kararma ve köpürmeye sebep oldukları için bu bileşikler rafinasyonla uzaklaştırılmaktadırlar. Ancak yapılan çalışmalar rafine edilmemiş yağların fenolik bileşiklerle birlikte fosfolipid içeriğinin yüksek olmasının yağları oksidasyona karşı daha stabil hale getirdiğini göstermektedir.

Fenolik bileşikler oksidasyona karşı etkisi bilinen en önemli biyoaktif bileşenlerdir [15].

Natürel sızma zeytinyağına ait fenolik bileşikler:

a. tirosol, hidroksitirosol ve türevleri,
b. 4-hidroksi benzoik, 4-hidroksi fenilasetik, ve 4-hidroksi sinamik asit ve türevleri,
c. Lignanlar,
d. flavonoidler olarak sınıflandırılır.




**Şekil 2.4.** Oleuropein, tirosol ve hidroksitirosolün kimyasal yapısı

Zeytinyağlarında en sık bulunan fenolik bileşikler, tirosol, hidroksitirosol ve oleuropeindir (Şekil 2.4). Zeytinlerin özellikle acılığıyla ilişkilendirilmiş fenolik bileşikler zeytinyağlarının da birçok duyusal özelliklerini etkilemektedir [43]. Bu bileşikler antioksidan görevi görerek oksidatif ransiditeye karşı yağları ve oksidasyona karşı düşük yoğunluklu proteinleri korurlar [26,43,44].

Zeytinyağının güçlü oksidatif stabilitesine katkıda bulunan diğer bileşenler ise tokoferoller, skualen, steroller, klorofil ve karotenoidlerdir [46]. Natürel sızma zeytinyağında 5-15 mg/kg toplam tokoferol bulunurken, bunun büyük kısmını α-tokoferoller (% 52-87), diğer kısmını ise β-tokoferoller (%15-20) ve γ-tokoferoller (%7-23) oluşturmaktadır [40,42]. Alfa tokoferoller miktarca fazla olmasına rağmen diğer tokoferollerden daha fazla hidroksil grubu içerdiğinden oksidasyona oldukça duyarlıdır.

Tokoferoller de diğer antioksidan bileşikler gibi kendileri kolayca okside oldukları için diğer maddelerin oksitlenmesini durdurmak ya da geciktirmek suretiyle zeytinyağlarını oksidasyona karşı daha stabil hale getirmektedirler [12]. Zeytinlerde olgunlaşmaya bağlı olarak tokoferol miktarı azalmaktadır, erken hasat edilen zeytinlerden elde edilen yağların tokoferol içeriği daha yüksektir [42,44] Beltran ve ark. (2005) Hojiblanca çeşidi zeytinlerde olgunluğun fenolik maddeler ve

tokoferoller üzerine etkilerini araştırdıkları çalışmalarında zeytinyağlarının tokoferol içeriklerinin 95/96, 96/97 ve 97/98 yıllarında erken hasat ve geç hasat dönemleri için sırasıyla 298 ppm'den 248 ppm'e, 362 ppm'den 290 ppm'e ve 381 ppm'den 290 ppm'e düştüğünü bildirmişlerdir [43].

Zeytinyağının renk düzeyi, klorofil, karotenoid ve tokoferol içeriğine bağlıdır. Yağların pigment konsantrasyonu, meyvenin çeşitliliği ve olgunluğuna bağlı olarak büyük ölçüde farklılık gösterir. Klorofil ve karotenoidler zeytinyağının renk yoğunluğunu belirleyen en temel bileşiklerdir [9].

Lutein, β karoten, violaksantin ve neoksantin zeytinyağında bulunan başlıca karotenoidlerdir. Karotenoidlerin zeytinyağındaki miktarları genellikle 3-25 mg/kg arasında değişir ve bunun önemli bir kısmını lutein (1-10mg/kg) oluşturmaktadır [9, 47]. Zeytinyağlarında bulunan klorofil miktarı en fazla zeytin çeşidi, olgunluk, iklimsel ve coğrafi faktörlere ve ekstraksiyon yöntemine göre farklılık göstermektedir. 3 farklı bölgeden (Altınözü, Antakya ve Samandağı) temin edilen Gemlik çeşidi zeytinlerin, olgunluk zamanı boyunca toplam klorofil miktarları sırasıyla 37.53-73.08 mg/kg, 78.15-121.58 mg/kg ve 23.48-112.23 mg/kg arasında değişmiştir [12].

Minguez ve ark. (1991)'nın 4 farklı zeytin çeşidinden elde edilen zeytinyağlarının renk pigmentleri üzerine meyve olgunluğunun etkisini araştırdıkları çalışmada yağların klorofil ve karotenoid miktarlarının tüm çeşitlerde olgunlaşma arttıkça azaldığını ve pigment miktarındaki azalmanın karotenoide nazaran klorofillerde daha fazla olduğunu bulmuşlardır. Hasat dönemi geciktikçe klorofil/karoten oranı azalmakta ve bu sebeple geç hasatta temin edilen zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının rengi erken hasatta elde edilenlere göre daha sarı renktedir [47].

Yağ ışığa maruz kaldığında, klorofil bir prooksidan görevi görmesi nedeniyle hızla okside olur. Bu nedenle erken hasat yağların kalitesini korumak için yağlar koyu renkli şişelerde ışığa maruz bırakılmadan depolanmalıdır [7,15,46].

## 2.5. Zeytinyağın Duyusal Özellikleri

Natürel zeytinyağlarının duyusal özellikleri, yağın sınıflandırmasının yanısıra, tüketici beğenisi açısından da önemli bir kalite kriteridir. Zeytinde bulunan fenolik bileşikler, hem zeytinin ve yağının yapısal ve duyusal özellikleri hem de yağın oksidasyon stabilitesi üzerinde önemli rol oynar[25, 48]. Toplam fenolik madde konsantrasyonu ile yağların acılık-burukluk özellikleri arasında pozitif korelasyon olduğu bulunmuştur. Yapılan calışmalar sinamik asit gibi fenolik asitler, ligtrosid türevleri ve oleuropeinin yağın acılığından, sekoiridoidlerin ise yağın buruk tadından sorumlu olduğunu ortaya koymuştur [12, 49].

Zeytinyağında olumlu kabul edilen özellikler, taze meyve lezzeti, olgun meyve lezzeti, acılık (bitter tat) ve keskinliktir [23, 30]. Acılık: Zeytinyağı, yeşil veya rengi dönmüş zeytinlerden elde edildiğinde bu karakteristik tadı içerir, acılık şiddetine bağlı olarak az veya çok hoşa giden bir özelliktir [2, 16, 50]. Taze meyve lezzeti: Taze, hoşa giden bir his bırakır, zeytin çeşidine bağlı olarak değişiklik gösterebilir. Meyve lezzeti: Uygun hasat döneminde hasat edilmiş taze, olgun zeytinlerin koku ve tadıdır. Olgun meyve lezzeti: çok olgun zeytinlerden elde edilen zeytinyağının karakteristik özelliğidir. Meyve tat ve kokusu daha hafiftir [16, 20].

Olumsuz kabul edilen ve kusur olarak nitelendirilen özellikler; küflü/çamurlu lezzet, asit-ekşi-sirke-şarap lezzeti, küflü/ rutubetli/ toprağımsı lezzet, soğuktan çürümüş lezzet, ransit (acılaşma) lezzet ve diğer olumsuz (metalik, ısınmış ya da yanmış, karasu lezzeti, samansı, kurtlu, pütürtülü, çimensi, yapışkan, salamura, salatalık lezzeti) özelliklerdir. Bu kusurlar ekolojik şartlara, zeytinin hasat şekline, yağa işlenmesine ve depolama şartlarına bağlı olarak zeytinyağında bulunabilirler. Natürel zeytinyağında duyusal değerlendirme yapılırken, tadımcıdan olumlu ve olumsuz olarak kabul edilen bu özellikleri tespit etmesi ve profil kâğıdında 10 cm'lik skala üzerinde duyunun şiddetine göre işaretleme yapması istenir. Tüm tadımcıların duyusal analiz sonuçları tablo haline getirilir ve algıların medyanı hesaplanarak zeytinyağının kalite değerlendirmesi ve sınıflandırılması (Tablo 2.5) yapılır (COI/T.20/Doc. No 15/Rev. 6., Kasım, 2013) [8].

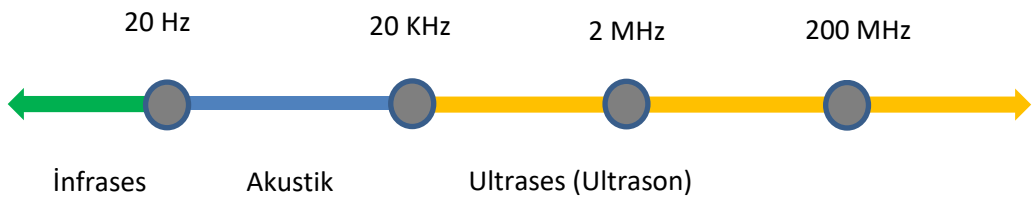
**Tablo 2.5.** Natürel zeytinyağlarına ait duyusal özellikler [37]

| | **Kusurların Ortancası/Medyanı (Md)** | **Meyvemsi Özellik Ortancası/Medyanı (Mf)** |
|---|---|---|
| Natürel Sızma Zeytinyağı | Md = 0 | Mf > 0 |
| Natürel Birinci Zeytinyağı | 0 < Md ≤ 3,5 | Mf > 0 |
| Ham zeytinyağı * | Md >3,5 | |

*Meyvemsi özellik medyanı 0'a eşit olduğunda kusurların medyanı 3,5'a eşit veya küçük olsa bile ham zeytinyağı olarak kabul edilir.

## 2.6. Ultrason (Ultrases)

Isıl muhafaza teknikleri gıdaların besin değeri ve kalite özelliklerinde istenmeyen değişimlere sebep olduğundan, günümüzde gıda sanayiinde ısıl olmayan gıda işleme ve muhafaza yöntemlerine talep artmaktadır [51]. Isıl olmayan muhafaza yöntemlerinden ultrason tekniği gıdalarda ısı transferi, kütle transferi, enzim ve mikrobiyal inaktivasyon, kurutma, dondurma, kristalizasyon, degas, köpük giderme, homojenizasyon ve ekstraksiyon gibi çok çeşitli amaçlarla uygulanabilmektedir [52–55].




**Şekil 2.5.** Ultrases ve infrasesin spektrada gösterimi

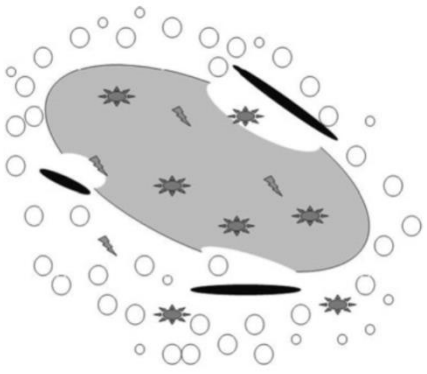
Genel tanımıyla ultrason; ses dalgalarının saniyede 20000 veya daha fazla titreşim hareketi sonucunda üretilen bir enerjidir. İnsan kulağı 20 Hz ile 20000 Hz frekans aralığı içerisinde kalan sesleri duyabilmektedir. Bu bölgeye akustik ya da duyulabilir bölge denmektedir. Bu sınırın üzerindeki sesler ultrases (ultrason) ve bu sınırın altındaki sesler de infrases olarak ifade edilmektedir [52,53](Şekil 2.5).

### 2.6.1 Gıdalarda Ultrason Uygulamaları ve Ultrasonla Yağ Ekstraksiyonu

Gıda teknolojisinde 20 kHz ile 10 MHz frekans aralığındaki ultrason ekipmanları kullanılmakta ve ultrason tekniğinin düşük şiddetli ultrason ve yüksek şiddetli ultrason olmak üzere 2 farklı uygulama şekli bulunmaktadır. Düşük şiddetli ultrason uygulamalarında yüksek şiddetli ultrason uygulamalarına göre daha düşük güç seviyesi (<0.1 $W/cm^2$) ve daha yüksek frekanslar (0.1-100 MHz) kullanılmaktadır [56].

Düşük şiddetli ultrason uygulamaları gıdaların fizikokimyasal özellikleri hakkında bilgi edinmek amacıyla gıda proseslerinin kontrolünde kullanılmaktadır. Yüksek şiddetli ultrason fiziksel olarak bir maddenin özelliklerini değiştirmek amacıyla kullanılmakta olup düşük şiddetli ultrases uygulamalarına göre yüksek güç düzeyi (>0.1 $W/cm^2$) ve düşük frekans (<0.1 MHz) kullanılmaktadır. Yüksek şiddetli ultrason mikroorganizma ve enzim inaktivasyonu, biyoaktif bileşenlerin ekstraksiyonu, emülsifikasyon ve kristalizasyon amacıyla gıda endüstrisinde kullanım alanı bulmuştur [52,54–57].

Kavitasyon, gıdalarda düşük ve yüksek güçlü ultrasonun istenen etkilerini elde etmeyi sağlayan mekanizmadır. Ultrasonik dalga bir sıvıdan geçtiğinde çok küçük kabarcıklar veya boşluklar meydana getirmekte, diğer bir ifade ile "kavitasyon" oluşmaktadır. Bu kabarcıklar sönümlendikleri anda ise o noktalarda lokal olarak yüksek sıcaklık ve basınç oluşturmaktadırlar. Hücrelerin parçalanması, enzim aktivitesinin engellenmesi, şarapların olgunlaşması, üretim yüzeylerinin temizlenmesi, ekstraksiyon, filtrasyon, emülsifikasyon ve kristalleşme kavitasyon mekanizmasına dayanmaktadır [60] .



**Şekil 2.6.** Kavitasyon süresince hücre zarı parçalanmasının şematik gösterimi [60]

Ekstraksiyon amaçlı ultrasonik uygulamaların başında protein, fenolik madde ve yağ ekstraksiyonu gelmektedir [36,58]. Zeytinyağının ekstraksiyonunda daha fazla yağ elde etmek için optimal sıcaklık ve süreye ulaşmak gereklidir. Ancak hem yüksek sıcaklık hem de uzun yoğurma süresi zeytinyağının duyusal ve kalite özelliklerinde kayıplara sebep olmaktadır [17,20].

Bazen kırma işleminden sonra zeytin ezmelerinde güçlü bir yağ / su emülsiyonu oluşması nedeniyle malaksasyondan sonra dahi bu emülsiyon kırılmayabilir. Bu durumlarda, santrifüj işlemi sırasında yağ fazının ayrılması çok daha zahmetlidir. Meyvenin karakteristik özellikleri (çok yüksek nem içeriği (% 50-60), yüksek yağ içeriği (yaklaşık % 30) ve çok düşük kuru madde seviyesi (% 10-15) sebebiyle kabul edilebilir bir yağ verimi sağlanamadığı durumlarda ultrason yüksek frekanslarda (<30 kHz) uygulanırsa, emülsiyon kendi bileşenlerine yani su ve yağ fazına ayrılabilir [63].

Zeytinyağı ekstraksiyonunda ultrason uygulamasının etkilerinin araştırıldığı sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Clodoveo ve arkadaşları [15,19] İtalya Apulia bölgesine ait Coratina çeşidi zeytinlere kırma ve yoğurma işlemleri öncesi farklı sürelerde (2, 4, 6, 8 ve 10 dak.) ultrason uygulayarak zeytinyağı kalitesi ve ekstraksiyon verimi üzerine etkilerini araştırmışlardır. Zeytinyağı üretiminde ultrason uygulamasının zeytin yoğurma süresini azalttığı, zeytinyağının acılığını ve toplam polifenol içeriğini azaltırken, klorofil, tokoferol ve karotenoid miktarını arttırdığı ve zeytinyağının genel kalite özelliklerini iyileştirdiği bulunmuştur. %19.4 yağ içeren zeytin meyvelerinde ultrason uygulanmamış zeytinyağının ekstraktabilite oranı %83.5 iken zeytin ezmesine (hamuruna) 8 dakika ultrason uygulandığında zeytinyağı ekstraktabilitesi % 87.1 e yükselmiştir.

Yapılan bir diğer çalışmada Jimenez ve arkadaşları [16] erken hasat (yağ içeriği %17.1) ve geç hasat dönemi (yağ içeriği %22.1) toplanmış, İspanya 'ya özgü Picual çeşidi zeytinlerden zeytinyağı eldesinde doğrudan ultrason ve dolaylı ultrason uygulamalarının zeytinyağı ekstraksiyon verimi ve yağ kalite özellikleri üzerine etkilerini araştırmışlardır. Doğrudan ultrason uygulaması zeytin ezmelerine ultrasonik prob daldırılarak uygulanırken dolaylı ultrason uygulaması ise ultrasonik banyo ile sağlanmıştır. Aynı çalışmada erken hasat döneminde zeytinler yüksek

oranda nem içerirlerken (%63.6) geç hasat edilen zeytinler daha düşük neme (%46.6) sahiptirler. Erken hasat dönemi toplanıp ultrason uygulanmamış zeytinlerden yağ özütlenebilirliği % 42.5± 0.71 iken doğrudan ultrason uygulanmış zeytinlerden yağ özütlenebilirliği % 45.9±0.7'e yükselmiştir. Geç hasat dönemi toplanmış daha olgun ve düşük neme sahip zeytinlerde dolaylı ultrason uygulamasının yağ ekstraksiyonunda en uygun uygulama olduğu tespit edilmiştir. Geç hasat dönemi ultrason uygulanmamış zeytinlerden yağ özütlenebilirliği % 72.0± 0.28 iken dolaylı ultrason uygulanmış zeytinlerden yağ özütlenebilirliği % 73.2± 0.64 olarak tespit edilmiştir [16].

Bejaoui ve ark. (2016), zeytin ezmesi sıcaklığı üzerine ultrason gücü, zeytin ezmesinin akış hızı, zeytinin nem içeriği, zeytinin yağ içeriği ve kırma işlemi öncesi zeytin meyvesinin sıcaklığı gibi farklı değişkenlerin yağ verimi ve kalitesi üzerine etkisini araştırmışlar ve yanıt olarak ezme sıcaklığının tahmini için bu değişkenlerin optimizasyonu üzerine çalışmışlardır. Ayarlanmış (düzeltilmiş) korelasyon katsayısı (Adj-$R^2$) nin en yüksek olduğu durumda modelin uyumluluğu en iyi olarak değerlendirilmiştir. Buna göre zeytin ezme sıcaklığının tahmin edilmesi için en uygun modelin 2FI (2 faktörlü interaksiyon) olduğunu bulmuşlardır (Adj-$R^2$: 0.9332). Zeytin ezmesinin akış hızı ve ultrasonun gücü ile oluşturulmuş modelin zeytin ezmesinin sıcaklığını tahmin etmek için en yetersiz model olduğunu bildirmişlerdir (Adj-$R^2$:0.3084) [33].

# 3. MATERYAL VE YÖNTEMLER

## 3.1. Materyal

### 3.1.1. Hammadde

Tez çalışmasında kullanılan zeytin meyvelerinin (*Olea europaea L.*) olgunlaşma indeksleri ve hasat edildikleri bölgeler Tablo 3.1'de verilmiştir.

**Tablo 3.1.** Tez çalışmasında kullanılan zeytin çeşitleri ve olgunlaşma indeksleri

| Zeytin Çeşidi | Olgunlaşma İndeksi | Bölge | Hasat Dönemi |
|---|---|---|---|
| Edremit | 3.15 | Akhisar | 2014/2015 |
| Uslu | 3.12 | Akhisar | 2014/2015 |
| Gemlik | 3.24 | Akhisar | 2016/2017 |
| Edremit* | 3.35 | Mut | 2015/2016 |

*Optimizasyon çalışmalarında kullanılan zeytinlerdir.

Manisa-Akhisar bölgesinden temin edilen Edremit (Ayvalık), Uslu ve Gemlik ve çeşidi zeytinler için olgunlaşma indeksi değerleri sırasıyla 3.15, 3.12 ve 3.24 olarak ölçülmüştür. Optimizasyon çalışmasında kullanılan Edremit çeşidi zeytinler 3.35 olgunlaşma indeksine sahip olup, Mersin-Mut bölgesinden temin edilmiştir. Zeytinler Ekim-Aralık aylarında hasat edildikten sonra bekletilmeden zeytinyağı işlenecek pilot tesise ulaştırılmıştır. Ekstraksiyon işlemi sonrası elde edilen zeytinyağı numuneleri laboratuvar ortamında oda sıcaklığında muhafaza edilmiştir.

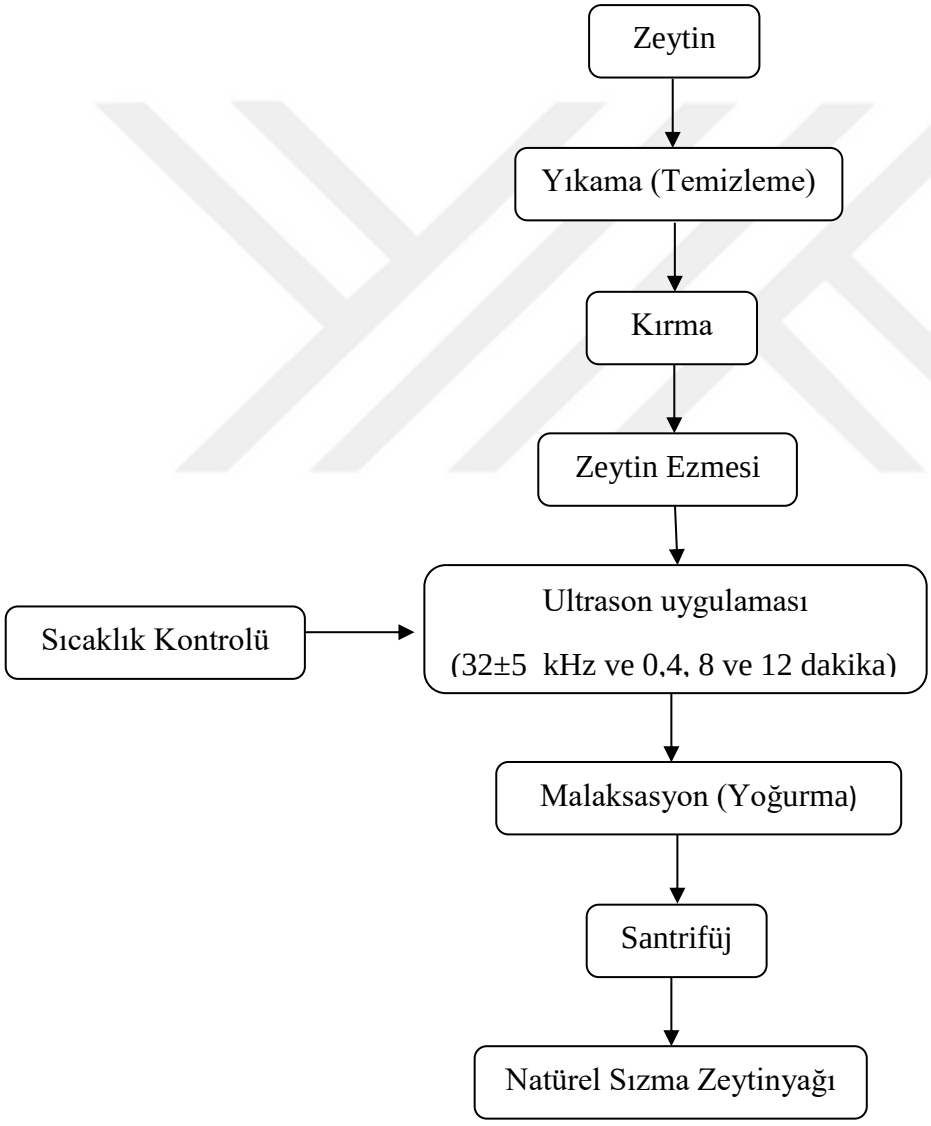
### 3.1.2. Kullanılan Kimyasallar

Analizlerde analitik saflıkta kloroform, aseton, hegzan, sodyum hidroksit, potasyum hidroksit, sodyum tiyosülfat, potasyum iyodür ve sodyum karbonat (Tekkim, Türkiye), hidroklorik asit, gallik asit, glasiyel asetik asit, Folin Ciocalteu reaktifi, etanol (analitik saflıkta), metanol, dietil eter, petrol eteri ve izooktan (Merck, Almanya), siklohegzan, fenolftalein, nişasta, DPPH, trolox **(**6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchroman-2-carboxylic Acid, ≥ 98 saflıkta **)** ve p-anisidin (Sigma-Aldrich Co. LLC, St. Louis, MO, ABD) kullanılmıştır.

## 3.2. Yöntem

### 3.2.1. Zeytinlerin kırılması

Zeytinyağı ekstraksiyonu kırıcı, yoğurucu ve santrifüj ünitelerini barındıran laboratuvar ölçekli bir zeytinyağı ekstraksiyon cihazında (Abencor marka, Mc2 Ingenieria y Sistemas, Sevilla, İspanya) gerçekleşmiştir. Her bir zeytin çeşidi için tez çalışması kapsamında uygulanan ultrason destekli zeytinyağı ekstraksiyonu akım şeması Şekil 3.1'de verilmiştir:




**Şekil 3.1**. Ekstraksiyon işlemi akım şeması

İzmir Bornova Araştırma Enstitüsü' nde bulunan pilot tesise kasalarda getirilen zeytinler yıkanıp yaprak ve yabancı maddelerden ayıklandıktan sonra 100 kg/saat kapasiteli zeytin kırma ünitesinde, her bir deneme için 4 kg zeytin örneği sisteme verilerek kırma işlemi yapılmıştır.

### 3.2.2. Ultrason uygulama – yoğurma:

Ultrason işlemi için ultrasonik banyo (AlexMachine, PR-6711, Türkiye) kullanılmıştır. Ekim-Aralık dönemi hasat edilen zeytinlere, kırma işlemi sonrası farklı sürelerde (0-12 dak.) ultrason (32±5 KHz) uygulanmıştır.

Ultrason tankı (tank boyutu: 24x14x15 cm, tank hacmi: 4 L) deneme öncesi su ile temizlenmiş ve kurutulmuştur. Laboratuvar ölçekli zeytinyağı kırma, yoğurma ve santrifüj üniteleri de yağ kalitesi ve verimi üzerine olumsuz etkileri minimize etmek amacıyla her deneme öncesi temizlenmiştir. Çalışmada uygulanan malaksasyon ve ultrason süreleri Tablo 3.2 de gösterilmiştir.

**Tablo 3.2.** Uygulanan sonikasyon ve malaksasyon süreleri

| Örnek | Toplam Yoğurma (30 dakika) | |
|---|---|---|
| | Sonikasyon süresi (dakika) | Malaksasyon süresi (dakika) |
| **Kontrol** | 0 | 30 |
| **4 dak.** | 4 | 26 |
| **8 dak.** | 8 | 22 |
| **12 dak.** | 12 | 18 |

Malaksasyon öncesi örneklere farklı sürelerde (4, 8 ve12 dak.) ultrason uygulanmış ve ultrason işlemi süresince karıştırma işlemi elle devam ettirilmiştir. Ultrason uygulaması sırasında yoğurma işlemine devam edildiği için örneklerin toplam yoğurma süresi (ultrason+malaksasyon) 30 dakika olacak şekilde malaksasyona tabi tutulmuşlardır. Kontrol örneklerine ultrason işlemi uygulanmamış 30 dakika yoğurucu ünitede malakse edilmişlerdir.

Ultrason işlemi sırasında oluşan sıcaklık artışı K tipi termokapılın (Hanna HI 98804, Hanna Instruments, ABD) 3 adet probu ultrason banyosunun farklı 3 bölgesine yerleştirilmek suretiyle her 2 dakikada bir alınarak kontrol edilmiştir. Ultrason uygulaması sonrası zeytin ezmesi yoğurucu üniteye (Kitchenaid artisan,

Whirlpool Cor., ABD) aktarılmıştır. Zeytin ezmeleri yoğurma ünitesinde hız-devir ayarı 2' ye getirilerek deneme desenine bağlı olarak farklı sürelerde (30, 26, 22 ve 12 dak.) yoğurma işlemine tabi tutulmuştur. Malaksasyon işleminden sonra yağlar santrifüj ünitesine alınıp (5700 devir/ dak.) 1 dakika içinde zeytinyağı ayrıştırılmıştır. Çalışma 3 tekerrürlü ve 2 paralelli olarak gerçekleştirilmiştir.

### 3.2.3. Optimizasyon

#### 3.2.3.1. Deneme Deseni

Optimizasyon çalışmasında yoğurma ünitesine her bir deneme için toplamda 2 kg zeytin ezmesi ilave edilmiştir. Ultrason destekli zeytinyağı ekstraksiyonunun optimizasyonu ve bağımsız değişkenlerin interaktif etkilerini değerlendirmek için üç değişkenli ve üç seviyeli merkezde 5 tekerrürlü toplamda 17 deneme deseni veren Box-Behnken tasarım yöntemi (BBD) kullanılmıştır. Uygulanan parametreler ultrason süresi (2, 6, 10 dakika), ultrason giriş sıcaklığı (20, 35, 50°C) ve malaksasyon süresi (30, 40, 50 dakika) dir. Ön denemeler ve ilk çalışmalar sonucu belirlenmiş bağımsız değişkenlerin kodlanmış seviyeleri Tablo 3.3' de verilmiştir.

**Tablo 3.3.** Box Behnken tasarımına göre hazırlanmış faktörler ve seviye değerleri

| | | **Kodlanmış Seviyeler** | | |
|---|---|---|---|---|
| **Bağımsız Değişkenler** | **Semboller** | **-1** | **0** | **1** |
| Ultrason süresi (dakika) | $X_1$ | 2 | 6 | 10 |
| Ultrason giriş sıcaklığı (°C) | $X_2$ | 20 | 35 | 50 |
| Malaksasyon süresi (dakika) | $X_3$ | 30 | 40 | 50 |

Tüm denemeler dış faktörlerden kaynaklanabilecek etkileri en aza indirmek için Tablo 3.4' de gösterilmiş olan rastgele sıralamaya göre yapılmıştır. Bu tez çalışmasının optimizasyon ile ilgili kısmında, ANOVA tablolarının oluşturulup değerlendirilmesinde etkileşim (interaksiyon) ikinci derece (kuadratik) ve doğrusal (lineer) terimlerin regresyon katsayılarının hesaplanabilmesi için Design Expert versiyon 8.0 (Stat-Ease, Minneapolis, MN) programı kullanılmıştır.

**Tablo 3.4.** Genişletilmiş Box-Behnken Deneme Tasarımı

| Deney No | Ultrason süresi (dakika) | Ultrasound giriş sıcaklığı (°C) | Malaksasyon süresi (dakika) |
|---|---|---|---|
| 13 | 2 | 20 | 40 |
| 15 | 2 | 35 | 30 |
| 9 | 2 | 35 | 50 |
| 3 | 2 | 50 | 40 |
| 12 | 6 | 20 | 30 |
| 10 | 6 | 20 | 50 |
| 1 | 6 | 35 | 40 |
| 4 | 6 | 35 | 40 |
| 7 | 6 | 35 | 40 |
| 16 | 6 | 35 | 40 |
| 17 | 6 | 35 | 40 |
| 2 | 6 | 50 | 30 |
| 5 | 6 | 50 | 50 |
| 8 | 10 | 20 | 40 |
| 14 | 10 | 35 | 30 |
| 6 | 10 | 35 | 50 |
| 11 | 10 | 50 | 40 |

Deneysel veriler uygun istatistiksel bir modele uyum sağlaması için (Lineer, Kuadratik, Kübik ve 2FI) değerlendirilmiştir. Modelin katsayıları sabit terim, ultrason süresi, ultrason sıcaklığı ve yoğurma süresi için doğrusal katsayıları A, B ve C, etkileşim terim katsayıları AB, AC ve BC, kuadratik terim katsayıları olan $A^2$, $B^2$ ve $C^2$ ile gösterilmiştir.

Modele ait regresyon katsayısı ($R^2$), ayarlanmış (düzeltilmiş) regresyon katsayısı (Adj-$R^2$ ), tahminleme (beklenen) regresyon katsayısı (pred-$R^2$ ), yeterli kesinlik (adeqaute precision), varyasyon katsayısı (C.V.), rastgele hata varyans tahminleyicisi (MSE), hata kareler ortalamasının kökü (RMSE) ve kalıntı hata kareler toplamı (PRESS) değerleri modelin kesinliğini değerlendirmek için değerleri hesaplanmıştır. p değeri < 0.05, uyum eksikliği (Lack of fit) p değeri > 0.05, $R^2$> 0.9 ve yeterli kesinlik > 4 olduğu durumlarda model yeterli bulunmuştur. Deneysel veriler ile beklenen değerlerin birbiri ile ne derece örtüştüğü ve ortalamalar arası farklılıkların önem düzeyi ANOVA (Varyans analizi) ile test edilmiş ve p değeri < 0.05 olduğunda farklılıklar önemli bulunmuştur.

### 3.2.4. Analiz Yöntemleri

Elde edilen yağlarda zeytinyağı kalite parametreleri olan serbest asitlik (oleik asit cinsinden), peroksit değeri (meq aktif oksijen/kg yağ), ultraviyole ışığında özgül soğurma değerleri (K232 ve K270), toplam karoten, toplam klorofil, toplam fenolik madde içeriği analizleri yapılmıştır.

#### 3.2.4.1. Nem tayini

Zeytin danelerinin içerdiği toplam nem miktarı etüvde 105 °C'de sabit tartıma gelene kadar kurutma yöntemine göre belirlenmiş ve sonuçlar % olarak ifade edilmiştir [18].

#### 3.2.4.2. Serbest asitlik

Zeytinyağlarındaki serbest yağ asidi miktarı önemli bir kalite unsurudur ve farklı zeytinyağlarını karakterize etmek için geleneksel olarak da kullanılmaktadır. Serbest asitlik AOAC 940.28 yöntemine göre yapılmıştır. Bu yönteme göre, 5 g yağ numunesi 0.01 g duyarlılıkla 250 mL hacimli bir erlene tartılmıştır. 50 - 150 mL, 1/1 (hacim/hacim) oranındaki etil alkol- dietil eter çözeltisi ilave edilerek yağın çözünmesi sağlanmıştır. 2 -3 damla fenolftalein çözeltisi ilave edilmiştir. Büretteki 0,1 N etil alkollü potasyum hidroksit çözeltisi ile kalıcı açık pembe renk oluşuncaya kadar titre edilmiştir. Harcanan 0,1 N etil alkollü potasyum hidroksit miktarı kaydedilerek hesaplama yapılmıştır. Aynı numuneden paralel çalışılarak her iki deney sonuçlarının ortalaması alınmıştır [60,61].
Sonuçlar 3.1.` deki formüle göre % oleik asit olarak kaydedilmiştir.

$$\%\ Serbest\ yağ\ asitleri: (V/m)\ x\ 2.8\ (\%\ oleik\ asit\ olarak) \quad \textbf{(3.1)}$$

V = Titrasyonda harcanan 0,1 N etil alkollü KOH veya NaOH çözeltisi hacmi (mL)
m = Alınan numunenin ağırlığı (g)

#### 3.2.4.3. Peroksit değeri

Peroksit 1000 g yağda bulunan bağlı oksijenin miliekivalent-gram olarak miktarıdır ya da KI'ü $I_2$ ye yükseltgeyen aktif oksijenin miliekivalent gramı şeklinde tanımlanmaktadır. Peroksit tayininde AOAC 965.33 yöntemi kullanılmıştır [66]

Buna göre 5 gram yağ üzerine 50 mL asetik asit-kloroform (3:2) , 0,5 mL doygun KI (Potasyum iyodür) ilave edilerek, 1 dakika boyunca yavaşça elle çalkalanır. 5 dakika karanlıkta bekletilir. 30 mL saf su, indikatör olarak 1 mL nişasta çözeltisi (5g/L) konulduktan sonra 0,1 N $Na_2S_2O_3$ (sodyum tiyosülfat) ile ilk rengini alana kadar titre edilir [19,62]. Denklem 3.2'e göre hesaplama yapılır.

$$Peroksit\ değeri: Normalite * Sarfiyat * 1000/Numune\ miktarı \quad \textbf{(3.2)}$$

### 3.2.4.4. Ultraviyole ışığında özgül soğurma değerleri (K232 ve K270)

Zeytinyağların 232 nm ve 270 nm de ölçülen özgül soğurma değerleri oksidasyon derecesinin bir ölçütü olup, K232 hidroperoksit ve konjuge dienleri; K270 karbonil bileşenler ve konjuge trienlerin göstergesidir. Yağ örneklerinin UV ışığında (232 ve 270 nm) soğurma ölçümü Avrupa Birliğinin EC/1989/2003 - nolu düzenlemesinde yer alan resmi metoda göre spektrofotometrik yöntem ile belirlenmiştir. Süzgeç kâğıdından süzülen 0,25 g yağ numunesi 25 mL balon jojede siklohekzanla çözülüp 232 nm ve 270 nm dalga boylarında absorbans değerleri UV Spektrofotometrede (Shimadzu Spektrofotometre UV-1700 PharmaSpec, Japonya) okunmuştur [45].

Absorbans değerlerinde 1.0 absorbans değerinden fazla bir okuma yapılmışsa örnek seyreltilmiştir. Konjuge dien ve konjuge trien değerlerinin ölçümlerinde 3.5 ml hacimli makro kuartz küvetler(12.5x12.5x45 mm, ışık yolu 10 ml) kullanılmıştır.

K232 ve K270 değeri asağıdaki formül yardımıyla hesaplanmıştır;

$$K_\lambda = E_\lambda / c.s \quad \textbf{(3.3)}$$

$K_\lambda$=λ dalga boyunda özgül sogurma değeri

$E_\lambda$= λ dalga boyunda okunan absorbans değeri

c=Çözeltinin konsantrasyonu (g/100 mL)

s=Küvetin kalınlığı (cm)

### 3.2.4.5. Toplam klorofil

Toplam klorofil miktarı tayini Minguez ve Mosqueara (1991)` nin belirlemiş olduğu yönteme göre yapılmıştır. Bu yöntem bitkisel yağlarda bulunan klorofilin spektrofotometrede 670 nm de absorbsiyonunun ölçülmesi esasına dayanır. Bu

çalışmada 7,5 gram yağ örnek siklohekzanla 25 mL'e tamamlandıktan sonra klorofil pigmentlerinin 670 nm dalga boyundaki absorbans değerleri UV spektrofotometrede ölçülmüştür [9, 47]. Ölçümlerde 3.5 ml hacimli makro kuartz küvetler(12.5x12.5x45 mm, ışık yolu 10 ml) kullanılmıştır. Toplam klorofil miktarı aşağıdaki formüle göre mg klorofil/ kg yağ olarak hesaplanmıştır.

$$Klorofil = (A_{670} x 10^6) / (613 x 100 x d) \quad \textbf{(3.4)}$$

A: 670 nm boyunda okunan absorbans değeri

d: spektrofotometre hücre kalınlığıdır (1 cm).

#### 3.2.4.6. Toplam karotenoid

Toplam karotenoid tayini Minguez ve Mosqueara (1991)` nin belirlemiş olduğu yönteme göre yapılmıştır. 7,5 gram yağ örneği siklohekzanla 25 mL'e tamamlanmış ve karotenoid pigmentlerinin 470 nm dalga boyundaki absorbans değerleri UV spektrofotometrede ölçülerek belirlenmiştir [47]. Ölçümler 3.5 ml hacimli makro kuartz küvetler(12.5x12.5x45 mm, ışık yolu 10 ml) ile yapılmıştır. Toplam karotenoid miktarı aşağıdaki formüle göre belirlenmiş sonuçlar mg karotenoid/ kg yağ olarak kaydedilmiştir [47].

$$Karotenoid = (A_{470} x 10^6) / (2000 x 100 x d) \quad \textbf{(3.5)}$$

A: 470 nm dalga boyunda okunan absorbans değeri

d: spektrofotometre hücre kalınlığıdır (1 cm).

#### 3.2.4.7. Toplam fenolik madde

Örneklerin toplam fenolik madde içeriklerinin belirlenmesinde Folin-Ciocalteu yöntemi kullanılmıştır. Buna göre ilk olarak 500 mg/L lik stok çözelti gallik asit ve metanolle hazırlanmıştır. Stok çözelti hazırlandıktan sonra standart çözelti serisi için stok çözeltiden alınması gereken hacimler asağıdaki formülle hesaplanmıştır.

$$C1\ x\ V1\ =\ C2\ xV2 \quad \textbf{(3.6)}$$

Formülde:

C1: Stok çözeltinin konsantrasyonu,

V1: Stok çözeltiden alınması gereken hacim,

C2: Hazırlanacak çözeltinin konsantrasyonu,

V2 : Hazırlanacak çözeltinin hacmi olarak ifade edilmiştir.

Standart çözeltileri hazırlamak için stok çözeltiden 0,1,2,3,4,5 alınıp 25ml lik balon jojeye aktarılmıştır. 5 ml saf su ve 0.5 ml folin çözeltisi ilave edilip 3 dakika karanlıkta bekletildikten sonra 1 ml $NaCO_3$ (%35, ağırlık/hacim) ilave edilerek karışım saf su ile çizgiye kadar tamamlanarak 20 mg/L, 40 mg/L, 60 mg/L, 80 mg/L ve 100 mg/L olmak üzere 5 farklı konsantrasyonda standart çözelti hazırlanmış ve 2 saat karanlıkta bekletilmiştir. Standart çözeltilerin 725 nm dalga boyunda absorbansları okunarak gallik asit kalibrasyon grafiği ($R^2$=0.9833) elde edilmiştir (Ek 1).

Örnek çözeltinin hazırlanması için 2.5 g yağ alınmış, 5 ml hegzan ve 5 ml metanol/su(60:40) ilave edilip 2 dk vortexle karıştırılmıştır. 5000 rpm de 10 dakika santrifüjlenmiştir. Metonollü fazdan 1 ml alınarak 25 lik balon jojeye aktarılmış 5 ml saf su ve 0.5 ml folin çözeltisi ilave edilerek 3 dakika karanlıkta bekletilmiştir. Daha sonra 1 ml $NaCO_3$ (%35, ağırlık/hacim) ilave edilerek karışım saf su ile çizgiye kadar tamamlanmış ve 2 saat karanlıkta bekletilmiştir. Metanolün çözgen olarak kullanıldığı sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi ile natürel sızma zeytinyağından ekstrakte edilen fenolik bileşikler iki saat sonra şahit çözeltiye karşı 725 nm dalga boyunda spektrofotometre ile ölçülmüştür. Sonuçlar gallik asit cinsinden (mg/L) ifade edilmiştir [15] .

### 3.2.4.8. Toplam antioksidan aktivite

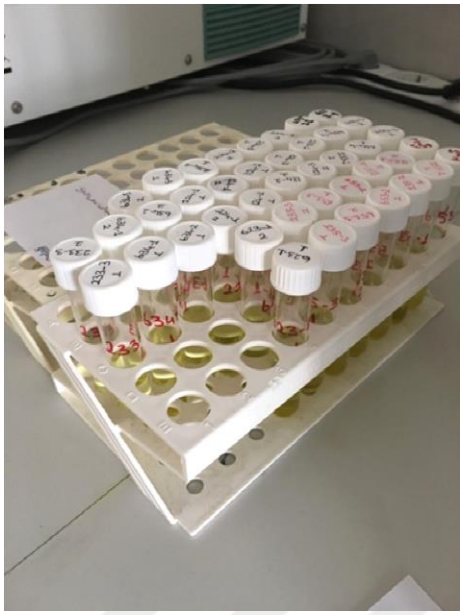
Yağ örneklerinin antioksidan aktiviteleri DPPH radikal yakalama yöntemi ile ($DPPH^+RSA$) belirlenmiştir [68]. Bu yönteme göre 1 g yağ örneği 5 mL metanol içerisinde çözündürülmüş ve oda sıcaklığında 1 saat tüp çalkalayıcıda çalkalanmıştır.

**(Şekil 3.2)** Tüp çalkayıcı

Örnekler polar ve polar olmayan fraksiyonların ayrılması için 10 dakika boyunca 3500 rpm' de santrifüj edilmiştir ve metanol fazı $DPPH^{+}$RSA tayini için ayrılmıştır. Örnek tüpleri ve kör denemeler aşağıdaki gibi hazırlanmıştır.

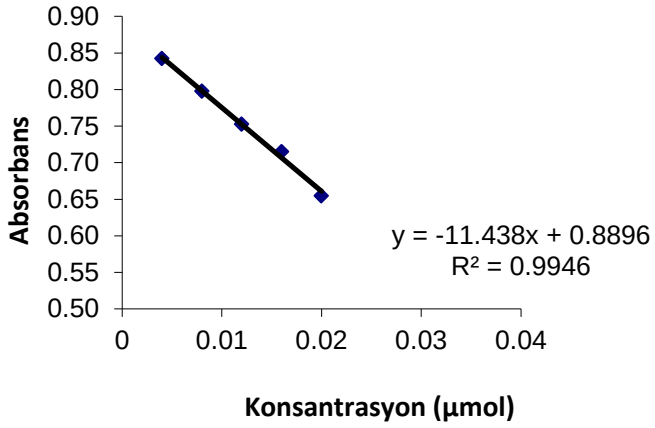
| | |
|---|---|
| Örnek tüpleri: | 100 µL ekstrakt + 1.900 µL DPPH çözeltisi (100 mM) |
| Kör deneme: | 100 µL ekstrakt + 1.900 µL metanol |

Karıştırılan tüpler karanlıkta oda sıcaklığında 15 dakika bekletildikten sonra örneklerin absorbans değerleri metanol ile hazırlanmış kör çözeltiye karşı spektrofotometre (Shimadzu Spektrofotometre UV-1700 PharmaSpec, Japonya)'de 517 nm' de okunmuştur. Spektrofotometrik ölçümlerde 2.5 ml hacimli makro polistiren küvetler (12.5x12.5x45 mm, ışık yolu 10 ml) kullanılmıştır.



**Şekil 3.3.** DPPH analizi için hazırlanmış örnekler

DPPH$^{+}$RSA nin Troloks eşdeğeri (TE) konsantrasyonları bilinen Trolox ile hazırlanmış standart eğriye (Şekil 3.4) göre hesaplanmıştır. Veriler, µmol TE/100 g örnek ($R^2$ = 0.9972) olarak ifade edilmiştir [63,64] .




**Şekil 3.4.** DPPH analizi için standart eğri

### 3.2.4.9. Toplam yağ (%)

Zeytin örneklerinin yağ içeriği Sokselet (soxhelet) yöntemiyle saptanmıştır [19]. Bu yöntem sokselet ekstraksiyon cihazı kullanılarak dietil eter ile örnekteki yağın ekstrakte edilmesi ilkesine dayanır. Bu şekilde örnekten ekstrakte edilen yağ miktarı yöntemde belirtilen şartlarda ekstrakte edilen maddenin tümü olarak kabul edilir ve % olarak ifade edilir. Toplam yağ oranı aynı zamanda her bir çeşit zeytin için yağ verimi olarak da tanımlanabilmektedir.

$$\%\, Yağ\, (g\ /100\ g)\ =\ (M2 - M1)/m\ X\ 100 \qquad \textbf{(3.7)}$$

$M_1$ = Sabit tartıma getirilmiş balonun ağırlığı (g)

$M_2$ =Balonda son tartımda bulunan toplam yağ miktarı (g)

m = Alınan örneğin ağırlığı (g)

### 3.2.4.10. Ekstraksiyon verimi

Ekstraksiyon verimi (Ekstraktibilite İndeksi) zeytinlerin ekstrakte edilmesi ile elde edilen natürel sızma zeytinyağı oranının sokselet yöntemiyle belirlenmiş toplam yağ oranına bölünmesi ile (Formül 3.4) elde edilmektedir [70].

$$Ekstraksiyon\ verimi = \frac{Ekstrakte\ edilen\ yağ\ oranı(yağ\ verimi)}{Toplam\ yağ\ oranı\ (\%)}\ x100 \qquad \textbf{(3.8)}$$

### 3.2.4.11. P-anisidin ve toplam oksidasyon değeri

P-anisidin değeri yağdaki aldehit varlığının bir ölçüsüdür. Yağda bulunan aldehitler lipitlerin oksidasyonu sırasında oluşan ikincil oksidasyon ürünleridir [71]. P-anisidin değeri peroksit değeri ile beraber yağların toplam oksidasyon değerinin hesaplanmasında kullanılmaktadır. Yağların toplam oksidasyon değerleri (TOD) birincil ve ikincil oksidasyon ürünlerinin toplamı olarak ifade edilmektedir ve aşağıda verilen eşitliğe (3.5) göre hesaplanır [72].

$$Toplam\ oksidasyon\ değeri\ (TOD)\ =\ 2PD\ +\ p - AD \qquad \textbf{(3.9)}$$

p-anisidin değeri AOCS Cd.1890 metoduna göre belirlenmiştir [64, 73]. Buna göre, izoktanla 350 nm de absorbans sıfırlanır. Daha sonra 25 mL lik balon jojeye 0.5- 4 g örnek tartılır. İzooktan ile 25 mL ye tamamlanıp örnek çözeltinin absorbansı 350 nm de saf izooktana karşı okunur. Bu okunan absorbans değeri $A_b$ olarak kaydedilir. Daha sonra iki ayrı tüpe aşağıdaki gibi örnekler hazırlanır;

A tüpü: 5 mL izoooktanlı örnek çözelti + 1 mL p-anisidin
B tüpü: 5 mL saf izooktan + 1 mL p-anisidin

B tüpüne göre 350 nm de absorbans sıfırlanır. Tüpler 10 dakika karanlıkta bekletildikten sonra B tüpüne karşı A tüpündeki örneğin 350 nm de absorbansı okunarak bu değer $A_s$ olarak kaydedilir.
p-anisidin değeri aşağıdaki formüle göre hesaplanır;

$$p - anisidin: 25x(1.2\ As - Ab)/\ m \qquad \textbf{(3.10)}$$

Bu formülde;
m: örnek ağırlığı (g),
$A_s$: Örnek çözeltini p-anisidin ile reaksiyona girdikten sonra okunan absorbans değeri,
$A_b$: Örnek çözeltinin izo oktana karşı okunan absorbans değeridir.

### 3.2.4.12. Duyusal Analizler

Duyusal değerlendirmeler Uluslararası Zeytinyağı Konseyince (IOOC) yayınlanmış olan natürel zeytinyağının organoleptik değerlendirme şartlarını belirleyen metoda (COI/T.20/Doc. No 15/Rev. 6) göre yapılmıştır [8]. Bu yönteme göre degüstasyon için renkli cam kaplara 14-16 mL natürel zeytinyağı konularak, üzeri kapatılıp termostatlı bir ısıtıcıda 30°C'ye ısıtılır. Kap hafifçe sağa sola eğilerek uçucu ve aromatik bileşenlerinin açığa çıkması sağlandıktan sonra kapak hafifçe açılarak zeytinyağı koklanır. Koklama süresi 30 saniyeyi geçmemelidir. Daha sonra 3 mL kadar natürel zeytinyağı ağıza alınır. Yağ dil üzerinde damağa kadar dağıtılır. Ağızdan kısa ve arka arkaya nefes alınır. Bu nefesler numunenin ağız boşluğunda

dağılmasını, yağın bünyesindeki uçucu ve aromatik bileşenlerin genize kadar yayılmasını sağlamaktadır. Bunların sonucunda, tat, koku ve aroma yönüyle algılar birleştirilerek bir değerlendirme yapılır. Ağızdaki temas hissi, yağın akıcılığı, yapışkanlığı, keskinliği, iğneleyicilik özellikleri de kaliteyi değerlendirirken oldukça önemlidir. Tadım aralarında bir küçük dilim elma yenmesi tavsiye edilir veya ağız oda sıcaklığındaki bir miktar suyla çalkalanır. Ağzın çalkalanması ile bir sonraki tadım arasında en az 15 dakika geçmesi beklenir. Tadımın gün içinde sabah 10.00 ile gece 12.00 saatleri arasında yapılması tavsiye edilir [23].

Duyusal analiz için uygun fiziksel ortam şartları sağlanmalıdır. Oda yeterince aydınlatılmış olmalı, duvar rengi nötr (beyaz) seçilmeli, gürültüden uzak olmalı, tadım için gereken tüm araç ve gereçler bulunmalı, standard ölçülerde tadım kabinleri bulunmalı, ortamın sıcaklık derecesi 20-25°C olmalıdır. Tadım sırasında tadımcının etkilenmemesi için renkli camdan yapılmış özel kaplar kullanılmalıdır. Tadım kaplarının özellikleri; kapasite 30 ± 10 mL, yükseklik 60 ± 1 mm, ağız çapı 50 ± 1mm, kalınlık 1,5 ± 1 0,2 mm, taban çapı 35 ± 1 mm olmalıdır. Her bir tadım kabına sadece sayı veya sayı ve harflerden oluşan rastgele bir kod verilmelidir. Kodların yazıldığı kalemin herhangi bir koku ihtiva etmemesi gereklidir.

Duyusal analiz değerlendirme sonuçları Zeytincilik Araştırma Enstitüsü' nde 12 kişiden oluşan panelist grubundaki her bir panelist için ayrı olarak hazırlanmış duyusal analiz profil formuna (Şekil 3.5.) yazılmıştır. Bu çalışmada 2015 yılında hasat edilen Edremit (Akhisar bölgesi) çeşidinden elde edilen zeytinyağları 6 ay oda sıcaklığında muhafaza edildikten sonra, 2014 yılında hasat edilen Edremit (Mut bölgesi) çeşidinden elde edilen zeytinyağları ise 18 ay oda sıcaklığında muhafaza edildikten sonra duyusal değerlendirme yapılmak üzere Bornova Zeytincilik Araştırma Enstitüsü' ne ulaştırılmıştır. Zeytinyağı için kusurlu ve olumlu kabul edilen özellikler panelistlerce 10 cm'lik skalaya göre değerlendirilmiş ve her bir zeytinyağı örneği için ortalama veriler kaydedilmiştir.

Değerlendirme sonucunda;

-kusurların medyanı 0'a eşit ve meyvemsi özelliğin medyanı 0'dan fazla olduğu yağlar natürel sızma sınıfı,

-kusurların medyanı 0'dan fazla ve 3.5'tan az veya eşit ve meyvemsi özelliğin medyanı 0'dan fazla olduğu yağlar natürel birinci sınıfı,

-kusurların medyanı 3.5'dan fazla olduğu yağlar ise ham zeytinyağı sınıfı olarak değerlendirilmiştir.

**KUSURLARIN ALGILANMASI**

**Kızışma-çamurlu tortu** _____

**Küflü-rutubetli- topraksı** _____

**Şarabımsı-sirkemsi-asit-ekşi** _____

**Islak Odun** _____

**Eskimiş-bayat** _____

**Diğerleri (belirtiniz)** _____

**Metalik** □ **Samanımsı** □ **Kurtlu** □ **Kaba** □ **Salamura** □

**Isıtılmış-yanmış** □ **Karasu** □ **Halfa otu** □ **Salatalık** □ **Makine yağı** □

**POZİTİF ÖZELLİKLERİN ALGILANMASI**

**Meyvemsilik** _____

yeşil ○ olgun ○

**Acılık** _____

**Keskin/Yakıcılık** _____

**Tarih:**
**Tadımcının adı:**
**Örnek kodu:**
**Yorumlar:**
**Numune No:**

**Şekil 3.5.** Natürel zeytinyağı tadım profil kâğıdı

### 3.2.4.13. İstatistiksel analizler

Bu araştırmada iki faktörün etkisi üç tekerrürlü olacak şekilde çalışılmıştır. Birinci faktör zeytin çeşidi (Uslu, Edremit, Gemlik), ikinci faktör farklı ultrason uygulama süreleridir (0 -kontrol, 4, 8,12 dakika). Ultrason uygulama sürelerinin her bir zeytin çeşidi için zeytinyağı kalitesi ve verimi üzerine etkileri varyans analizi ile değerlendirilmiştir. Varyans analizleri SAS programında GLM ve ANOVA prosedürleri kullanılarak yapılmıştır. Yapılan ön denemelerde setler arasındaki farklılıklar istatistik olarak anlamlı bulunmuş ise, faktörler arasındaki interaksiyonlar da Tukey HSD testi ile incelenmiştir.

İki faktörlü ve üç tekerrürlü genel faktöriyel deneme deseni Tablo 3.5'deki gibidir. Tabloya göre örnek kodlama;

γ111: 0 dakika ultrason uygulanarak elde edilmiş Uslu çeşidi zeytin yağının 1. tekerrürünü temsil etmektedir.

**Tablo 3.5.** Deneme deseni

| | | **Ultrason uygulama süresi (dakika)** | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | 0 | 4 | 8 | 12 |
| **Zeytin Çeşidi** | **Uslu** | γ111,γ112, γ113 | γ121,γ122, γ123 | γ131,γ132, γ133 | γ141,γ142, γ143 |
| | **Edremit** | γ211,γ212, γ213 | γ221,γ222, γ223 | γ231,γ232, γ233 | γ241,γ242, γ243 |
| | **Gemlik** | γ311,γ312, γ313 | γ321,γ322, γ323 | γ331,γ332, γ333 | γ341,γ342, γ343 |

*γ: yanıt (Peroksit değeri, Serbest asitlik değeri, UV absorbans değerleri, Toplam karoten, Toplam klorofil, Toplam fenolik madde, Ekstraksiyon verimi)*

Farklı ultrason uygulama sürelerinin zeytinyağlarının fizikokimyasal özellikleri üzerine etkilerini belirlemek üzere, SAS 9.2. (SAS Institute Inc., Cary, NC, 2009) programı ile tek yönlü varyans analizi (ANOVA) yapılarak gruplar arası ortalamalar arasındaki farkın önemli olup olmadığı tespit edilmiştir. Ortalamalar arası farklılık tespit edilmiş gruplarda Tukey çoklu karşılaştırma testi ile $p<0.05$ önem seviyesinde farklılıkların önemli olup olmadığına bakılmıştır. Deneysel sonuçlar arası korelasyon katsayıları da SAS programı ile belirlenmiştir.

# 4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

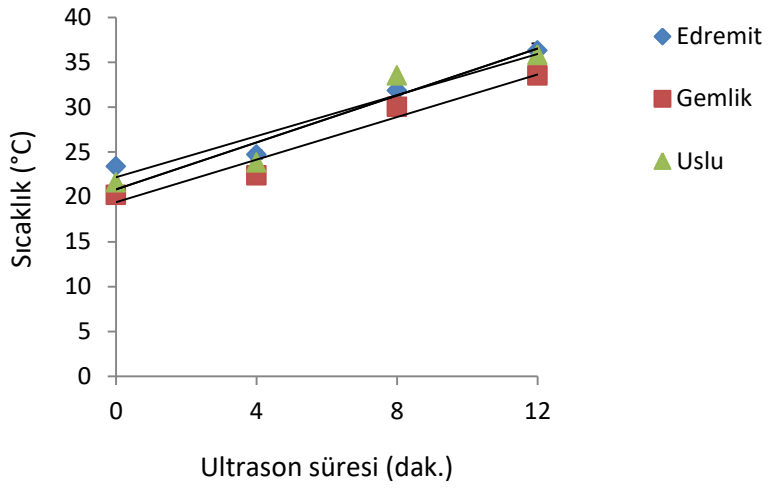
## 4.1. Ultrason Destekli Ekstraksiyon Yönteminin Ekstraksiyon Verimi ve Yağın Kalite Özellikleri Üzerine Etkileri

### 4.1.1. Sıcaklık Artışı

Zeytinyağı endüstrisinde yüksek verimde yağ elde etmek için malaksasyon aşaması sırasında zeytin ezmelerinin optimum 30-35 °C sıcaklığa ısıtılması gerekir. Bunun için kırıcıdan çıkmış zeytin ezmelerine genellikle malaksasyon işlemi öncesi 30°C de yaklaşık 15-20 dakika süren bir ön ısıtma işlemi uygulanmaktadır. Termo malaksörlerin kullanıldığı işletmelerde yoğurma esnasında hamur ısıtılabildiği için ön ısıtma işlemine gerek duyulmamaktadır [14,16,65,68]. Ön ısıtma ya da ısıtıcılı malaksörlerin kullanıldığı her iki proseste de ek bir enerji tüketimine bağlı olarak maliyet yükselmekte ve toplam ekstraksiyon işleminin 1/3'lük kısmını oluşturan ön ısıtma işlemi yerine alternatif yöntemlerin bulunması konusu son yıllarda birçok araştırmacının ilgisini çekmektedir [74].

Ultrason uygulamasında ses dalgalarının yaymış olduğu enerjinin bir kısmı bitki dokularından geçerken ısı enerjisine dönüşmektedir ve uygulanan ultrason süresi arttıkça sıcaklık da buna bağlı olarak artmaktadır [70].

Ultrason işlemi sıcaklığı artırdığı için çalışmada ön ısıtma işlemi uygulanmamıştır. Bu çalışmada ultrason uygulanan zeytin ezmelerinde ultrason süresince meydana gelen sıcaklık artışı Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Tüm çeşitlerde ultrason süresi arttıkça sıcaklık doğrusal olarak artmıştır ($R^2$>0.90). Başlangıç sıcaklıkları 20±2°C olan zeytin ezmelerinin sıcaklığı 12 dakika ultrason uygulaması sonunda maksimum 36°C'e kadar (Uslu ve Edremit çeşitlerinde) yükselmiştir.




**Şekil 4. 1**. Ultrason uygulamasına bağlı olarak zeytin ezmelerindeki sıcaklık artışı (n=3)

Optimizasyon denemelerinde ise sonikasyon ortam sıcaklığından bağımsız olarak farklı ultrason giriş sıcaklıklarında uygulanmış olması sonucu sıcaklık artışı ultrason başlangıç sıcaklığı ve uygulama süresine bağlı olarak artmıştır (Tablo 4.1).

**Tablo 4.1.** Optimizasyon çalışmasında ultrason uygulaması önce ve sonrasındaki zeytin hamurunun sıcaklık ölçümleri

| Ultrason süresi (dakika) | Ultrason giriş sıcaklığı (°C) | Ultrason çıkış sıcaklığı (°C) | Δ T (°C) |
|---|---|---|---|
| 2 | 20 | 21.2 | 1.2 |
| 2 | 35 | 36.3 | 1.3 |
| 2 | 35 | 35.8 | 0.8 |
| 2 | 50 | 51.2 | 1.2 |
| 6 | 20 | 28.4 | 8.4 |
| 6 | 20 | 27.6 | 7.6 |
| 6 | 35 | 43.5 | 8.5 |
| 6 | 35 | 44.1 | 9.1 |
| 6 | 35 | 43.9 | 8.9 |
| 6 | 35 | 44.5 | 9.5 |
| 6 | 35 | 42.9 | 7.9 |
| 6 | 50 | 59.6 | 9.6 |
| 6 | 50 | 60.1 | 10.1 |
| 10 | 20 | 31.8 | 11.8 |
| 10 | 35 | 46.2 | 11.2 |
| 10 | 35 | 46.8 | 11.8 |
| 10 | 50 | 62.4 | 12.4 |

Literatürde zeytinyağı ekstraksiyonunda ultrason işleminin en fazla 10 dakika uygulandığı çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmada elde edilen sonuçlar ile literatürdeki diğer çalışmalar arasında benzer sıcaklık artışları gözlemlenmiştir.

Jimenez ve ark., (2007)' nın yaptıkları çalışmada, zeytin ezmelerine prob tipi ultrason cihazıyla ve kırma işlemi öncesi tüm zeytinlere ultrasonik banyo ile ultrason işlemi uygulamışlar ve her iki uygulamanın da 12-20°C'deki zeytin hamuru sıcaklıklarını 10 dakika gibi kısa bir sürede 28-30°C'lere ulaşmasına sebep olduğunu belirtmişlerdir[16].

Clodoveo ve ark., (2012)' nın yaptıkları bir çalışmada, zeytinyağı ekstraksiyonunda malaksasyon öncesi ezmelere farklı sürelerde (0, 2, 4, 6, 8 ve 10 dakika) ultrason uygulandığında sıcaklığın doğrusal olarak ($R^2$>0.90) arttığını ve bu çalışmaya benzer olarak son sıcaklığın 33°C'ye kadar yükseldiğini bulmuşlardır [70].

### 4.1.2 Zeytin örneklerinde nem ve toplam yağ oranları

Tez çalışmasında kullanılan zeytinlere ait nem ve yağ içerikleri sırasıyla Edremit çeşidi zeytinler için %56.43 ve %17.87, Uslu için %54.92 ve %16.86 ve Gemlik çeşidi zeytinler için %46.73 ve % 19.62 olarak, optimizasyon çalışmalarında kullanılan Edremit çeşidi zeytinlerin nem ve yağ oranları ise %56.96 ve %17.89 olarak bulunmuştur (Tablo 4.2).

**Tablo 4.2**. Tez çalışmasında kullanılan zeytinlerin nem ve yağ oranları (n=3)

| Zeytin çeşidi | ToplamKuru madde(%) | Nem (%) | Yağ (%) |
|---|---|---|---|
| Edremit | 56.43±2.29 | 43.57± 2.29 | 17.87±0.89 |
| Uslu | 45.08±1.21 | 54.92± 1.21 | 16.86±0.97 |
| Gemlik | 53.27±1.97 | 46.73± 1.97 | 19.62± 0.21 |
| Edremit* | 43.04±1.32 | 56.96± 1.32 | 17.9± 0.75 |

**Optimizasyon çalışmasında kullanılan ve Mersin-Mut bölgesinden temin edilen zeytinler*

Zeytin meyvesinin yetiştiği bölge ve bölgenin iklim ve toprak koşulları, zeytin varyetesi, tarımsal uygulamalar gibi birçok unsur yağ miktarını etkilemektedir. Ham yağ verimini etkileyen en önemli unsurlardan biri ise zeytin olgunluk seviyesidir [2,10,69]. Salvador ve ark., (2001) farklı olgunluk seviyelerinde Cornicabra çeşidi zeytinlerden elde edilen yağların bazı kalite özelliklerini

inceledikleri çalışmada zeytinlerin olgunluğunun artmasıyla yağ içeriklerinin de arttığını belirlemişlerdir [45].

Genel olarak yağ verimi Gemlik ve Edremit çeşidi zeytinlere göre düşük olan Uslu çeşidi zeytinler Akhisar bölgesiyle özdeşleşmiş bir çeşit olup hasadı Kasım ayı içerisinde tamamlanmaktadır. Bu sebeple bu çalışmada ilk olarak Ekim ayı sonu ve Kasım ayı başında hasat edilen Uslu çeşidi zeytinlerden zeytinyağı ekstrakte edilmiştir. Nergiz ve Ergönül (2009)'ün farklı hasat zamanlarında Domat, Uslu ve Memecik çeşidi zeytinlerin organik asit, yağ ve şeker içeriklerini araştırdığı çalışmada Kasım ayında hasat edilen Uslu çeşidi zeytinlerin toplam yağ içeriği %16.01 ile çalışmamızda bulunan %16.86 yağ içeriği uyum sağlamaktadır [76].

Uslu çeşidine göre daha yağlı çeşitler olan Gemlik ve Edremit zeytinlerinden geç hasat edilmesinin de etkisi ile Gemlik çeşidine ait zeytinlerin yağ içerikleri en yüksek oranda tespit edilmiştir. Farklı bölgelerden hasat edilen Edremit çeşidi zeytinlerin yağ içeriklerinin birbirine yakın olmasının aynı hasat döneminde toplanarak zeytinyağına işlenmelerinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Tablo 4.2).

### 4.1.3. Ekstraksiyon verimi

Zeytinyağı ekstraksiyonunda yağın bir kısmı zeytin karasuyunda emülsifiye olup, zeytin posasında kaldığı için ayrıştırılamaz [2]. Bu nedenle santrifüjden sonra yağın bir kısmı (%20-25) mezokarp hücrelerinde kalabilir [2,29]. Ultrasonun yağ ekstraksiyonundaki etkisi hücre zarının parçalanmasına bağlı olarak kütle transferinin iyileştirilmesi ile açıklanmaktadır [15,40]. Ultrason uygulaması ezme işlemiyle parçalanamamış mezokarp hücrelerinden yağın salınmasına yardımcı olur [16, 70]. Ekstraksiyon verimi zeytinyağı ekstraksiyonunun etkinliğini belirleyen en önemli parametrelerden biri olarak kabul edilir. Bu parametre dolaylı olarak zeytin karasuyunda ve prinada bağlı kalan yağ miktarıyla ilişkilidir, prina ve karasuda kalan yağ miktarı azaldıkça ekstraksiyon verimi artmaktadır [15,21].

Tablo 4.3'de farklı sürelerde ultrason uygulamalarının Edremit çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının yağ verimi ve ekstraksiyon verimi üzerine etkisi görülmektedir. Yağ ve ekstraksiyon verimi hesaplanırken 3 tekerrürün ortalamaları alınmıştır. Sadece 30 dakika malaksasyon uygulanan kontrol örneğinin

ham yağ verimi ve ekstraksiyon verimi sırasıyla %8.80 ve %49.26 bulunmuştur. Malaksasyondan önce zeytin ezmelerine 4 dakika ve 8 dakika ultrason (32±5 kHz) uygulandığında ekstraksiyon verimi sırasıyla %0.67 ve %0.73 ve yağ ekstrakte edilebilirliği ise % 3,71 ve % 4,04 artmıştır**.** Bu sonuçlar daha önceki çalışmalarda gözlemlenenlere benzerlik göstermektedir [13,26,39]. Bununla birlikte, 12 dakika ultrason uygulanmış örneklerde yağ veriminde % 0.79 oranında azalma meydana gelmiş ve kontrol numunesi ile karşılaştırıldığında daha düşük ekstraksiyon verimi gözlemlenmiştir. Bu sonuç tüm denemeler arasında en düşük olan 18 dakika malaksasyon süresinin yağ damlacıklarının zeytin meyvelerinin mezokarp hücrelerinin lipovakuollerinden ayrılması için yeterli olmaması ve ya yüksek sıcaklıklarda yoğurma işleminin emülsiyon oluşturmuş olması ile açıklanabilir. İstatistiksel analizler sonucunda, ultrason uygulamasının Edremit yağ verimi ve ekstraksiyon verimi üzerinde herhangi bir etki göstermediği bulunmuştur ($p > 0.05$) (Tablo 4.3). 12 dakika ultrason uygulanan zeytinyağları ile 8 dakika ultrason uygulanarak elde edilen zeytinyağlarının yağ verimleri arasında % 1.42' lik bir farkın istatistiksel olarak önemsiz çıkmasının sebebi tekerrürler arasındaki farklılıklardan dolayı standart sapmaların yüksek olmasıdır.

**Tablo 4.3**. Edremit çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının verimi ve ekstraksiyon verimi üzerine ultrasonun etkisi (n=3)

| Uygulama Süresi (dakika) | Sıcaklık (°C) | Yağ oranı (%) | Yağ verimi (%) | Δ YV (%) | Ekstraksiyon verimi (%) | Δ EV (%) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Kontrol** | 23.40 | 17.87 | $8.80^{a}$±1.36 | - | $49.26^{a}$±7.58 | - |
| **4** | 24.70 | 17.87 | $9.47^{a}$±0.82 | +0.67 | $52.97^{a}$±4.60 | +3.71 |
| **8** | 31.83 | 17.87 | $9.53^{a}$±0.87 | +0.73 | $53.30^{a}$±4.87 | +4.04 |
| **12** | 36.30 | 17.87 | $8.01^{a}$±1.16 | -0.79 | $44.84^{a}$±6.50 | -4.42 |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir (n=3).*
*Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir*. Δ YV: Kontrol örneğine göre yağ verimi farkını, Δ EV: Kontrol örneğine göre ekstraksiyon verimi farkını ifade etmektedir.

Clodoveo ve ark., (2013) tarafından yapılan, Coratina çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının kalite parametreleri ve verimi üzerine ultrasonun etkisini araştırdıkları bir çalışmada 8 dakika ultrason uygulamasının (35 kHz; 150 W) kontrol örneğine göre % 1.00 ve 4 dakika ultrason işleminin ise % 0.60'lık bir artışa sebep olduğu rapor edilmiştir [26]. Bu çalışmada bulunan değerler Clodoveo ve ark.,

(2013)' nın buldukları değerlerle kıyaslandığında 4 dakika ultrason uygulamasının Edremit zeytinyağlarına uygulanan yağ verimini Coratina çeşidi zeytinyağlarına göre %0.07 daha fazla artırdığı, ancak 8 dakika ultrasonun yağ verimini onların buldukları değere göre %0.27 daha az artırdığı tespit edilmiştir. Clodoveo ve ark., (2013) yapmış oldukları çalışmada zeytin ezmelerine ultrason işleminden sonra sırasıyla 19 dakikaya kadar ön ısıtma 30°C'de 30 dakika malaksasyon uyguladıkları için bulmuş oldukları yağ verimlerinin hem kontrol hem de ultrason uygulanan örneklerde bu çalışmada bulunan değerlerden daha fazla olduğu görülmüştür.

Tablo 4.4 ve 4.5 farklı ultrason uygulama parametrelerinde Gemlik ve Uslu çeşidi zeytinlerden elde edilen yağ ve ekstraksiyon verimlerini göstermektedir.

Ultrason uygulamasının hem Gemlik hem de Uslu çeşitlerinde yağ verimi ve ekstraksiyon verimleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p< 0.05$) (Ek 12 ve Ek 22). Jimenez ve ark., (2007) ultrason banyosunda (150 W ve 32±5 kHz) farklı hasat dönemlerinde toplanmış 'Picual' çeşidi zeytinlerden zeytinyağı ekstraksiyonunda ultrason uygulanmayan örneklere kıyasla uygulanan örneklerde önemli bir verim artışı gözlenmediğini bulmuşlardır [16].

**Tablo 4.4**. Gemlik çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının verimi ve ekstraktabilite indeksi üzerine ultrason işleminin etkisi (n=3)

| Uygulama (dakika) | Sıcaklık (°C) | Yağ oranı (%) | Yağ verimi (%) | ΔYV (%) | Ekstraksiyon verimi (%) | ΔEV (%) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Kontrol | 20.20 | 19.62 | $11.93^{ab}$±0.19 | - | $60.8^{ab}$±0.95 | - |
| 4 | 22.40 | 19.62 | $13.56^{a}$±0.14 | +1.63 | $69.1^{a}$±0.73 | +8.3 |
| 8 | 30.00 | 19.62 | $13.46^{ab}$±0.17 | +1.53 | $68.6^{ab}$±0.89 | +7.8 |
| 12 | 33.50 | 19.62 | $9.97^{b}$±0.04 | -1.14 | $55.0^{b}$±0.19 | -5.8 |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir.*
*Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir.* Δ YV: Kontrol örneğine göre yağ verimi farkını, Δ EV: Kontrol örneğine göre ekstraksiyon verimi farkını ifade etmektedir

Gemlik çeşidi zeytinlerde en fazla verim artışı diğer çeşitlerden farklı olarak 4 dakika ultrason uygulanan örneklerde en düşük yağ verimi ise 12 dakika ultrason uygulandıktan sonra 18 dakika malakse edilen örneklerde gözlemlenmiştir. Kontrol örneğine ait yağ verimi %11.93 iken bu oran 4 dakika ultrason uygulandığında %1.63 ve 8 dakika uygulandığında ise %1.53 artmıştır. 12 dakika ultrason uygulandığında ise kontrol örneğine göre yağ verimi %1.14 azalmıştır. Gemlik çeşidi diğer çeşitlere oranla hem yağ verimi hem de ekstraksiyon verimi en yüksek

çeşit olarak bulunmuştur. Bu durumun; geç hasat edilmiş bu çeşide ait zeytinlerin ham yağ oranının yüksek olmasının yağın daha kolay ayrılmasına yardımcı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

**Tablo 4.5**. Uslu çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarının verimi ve ekstraktabilite indeksi üzerine ultrason işleminin etkisi (n=3)

| Uygulama (dakika) | Sıcaklık (°C) | Yağ oranı (%) | Yağ verimi (%) | Δ YV (%) | Ekstraktabilite İndeksi (%) | Δ EV (%) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Kontrol | 21.60 | 16.86 | $6.86^{ab}$±0.65 | - | $40.70^{ab}$±3.85 | - |
| 4 dak. | 23.80 | 16.86 | $7.76^{ab}$±0.49 | +0.90 | $46.00^{ab}$±2.93 | +5.30 |
| 8 dak. | 33.50 | 16.86 | $8.60^{a}$±0.52 | +1.74 | $51.02^{a}$±3.06 | +10.32 |
| 12 dak. | 35.80 | 16.86 | $6.21^{b}$±0.97 | -0.65 | $36.87^{b}$±5.77 | -3.83 |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir. Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir.* Δ YV: Kontrol örneğine göre yağ verimi farkını, Δ EV: Kontrol örneğine göre ekstraksiyon verimi farkını ifade etmektedir.

Uslu çeşidi zeytinlere ait yağ oranları, elde edilen yağ verimleri ve ekstraksiyon verimlerinin tüm çeşitler içerisinde en düşük seviyede olduğu tespit edilmiştir. Uslu çeşidi zeytin için en uygun hasat dönemi Kasım ayı olup bu dönemde yağ oranı %21 lere kadar çıkmaktadır, Gemlik çeşidi zeytinlerde ise en olgun dönemde hasat edildiklerinde yağ oranları % 30 seviyelerindedir [39].

Bejaiou ve ark., (2015) da diğer araştırmacılara benzer olarak ultrasonun yağ verimini %1.00 oranında artırdığını, ultrason uygulanan zeytin ezmelerinin sıcaklığının kısa bir sürede 20°C'den 28°C'ye yükselmiş olmasının verim artışında önemli bir payının olduğu sonucuna varmışlardır [32].

Zeytinyağı endüstrisinde, zeytin ezmesinin optimum sıcaklığa erişmesi için fazladan bir ön ısıtma işlemi gereklidir, bu genellikle 30°C'de 15-20 dakika civarındadır [15,29]. Bu çalışmada, zeytin ezmelerine, yağ ekstraksiyonunun arttırılmasına katkıda bulunabilecek herhangi bir ön ısıtma işlemi uygulanmamıştır. Literatürdeki diğer çalışmalarda da olduğu gibi bu çalışmada da ultrason uygulaması belli bir süreye kadar verimde artışa sebep olurken bu artış Edremit zeytinyağında istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$) (Ek 3).

Ultrason uygulamasının Gemlik ve Uslu zeytinyağı ekstraksiyon verimi üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Verimde gözlenen artışın endüstriyel açıdan da önemli olduğu düşünülmektedir. Bulgulara göre 3000 kg / saat (8-16 saat/gün) kapasite ile çalışan endüstriyel boyuttaki bir yağ fabrikasında, ultrason yardımlı ekstraktör, günlük yağ üretimini 115.6-231.2 kg artırabilir (Gemlik çeşidinde 8 dakikalık ultrason uygulaması ile yağ ekstraksiyonundaki % 2.89 artış oranı baz alınmıştır). Hem bu çalışmada hem de literatürdeki ultrasona bağlı farklı yağ ve ekstraksiyon verimleri, zeytin çeşidinin ve ekstraksiyon koşullarının (zaman, sıcaklık, ön ısıtma vb.) ultrason ekstraksiyon verimliliğinde önemli etkiye sahip olduğunu düşündürmektedir.

Endüstriyel olarak ortalama 30 dakika uygulanan malaksasyon süresinin bir kısmını ultrasonla tamamlanmasının yağın verimi ve ekstrakte edilebilirliği üzerine etkisinin araştırıldığı bu çalışmada ultrason uygulamasının her 3 zeytin çeşidinde de 8.dakikaya kadar yağ ve ekstraksiyon verimini artırdığı, ancak 12 dakika ultrasonla beraber 18 dakika malaksasyon uygulamasının yağ verimi ve yağın ekstrakte edilebilirliği üzerine olumsuz etkisi olduğu bulunmuştur. Bu sonuç, her ne kadar ultrason uygulama süresinin artırılması yağ verimi artırsa da ultrason işleminin tek başına yağ ekstraksiyonu için yeterli olmadığını ve malaksasyon işleminin de yağ ekstraksiyonunda verim artışı için mutlaka uygulanması gerektiğini kanıtlamıştır.

### 4.1.4. Zeytinyağının Fizikokimyasal Özellikleri

Edremit, Uslu ve Gemlik çeşidi zeytinlerden elde edilen zeytinyağlarına ait serbest asitlik (SYA), peroksit değeri (PD) ve UV ışığında özgül absorbans değerleri sonuçları sırasıyla Tablo 4.6, 4.7 ve 4.8’ de gösterilmektedir.

Natürel zeytinyağların sınıflandırılmasında en önemli kalite parametresi olan serbest asitlik değerleri Edremit çeşidi için % 0.56-0.69, Uslu türü için % 0.54-0.67 ve Gemlik çeşidi için % 0.44-0.47 oleik asit arasındadır. Serbest yağ asitliği geleneksel olarak zeytinyağını sınıflandırmada kullanılan en temel yağ kalite kriteridir. Edremit zeytinyağlarında 4 dakikalık ve 8 dakikalık sonikasyon uygulamasıyla elde edilen yağların serbest asitlik değerleri arasında önemli bir fark

olmadığı ($p>0.05$), ancak bu yağların serbest yağ asitliği kontrol örneği ve 12 dakika sonikasyon uygulanan örneklerden farklı bulunmuştur.

Gemlik çeşidi yağların serbest yağ asidi içeriğine ait istatistiksel veriler incelendiğinde tüm uygulamalar arasında önemli bir fark gözlenmezken ($p>0.05$) , Uslu zeytinyağlarında 12 dakika sonikasyon uygulanan örneklerin yağ asitliği ile kontrol ve 4 dakika ultrason uygulanan örneklerin yağ asitliği arasındaki fark önemli bulunmuştur.

Uslu çeşidi yağların serbest yağ asidi içerikleri ultrason uygulama süresine bağlı olarak doğrusal olarak artmıştır. Uslu zeytinyağlarında 12 dakika sonikasyon uygulanan örneklerin yağ asitliği 8 dakika ultrason uygulanan örneklerin serbest yağ asitliği değerine göre istatistiksel olarak önemsiz bulunurken, kontrol ve 4 dakika ultrason uygulanan örneklerin serbest yağ asitliğine göre fark önemli bulunmuştur.

Tüm örnekler natürel sızma zeytinyağı kriterlerine uysa da (< % 0.8) her 3 çeşitten elde edilen zeytinyağlarında da en yüksek yağ asitliği 12 dakika ultrason uygulanan örneklerde tespit edilmiştir. Bu artışın muhtemelen artan ultrason süresinin zeytin ezmesi sıcaklığını artırarak enzimatik reaksiyonları hızlandırmasıyla ilişkili olabileceği düşünülmektedir.

**Tablo 4.6.** Farklı ultrason sürelerinin Edremit çeşidi zeytinyağlarının fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi

| | **UV ışığında özgül absorbans değerleri** | | SYA | PD | | | Toplam klorofil | Toplam karotenoid | Toplam fenolik |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | K 232 | K 270 | (%) | ($mEqO_2$ / kg | p-AD | TOD | (mg/kg) | (mg/kg) | (mg/kg) |
| Kontrol | $1.361^{c}$ ±0.011 | $0.073^{b}$±0.004 | $0.56^{c}$ ±0.02 | $4.57^{b}$ ±0.28 | $0.77^{a}$ ±0.10 | $9.90^{c}$ ±0.57 | $3.76^{b}$±0.01 | $2.43^{b}$±0.05 | $72.55^{a}$±1.26 |
| 4 dakika | $1.989^{a}$ ±0.116 | $0.158^{a}$ ±0.002 | $0.59^{b}$ ±0.02 | $5.03^{a}$ ±0.16 | $0.82^{a}$ ±0.06 | $10.89^{b}$ ±0.33 | $6.18^{a}$±0.03 | $3.40^{a}$±0.02 | $62.00^{b}$±0.60 |
| 8 dakika | $1.025^{d}$ ±0.006 | $0.070^{c}$ ±0.004 | $0.60^{b}$ ±0.01 | $4.58^{b}$ ±0.17 | $0.79^{a}$ ±0.04 | $9.96^{c}$ ±0.36 | $6.86^{a}$±0.05 | $3.62^{a}$±0.02 | $54.03^{c}$±1.60 |
| 12 dakika | $1.510^{b}$ ±0.015 | $0.084^{b}$±0.006 | $0.69^{a}$ ±0.28 | $5.25^{a}$ ±0.14 | $0.84^{a}$ ±0.05 | $11.34^{a}$ ±0.27 | $4.14^{b}$±0.17 | $2.15^{b}$±0.01 | $36.17^{d}$±0.64 |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir (n=6).*

*Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir.*

*SYA:Serbest yağ asitliği, PD: Peroksit değeri, p-AD: p-anisidin değeri, TOD: Toplam Oksidasyon Değeri*

**Tablo 4.7.** Farklı ultrason sürelerinin Uslu çeşidi zeytinyağlarının fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi

| | UV ışığında özgül absorbans değerleri | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **K 232** | **K 270** | **SYA (%)** | **PD ($mEqO_2/kg$)** | **p-AD** | **TOD** | **Toplam klorofil (mg/kg)** | **Toplam karotenoid (mg/kg)** | **Toplam fenolik (mg/kg)** |
| Kontrol | $1.375^{b}$±0.010 | $0.089^{b}$±0.010 | $0.54^{b}$ ±0.08 | $5.23^{b}$ ±0.45 | $0.50^{a}$ ±0.13 | $10.97^{a}$±0.84 | $2.71^{c}$±0.21 | $2.44^{c}$±0.03 | $52.79^{a}$±1.47 |
| 4 dakika | $1.443^{a}$ ±0.036 | $0.105^{a}$ ±0.010 | $0.56^{b}$ ±0.06 | $5.27^{a}$ ±0.39 | $0.45^{a}$ ±0.16 | $10.99^{a}$±0.74 | $3.16^{b}$±0.00 | $3.27^{b}$±0.08 | $44.85^{b}$±2.08 |
| 8 dakika | $1.393^{b}$ ±0.033 | $0.075^{b}$ ±0.005 | $0.61^{ab}$ ±0.01 | $5.09^{b}$ ±0.44 | $0.61^{a}$ ±0.14 | $10.78^{a}$ ±0.90 | $4.54^{a}$±0.05 | $3.71^{a}$±0.44 | $38.83^{c}$±1.46 |
| 12 dakika | $1.408^{ab}$ ±0.018 | $0.087^{b}$±0.008 | $0.67^{a}$ ±0.03 | $5.28^{a}$ ± 0.15 | $0.54^{a}$ ±0.01 | $11.11^{a}$ ±0.28 | $2.60^{c}$±0.17 | $2.62^{c}$±0.06 | $28.54^{d}$±1.22 |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir (n=6).*

*Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir.*

*SYA:Serbest yağ asitliği, PD: Peroksit değeri, p-AD: p-anisidin değeri, TOD: Toplam Oksidasyon Değeri*

**Tablo 4.8.** Farklı ultrason sürelerinin Gemlik çeşidi zeytinyağlarının fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi

| | UV ışığında özgül absorbans değerleri | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **K 232** | **K 270** | **SYA (%)** | **PD** ($mEqO_2/kg$) | **p-AD** | **TOD** | **Toplam klorofil (mg/kg)** | **Toplam karotenoid (mg/kg)** | **Toplam fenolik (mg/kg)** |
| Kontrol | $1.318^{a}$±0.048 | $0.088^{a}$±0.011 | $0.44^{a}$±0.05 | $4.71^{b}$±0.17 | $0.47^{b}$±0.05 | $9.89^{b}$±0.34 | $2.41^{c}$±0.19 | $0.54^{b}$±0.30 | $63.47^{a}$±4.93 |
| 4 dakika | $1.322^{a}$±0.038 | $0.100^{a}$±0.006 | $0.47^{a}$±0.07 | $4.73^{b}$±0.36 | $0.55^{a}$±0.03 | $10.01^{b}$±0.71 | $5.74^{b}$±0.42 | $1.28^{a}$±0.10 | $56.33^{b}$±4.29 |
| 8 dakika | $1.320^{a}$±0.078 | $0.088^{a}$±0.012 | $0.47^{a}$±0.05 | $4.64^{b}$±0.10 | $0.53^{ab}$±0.05 | $9.80^{b}$±0.25 | $6.59^{a}$±0.15 | $1.42^{a}$±0.37 | $44.00^{c}$±4.00 |
| 12 dakika | $1.405^{a}$±0.071 | $0.087^{a}$±0.008 | $0.47^{a}$±0.11 | $5.77^{a}$±0.11 | $0.58^{a}$±0.05 | $12.12^{a}$±0.23 | $5.45^{b}$±0.10 | $0.65^{b}$±0.06 | $37.87^{c}$±0.88 |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir (n=6).*

*Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir.*

*SYA:Serbest yağ asitliği, PD: Peroksit değeri, p-AD: p-anisidin değeri, TOD: Toplam Oksidasyon Değeri*

Yağların oksidasyonu sonucu oluşan hidrokperoksitlerin miktarını veren peroksit sayısının natürel zeytin yağları için yasal üst limiti diğer yağlardan daha yüksektir. Yağların peroksit değerleri (PD) ise; Edremit çeşidi için 4.57 ila 5.25 meq$O_2$/kg-yağ, Uslu çeşidi için 5.09 - 5.28 meq$O_2$/kg-yağ ve Gemlik çeşidi için 4.64 - 5.77 meq$O_2$ / kg-yağ arasında değişmekte olup, tüm numunelerin IOOC [61] ve Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği' nde yer alan ve kabul edilebilir sınır olan 20 meq$O_2$/kg-yağ değerinin altında olduğu bulunmuştur [37].

Ultrason uygulamasının Gemlik, Uslu ve Edremit çeşitlerinden elde edilen yağların peroksit değeri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Uslu ve Edremit çeşidi zeytinyağlarında kontrol örneğine göre 8 dakika ultrason uygulanan örnekler haricinde sonikasyon işlemine tabi tutulan yağların peroksit değerleri, muamele edilmemiş yağlara göre daha yüksek bulunmuştur. Bu iki çeşit zeytinyağında 8 dakika ultrason ve kontrol örneklerinin peroksit değerleri arasında önemli bir fark bulunmamaktadır ($p>0.05$). Gemlik zeytinyağlarında ise sadece 12 dakika ultrason uygulanan örneklerin peroksit değerleri diğer örneklerden önemli seviyede farklı bulunmuştur ($p<0.05$).

K 232 değeri yağın birincil oksidasyonu ve çoklu doymamış yağ asitleri konjugasyonuyla ilgilidir. K 270 değeri ise yağların sekonder oksidasyon ürünleri ile ilgilidir ve aldehitler, ketonlar ve karbonil bileşiklerinin bir göstergesidir [19,62]. Yağların 232 ve 270 nm deki ultraviyole ışığında özgül absorbans değerleri Edremit çeşidi zeytinyağlarında sırasıyla 1.361 ila 1.510 ve 0.073 ila 0.158 arasında değişmektedir. Edremit ve Uslu zeytinyağlarında uygulamalar sonrasında yağların UV ışığında özgül absorbans değerlerinde önemli farklılıklar gözlenmesine rağmen Gemlik zeytinyağlarının UV ışığında özgül absorbans değerleri arasındaki fark önemsiz bulunmuştur. 270 nm ve 232 nm'de UV absorbsiyonu için uygulamalar arasında anlamlı farkların sebebi ($p <0.05$) ultrasonla muameleye bağlı olarak zeytin ezmeleri arasındaki sıcaklık farklılıklarının bir sonucu olabilir. K232 ve K270 UV ışığında özgül absorbans değerlerine göre 3 çeşit zeytinden elde edilen yağların hepsi, IOOC ve Türk Gıda Kodeksi tarafından ekstra sızma zeytinyağı için belirlenen sınırların altındadır [35,38].

Serbest yağ asitliği, peroksit değeri ve ultraviyole ışığında özgül absorbans değeri sonuçlarına göre, tüm yağ örnekleri sızma zeytinyağı olarak sınıflandırılmıştır Bu sonuçlar önceki araştırmacıların sundukları sonuçlara benzerdir çünkü diğer çalışmalarda da ultrason ile elde edilen yağlar kalite parametrelerine göre sızma zeytinyağı olarak sınıflandırılmıştır [14,16,30,65]. UV ışığında özgül absorbans değerleri olan K232 ve K270 değerlerindeki farklılıklar; çeşit, meyve kalitesi, iklim ve ekolojik koşullar, hasat zamanı, ekstraksiyon işlem parametreleri ve saklama koşullarına bağlı olarak değişebilmektedir [75].

Kalite parametreleri göz önüne alındığında Edremit çeşidinden; 8 dakikalık ultrason ile 22 dakika malaksasyondan elde edilen zeytinyağında K232 ve K270'de en düşük değerleri göstermiş olup, asitlik ve peroksit değerlerinde ise en düşük değerler kontrol örneklerinde tespit edilmiştir. Gemlik yağında tüm uygulamalar arasında tüm kalite parametrelerinde önemli fark bulunmamıştır. Uslu zeytinyağlarında ise kontrol örneklerinin en düşük asitlik, peroksit ve UV ışığında özgül absorbans değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir.

### 4.1.5. p-anisidin Değeri

Bu çalışmada, yağdaki aldehit varlığının bir ölçüsü olan p-anisidin değerleri Edremit zeytinyağları için 0.77-0.84 arasında, Uslu zeytinyağları için 0.45-0.61 arasında ve Gemlik çeşitleri için ise 0.47-0.58 arasında değişmektedir. Uslu ve Edremit yağlarına ait p-anisidin değerlerinde ultrason uygulamasına bağlı olarak bir fark gözlenmemiştir ($p > 0.05$). Gemlik çeşidi zeytinyağlarında ise kontrol örneklerinin p anisidin değeri 8 dakika ultrason uygulanan örneklerden önemli derecede farklıyken 4 ve 12 dakika ultrason uygulananlardan istatistiksel olarak farklı olmadığı bulunmuştur.

Ultrason uygulanan zeytinyağı ekstraksiyonu ile ilgili çalışmalarda p-anisidin ve toplam oksidasyon değerleri araştırılmamıştır. Bu çalışmalarda yağların oksidasyon düzeyleri peroksit değeri, UV ışığında özgül absorbans değerleri, toplam antioksidan aktivite gibi analizlerle değerlendirilmiştir.

Literatürde konvansiyonel yöntemlerle elde edilen zeytinyağlarının düşük peroksit, p-anisidin ve toplam oksidasyon değerlerine sahip olduğunu bildiren birçok

çalışma mevcuttur. Geleneksel yöntemlerle elde edilen zeytinyağlarının düşük toplam oksidasyon değerlerine sahip olması, hidrokarbon zincirlerinde çift bağ içeren saf zeytinyağlarının yağ asidi bileşiminde yüksek oranda tekli doymamış yağ asidi (TDYA) içermesinden kaynaklanmaktadır. Benzer şekilde yağ asidi bileşiminde yüksek oranda çoklu doymamış yağ asitleri (ÇDYA) içeren yağlar daha kolay okside olabilmektedirler [39,71].

### 4.1.6. Toplam Oksidasyon Değeri

Zeytinyağlarının oksidasyon düzeyi üzerinde ekstraksiyon yöntemleri ve koşullarının etkisi toplam oksidasyon değeri testi ile değerlendirilmiştir. Edremit yağlarında kontrol ve 8 dakikalık sonikasyon numuneleri arasında toplam oksidasyon değerleri bakımından anlamlı bir farklılık yokken, 4 dakika ve 12 dakika ultrason uygulanan örnekler arasında anlamlı farklılıklar gözlemlenmiştir. Edremit yağlarının toplam oksidasyon değerleri 9.90-11.34 aralığında tespit edilmiştir.

Zeytinyağının oksidasyon derecesini belirlemede kullanılan bir parametre olan toplam oksidasyon değerleri Gemlik ve Edremit yağlarında önemli derecede değişmiştir ($p < 0.05$), Uslu yağlarında ise uygulamaların toplam oksidasyon değerleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($p > 0.05$).

Toplam oksidasyon değerleri ultrason uygulamasına bağlı olarak Uslu zeytinyağlarında 10.78-11.11 ve Gemlik zeytinyağlarında ise 9.80-12.12 aralığında değişmektedir. Genel olarak, her üç yağ çeşidinde de yağlara ait toplam oksidasyon değerlerine bakıldığında, 8 dakikalık ultrasona tabi tutulan örnekler ile kontrol örneklerinin, 4 dakika ve 12 dakika sonikasyona maruz bırakılanlara göre oksidasyona karşı daha stabil oldukları sonucu çıkarılabilir. 12 dakika ultrason uygulanan zeytin ezmesi sıcaklıklarının 36.3 °C' ye kadar yükselmesinin oksidasyonu hızlandırdığı ve bu örneklerin toplam oksidasyon ve p-anisidin değerlerinin diğer örneklerle kıyaslandığında daha yüksek değerlerde olduğu bulunmuştur.

Yağın oksidasyon düzeyi hakkında hakkında bilgi veren toplam oksidasyon değeri peroksit değeri ve p-anisidin değerine bağlı olarak hesaplanmakta olduğu için

yağların toplam oksidasyon ve p-anisidin değerleri arasında genel bir uyum gözlenmiştir.

### 4.1.7. Klorofil ve Karotenoid Miktarı

Klorofil zeytinyağının renk yoğunluğunu belirleyen karakteristik yeşil pigmentidir. Zeytinyağının yeşil renginin seviyesi içerdiği klorofil ve karotenoid pigmentlerine bağlıdır ve bu bileşenlerin konsantrasyonu, meyvenin çeşitliliği ve olgunluğuna bağlı olarak yağlarda farklılık gösterir. Yağ ışığa maruz kaldığında, klorofil bir pro-oksidan görevi görmesi nedeniyle hızla okside olur. Bu nedenle erken hasatta elde edilen yağların kalitesini korumak için yağlar koyu renkli şişelerde ve karanlıkta muhafaza edilmelidir [7,15,46]

Numunelerdeki toplam klorofil içeriği Edremit çeşidi zeytinlerde 3.76 mg/kg ile 6.86 mg/kg arasında ve toplam karotenoid içeriği ise 2.15 mg/kg ve 3.62 mg/kg arasında değişmektedir. Zeytin hamurlarına ultrason uygulandığında, sonikasyon zamanının 8. dakikasına kadar klorofil ve karotenoid miktarlarında bir artış gözlemlenirken 12 dakika ultrason uygulanmış örneklerde bu bileşenlerin azalmasının sebebi, başlangıçta toplam klorofil ve karotenoid bileşiklerin kavitasyon nedeniyle maksimum bir değere yükselmesi ancak ultrason süresi arttıkça sıcaklığın da artmasıyla bu bileşiklerin azalmasıdır. Klorofil ve karotenoidlerde bozulmaya sebep olan en önemli etken oksidasyondur ve yüksek sıcaklık uygulanan proseslerde klorofil ve karotenoid pigmentleri degrade olmaktadır. Hem klorofil hem de karotenoid içeriği en yüksek zeytinyağları 8 dakika ultrason ve 22 dakika malaksasyonla elde edilen örnekler iken; 12 dakikalık ultrason ve 18 dakikalık malaksasyonla elde edilen zeytinyağlarında bu bileşenlerin konsantrasyonu en düşük seviyede tespit edilmiştir.

### 4.1.8. Toplam Fenol Miktarı

Fenolik bileşikler zeytinlerin ve zeytinyağlarının duyusal özelliklerini (acılık, meyvemsilik, keskinlik vb.) etkileyen [23,36] ve onları oksidasyona karşı koruyan çok önemli biyoaktif bileşenlerdir [15]. Çalışmada ultrason uygulanmayan

yağların, sonikasyon işlemine tabi tutulan yağlara kıyasla daha yüksek miktarda toplam fenol içerdikleri bulunmuştur. Yağların toplam fenol içeriği, kontrol, 4 dakika, 8 dakika ve 12 dakikalık sonikasyon uygulanan Edremit çeşidi zeytinler için sırasıyla 72.55 mg / kg, 62.03 mg / kg, 54.05 mg / kg ve 36.18 mg / kg olarak hesaplanmıştır.

Ultrason uygulama süresi arttıkça toplam fenol bileşiklerin miktarı 3 çeşit zeytinyağında da azalmıştır. Bu durum birçok enzimatik reaksiyonda kofaktör görevi gören ve enzimatik olmayan oksidasyonları ise tetikleyen oksijen varlığıyla açıklanabilir.

Zeytin ezmeleri ultrasona tabi tutulduğunda, bitkide doğal olarak bulunan enzimler (polifenol oksidaz, peroksidaz) substratı yani fenolleri oksijen varlığında parçalayarak esmer renkli bileşiklere dönüştürmüşlerdir. Böylece yüksek sıcaklık ve oksijen varlığında fenolik bileşenler ultrason süresi arttıkça azalmıştır.

Zeytinyağlarının fenolik içeriğinin önceki çalışmalarla karşılaştırıldığında miktarca farklılık göstermesinin sebebi muhtemelen zeytinlerin olgunluk seviyesi, zeytin çeşidi ve uygulanan ekstraksiyon yöntemleri arası farklılıklardan kaynaklanmaktadır.

### 4.1.9. Duyusal Özellikler

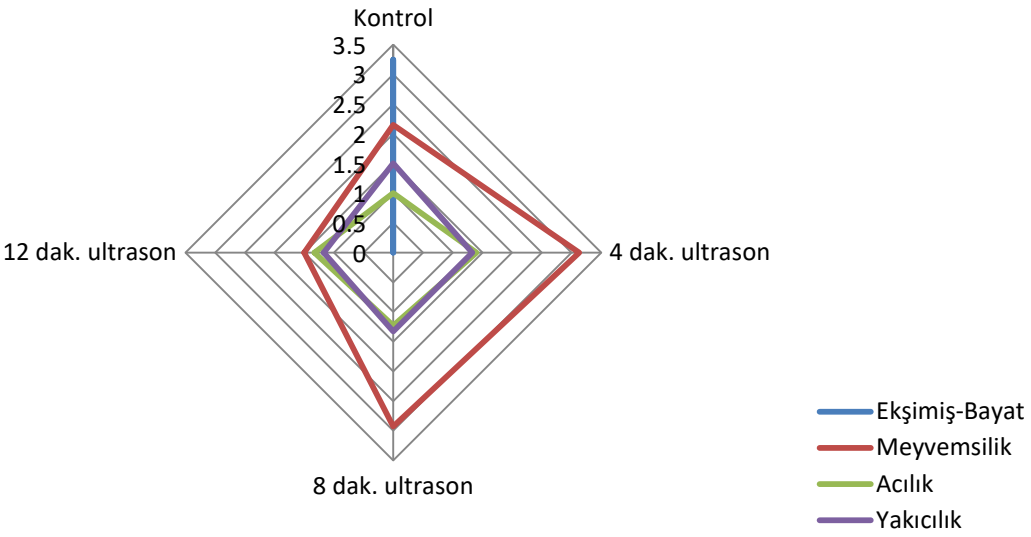
Şekil 4.2 panelistler tarafından değerlendirilen Edremit tipi zeytinyağlarının duyusal özelliklerini göstermektedir. 18 ay oda sıcaklığında depolanmasından sonra bile, ultrason uygulanan zeytinyağları, natürel sızma zeytinyağı kategorisine ait duyusal profiller göstermiştir. Bununla birlikte, sadece ultrason uygulanmayan yani kontrol örnekleri natürel sızma olarak sınıflandırılmamıştır. Duyusal analizler sonucu kontrol örnekleri panelistlerce natürel birinci özellikte tanımlanmıştır.

Tüm bunlar göz önüne alındığında ultrasonun, yalnızca ekstraksiyon sonrası değil, aynı zamanda uzun süreli depolamadan sonra dahi yağın duyusal özellikleri üzerine olumlu etkisi olduğu sonucuna varılabilir.

Panelistler, kokmuş tat gibi olumsuz özellikleri sadece kontrol örneğinde tanımlamışlardır. Jimenez ve ark., yapmış oldukları çalışmada bu çalışmaya benzer

olarak sadece kontrol örneklerinde istenmeyen şarabımsı tada rastlamışlar ve yaptıkları araştırmada en fazla 8 dakika ultrason uygulanan örneklerde pozitif duyusal özellikler olduğunu bulmuşlardır[16].

Yapmış olduğumuz bu çalışma ultrasonla elde edilen yağların, ultrason uygulanmayanlara kıyasla daha acı, keskin, ve meyvemsi olduğunu göstermektedir. Panelistlerce 12 dakikalık ultrason ile ekstrakte edilen yağlar, 4 dakika ve 8 dakika ultrasonla elde edilen yağlara kıyasla daha az acı, meyvemsi ve keskin özelliklere sahip olarak değerlendirilmiştir. Bu çalışmaya benzer olarak Jimenez ve ark. (2007) da zeytinyağı üretiminde ultrason uygulanmasının yağın duyusal kalitesi üzerine olumsuz bir etkiye sebep olmadığını belirtmişlerdir[16].




**Şekil 4. 2.** Edremit zeytinyağlarında duyusal analiz sonuçları

## 4.2. Ultrason Destekli Natürel Zeytinyağı Ekstraksiyonunun Yüzey Yanıt Yöntemi ile Optimizasyonu

### 4.2.1. Yanıt Yüzey Yöntemlerinin Oluşturulması

Yüksek yağ veriminde ve düşük serbest yağ asitliğine sahip zeytinyağları üretmek için en uygun ultrason süresi, ultrason sıcaklığı ve malaksasyon süresini içeren ekstraksiyon parametrelerini belirlemek için Box–Behnken tasarımı uygulanmıştır (Tablo 4.9)

**Tablo 4.9.** Box-Behnken tasarımına uygun yapılan analiz sonuçları

| Deney No | $X_1$ | $X_2$ | $X_3$ | Yağ Verimi (%) | Asitlik (g oleik asit/ 100 g yağ) |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0 | 0 | 0 | 7.20 | 0.40 |
| 2 | 0 | 1 | -1 | 5.65 | 0.50 |
| 3 | -1 | 1 | 0 | 7.90 | 0.25 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 7.50 | 0.45 |
| 5 | 0 | 1 | 1 | 8.00 | 0.38 |
| 6 | 1 | 0 | 1 | 8.25 | 0.41 |
| 7 | 0 | 0 | 0 | 7.45 | 0.40 |
| 8 | 1 | -1 | 0 | 6.00 | 0.22 |
| 9 | -1 | 0 | 1 | 8.10 | 0.46 |
| 10 | 0 | -1 | 1 | 5.60 | 0.33 |
| 11 | 1 | 1 | 0 | 5.90 | 0.45 |
| 12 | 0 | -1 | -1 | 5.00 | 0.20 |
| 13 | -1 | -1 | 0 | 3.60 | 0.32 |
| 14 | 1 | 0 | -1 | 5.50 | 0.43 |
| 15 | -1 | 0 | -1 | 6.70 | 0.35 |
| 16 | 0 | 0 | 0 | 7.50 | 0.41 |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 7.75 | 0.43 |

$X_1$. Ultrason süresi; $X_2$ . Ultrason giriş sıcaklığı; $X_3$ .Malaksasyon süresi

Sonuçlar yağ veriminin %3.60 ile %8.25 arasında değiştiğini ve çok sayıda araştırmacı tarafından bildirilen, yüksek sıcaklıklarda ve daha uzun malaksasyon sürelerinde ultrason yardımıyla ekstraksiyon işleminden elde edilen maksimum zeytinyağı verimi elde edildiğini göstermiştir [15,20,23,67]. Bu değerler, Clodoveo ve ark.(2013) ve Jimenez ve ark.(2007), tarafından bildirilen değerlerden nispeten daha düşüktür . Verimler arasındaki bu fark, zeytin çeşitleri ve önceki çalışmalarda kullanılan malaksasyon öncesi uygulanmış ön ısıtma gibi işlemlerle ilişkilendirilebilinir.

**Tablo 4.10.** Serbest yağ asitliği model kareler toplamı

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ortalama | 2.40 | 1 | 2.40 | | | |
| Lineer | 0.036 | 3 | 0.012 | 1.85 | 0.1876 | |
| 2FI | 0.042 | 3 | 0.014 | 3.39 | 0.0618 | |
| Kuadratik | 0.034 | 3 | 0.011 | 10.10 | 0.0062 | *Önerilen |
| Kübik | 5.925E-003 | 3 | 1.975E-003 | 4.20 | 0.0996 | |
| Kalıntı | 1.880E-003 | 4 | 4.700E-004 | | | |
| Toplam | 2.52 | 17 | 0.15 | | | |

**Tablo 4.11**. Serbest yağ asitliği için model uyumluluğu

| Model | Std. Sapma | R-Kare | Düzeltilmiş R-Kare | Beklenen R-Kare | PRESS | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Lineer | 0.080 | 0.2994 | 0.1378 | -0.3800 | 0.17 | |
| 2FI | 0.064 | 0.6529 | 0.4446 | -0.4237 | 0.17 | |
| Kuadratic | 0.033 | 0.9349 | 0.8511 | 0.1842 | 0.098 | *Önerilen |
| Kübik | 0.022 | 0.9843 | 0.9372 | + | + | |

Parametrelerin verim ve asitlik yanıtları üzerindeki etkilerini tanımlamak için kuadratik modelin öne çıkmasının sebebi, bu modelin diğer modellere kıyasla en küçük p değeri (Tablo 4.10 ve Tablo 4.12), en büyük R-Kare, en büyük düzeltilmiş R-Kare, en büyük beklenen R-Kare ve en küçük PRESS değerine sahip olmasıdır (Tablo 4.11 ve Tablo 4.13).

**Tablo 4.12.** Verim için model kareler toplamı

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ortalama | 759.12 | 1 | 759.12 | | | |
| Lineer | 12.92 | 3 | 4.31 | 3.70 | 0.0401 | |
| 2FI | 6.06 | 3 | 2.02 | 2.23 | 0.1480 | |
| Kuadratik | 8.32 | 3 | 2.77 | 25.50 | 0.0004 | *Önerilen |
| Kübik | 0.61 | 3 | 0.20 | 5.30 | 0.0705 | |
| Kalıntı | 0.15 | 4 | 0.038 | | | |
| Toplam | 787.18 | 17 | 46.30 | | | |

**Tablo 4.13.** Verim için model istatistikleri

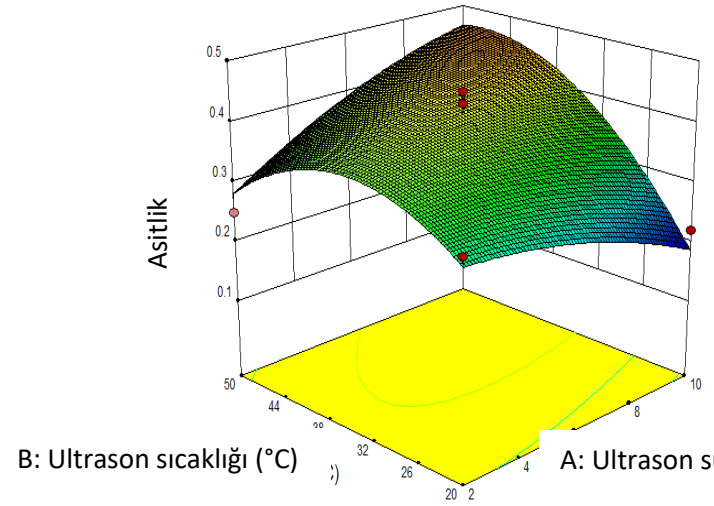
| Model | Std. Sapma | R-Kare | Düzeltilmiş R-Kare | Beklenen R-Kare | PRESS | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Lineer | 1.08 | 0.4605 | 0.3360 | -0.0147 | 28.48 | |
| 2FI | 0.95 | 0.6765 | 0.4824 | -0.1858 | 33.28 | |
| Kuadratic | 0.33 | 0.9729 | 0.9380 | 0.6448 | 9.97 | *Önerilen |
| Kübik | 0.20 | 0.9945 | 0.9782 | + | + | |

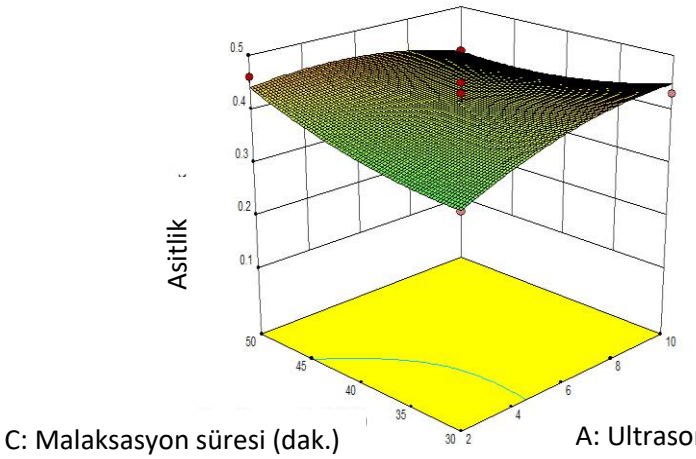
Verim ve asitlik için seçilen kuadratik modeller düşük C.V. ve yüksek $R^2$ değerine sahip olmalarından dolayı başarılı bulunmuştur (Tablo 4.14 ve Tablo 4.15). Seçilen modellere ait uygunluk analizleri Tablo 4.11 ve Tablo 4.13' de verilmektedir.

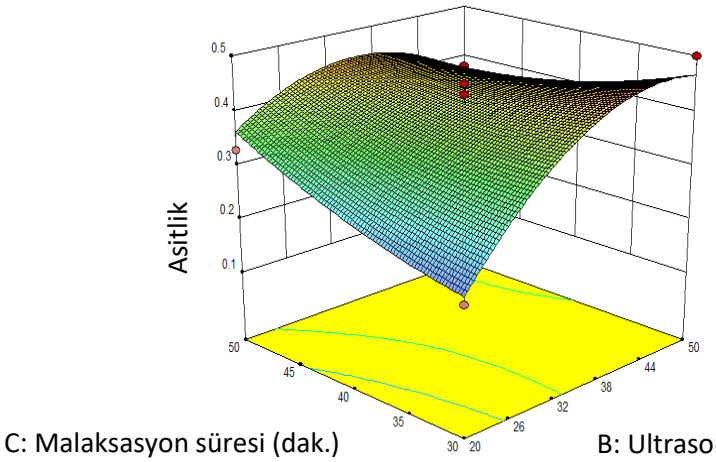
**Tablo 4.14.** Yağ asitliğine ait kuadratik modelin ANOVA tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 0.11 | 9 | 0.012 | 11.16 | 0.0022 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 2.112E-003 | 1 | 2.112E-003 | 1.89 | 0.2111 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 0.033 | 1 | 0.033 | 29.16 | 0.0010 | |
| C-malaksasyon süresi | 1.250E-003 | 1 | 1.250E-003 | 1.12 | 0.3248 | |
| AB | 0.023 | 1 | 0.023 | 20.18 | 0.0028 | |
| AC | 4.225E-003 | 1 | 4.225E-003 | 3.79 | 0.0926 | |
| BC | 0.016 | 1 | 0.016 | 14.01 | 0.0072 | |
| A^2 | 2.425E-003 | 1 | 2.425E-003 | 2.18 | 0.1838 | |
| B^2 | 0.030 | 1 | 0.030 | 26.65 | 0.0013 | |
| C^2 | 1.441E-003 | 1 | 1.441E-003 | 1.29 | 0.2930 | |
| Kalıntı | 7.805E-003 | 7 | 1.115E-003 | | | |
| Lack of Fit | 5.925E-003 | 3 | 1.975E-003 | 4.20 | 0.0996 | Önemsiz |
| Saf Hata | 1.880E-003 | 4 | 4.700E-004 | | | |
| Toplam | 0.12 | 16 | | | | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Standart Sapma. | 0.033 | R-Kare | 0.9349 |
| Ortalama | 0.38 | Adj R-Kare | 0.8511 |
| C.V. % | 8.88 | Pred R-Kare | 0.1842 |
| PRESS | 0.098 | Adeq Precision | 10.884 |




Şekil 4. 3. Serbest yağ Asitliği (a,b,c) için 3D Yanıt Yüzey Grafikleri

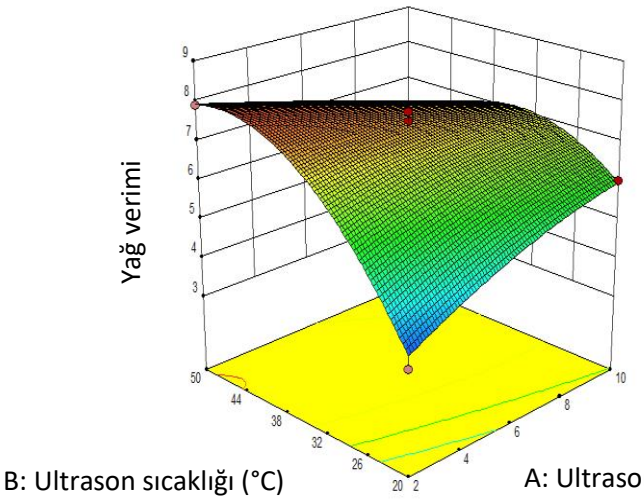
Ultrason ekstraksiyon parametrelerinin asitlik (Şekil 4.3.a-c) ve verim (Şekil 4.4. a-c) üzerinde ($p < 0.05$) etkileşim etkilerinin anlamlı olup olmadığını göstermek için, 3D yanıt yüzey grafikleri oluşturulmuştur. Elde edilen sonuçlar, yüksek sıcaklıkta ultrason uygulaması ve beraberinde uzun süre yoğurma işlemine tabi tutulan örneklerin ekstraksiyon sürecinde hücre duvarı ve zarlarının daha iyi parçalanabileceği ve böylece zeytin meyvesinden yağın transferinin kolaylaşarak yüksek miktarda yağ ekstrakte edilebileceği bulunmuştur.

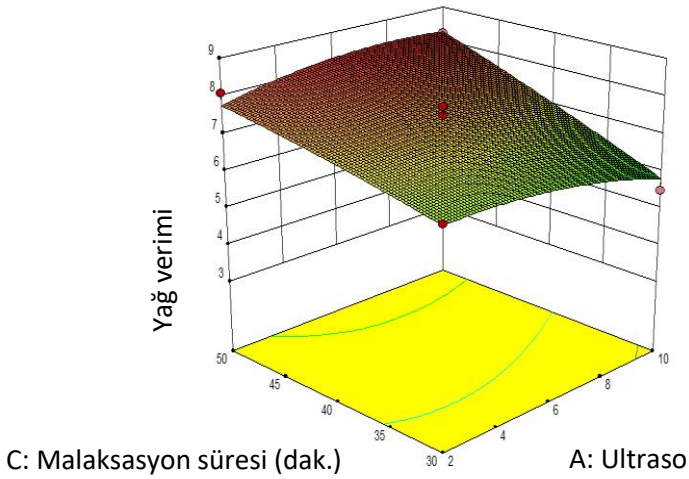
Bununla birlikte, ekstraksiyonda uygulanan ultrason süresi yağ verimini istatistiksel olarak önemli düzeyde etkilememiştir (Şekil 4.3.a ve 4.3.b). Daha yüksek sıcaklıkta ultrason uygulaması ve daha uzun sonikasyon süreleri ile daha yüksek asitlikte zeytinyağları elde edilmiştir (Şekil 4.4.a)

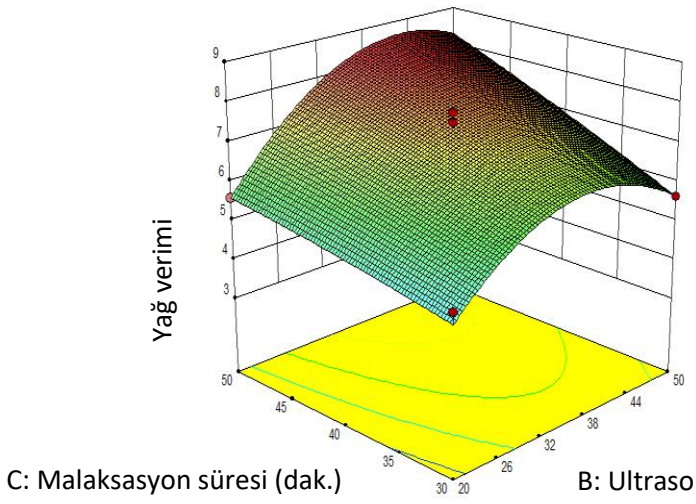
**Tablo 4.15.** Verime ait kuadratik modelin ANOVA tablosu

| **Varyasyon Kaynağı** | **Kareler toplamı** | **Serbestlik Derecesi** | **Kareler Ortalaması** | **F değeri** | **P değeri** | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 27.30 | 9 | 3.03 | 27.90 | 0.0001 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 0.053 | 1 | 0.053 | 0.49 | 0.5083 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 6.57 | 1 | 6.57 | 60.43 | 0.0001 | |
| C-malaksasyon süresi | 6.30 | 1 | 6.30 | 57.95 | 0.0001 | |
| AB | 4.84 | 1 | 4.84 | 44.51 | 0.0003 | |
| AC | 0.46 | 1 | 0.46 | 4.19 | 0.0799 | |
| BC | 0.77 | 1 | 0.77 | 7.04 | 0.0328 | |
| A^2 | 0.32 | 1 | 0.32 | 2.98 | 0.1278 | |
| B^2 | 7.70 | 1 | 7.70 | 70.84 | < 0.0001 | |
| C^2 | 0.018 | 1 | 0.018 | 0.16 | 0.6979 | |
| Kalıntı | 0.76 | 7 | 0.11 | | | |
| Lack of Fit | 0.61 | 3 | 0.20 | 5.30 | 0.0705 | Önemsiz |
| Saf Hata | 0.15 | 4 | 0.038 | | | |
| Toplam | 28.06 | 16 | | | | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Standart Sapma. | 0.33 | R-Kare | 0.9729 |
| Ortalama | 6.68 | Adj R-Kare | 0.9380 |
| C.V. % | 4.93 | Pred R-Kare | 0.6448 |
| PRESS | 9.97 | Adeq Precision | 17.274 |




**Şekil 4. 4**. Yağ verimi (a,b,c) için 3D Yanıt Yüzey Grafikleri

**Tablo 4.16.** Regresyon modellerinin yeterliliğini gösteren ANOVA tablosu

| | Model | | | | | Uyum Eksikliği | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Yanıtlar | F Değeri | P değeri | $R^2$ | Adj-$R^2$ | Adeq. Precision | SS | P Değeri |
| Verim | 27.90 | 0.0001* | 0.97 | 0.94 | 17.27 | 0.61 | 0.07** |
| SYA | 11.16 | 0.002* | 0.93 | 0.85 | 10.88 | 0.0005 | 0.10** |

Adj-$R^2$. adjusted determination coefficient; SS. Sum of square. SYA, Serbest Yağ Asitliği ; *. önemli; **. önemsiz.

Verim ve asitlik için hesaplanmış ve her bir modelin yeterliliğini değerlendirmede kullanılan p değeri, F değeri, $R^2$, Adj-$R^2$ ve Adeq.Precision gibi parametreler Tablo 4.16' de gösterilmektedir. Modellere ait yüksek F değerleri (verim için 27.90, SYA için 11.16) ve düşük p değerleri (0.0001 ve 0.0022) modellerin verim ve SYA için son derece önemli olduğunu göstermiştir. Zeytinyağı verimi ve asitliği için tahmin edilen modellerin $R^2$ değerleri sırasıyla 0.97 ve 0.93 olarak bulunmuştur. Adj.$R^2$ değerlerinin verim ve asitlik için sırasıyla 0.94 ve 0.85 olması tahmin edilen ve deneysel değerler arasında yüksek bir doğrusal uyum derecesi göstermiştir. Uyum eksikliği testinde p değerlerinin verim için 0.0705 ve SYA için 0.0996 olması uyum eksikliğinin önemsiz olduğu ve modelin de uygunluğunu göstermiştir. Bu sonuçlar, asitlik ve verim için oluşturulan modellerin, uygulanan aralıkta tahmini için yeterli olduğunu göstermiştir. Verim ve asitlik için regresyon modellerindeki değişkenlerin katsayıları ve önemleri Tablo 4.17'de gösterilmiştir.

**Tablo 4.17**. Regresyon modellerindeki değişkenlerin katsayıları ve önemleri

| **Katsayıları** | **Verim** | **Asitlik** |
|---|---|---|
| Sabit | 7.48 | 0.418 |
| A | -0.08125 | 0.01625 |
| B | 0.90625* | 0.06375* |
| C | 0.8875* | 0.0125 |
| AB | -1.1* | 0.075* |
| AC | 0.3375 | -0.0325 |
| B C | 0.4375* | -0.0625* |
| $A^2$ | -0.2775 | -0.024 |
| $B^2$ | -1.3525* | -0.084* |
| $C^2$ | -0.065 | 0.0185 |

**% 5 seviyesinde önemlidir.*

Zeytinyağının asitlik değeri yağ kalitesini belirleyen en önemli faktör olarak kabul edilmektedir. Tüm deneyler için yağ asitliği natürel sızma zeytinyağı kategorisi

için belirlenmiş yasal limitin (< 8 g oleik asit/kg-yağ) altındadır [8][68]. Sonikasyondan sonra bile düşük asidite seviyeleri, iyi kalitede zeytin meyvelerinin yağlığa işlenmiş olması ve elde edilen yağların çok bekletilmeden analiz edilinceye kadar uygun koşullarda muhafaza edilmesiyle ilişkilendirilebilir. Asitlik için belirlenmiş modelde bağımsız değişken (B), kuadratik terim ($B^2$) ve etkileşimli terimler (AB, BC) anlamlı bulunmuştur ($p < 0.05$).

Asitlik için belirlenmiş kuadratik regresyon modeli aşağıdaki gibidir:

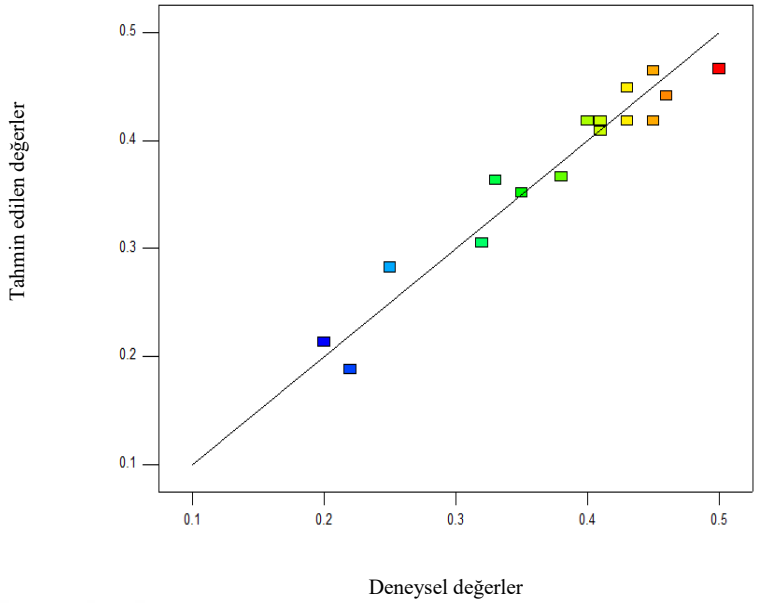
$$\textbf{Serbest Yağ Asitliği} = 0.418 + 0.06375B + 0.075AB - 0.0625BC - 0.084B^2 \quad (4.1)$$

Verim açısından, bağımsız değişkenler (B, C), kuadratik terim ($B^2$) ve etkileşimli terimler (AB, BC) anlamlı bulunmuştur ($p < 0.05$). Verim için kuadratik regresyon modeli aşağıda verilmiştir:

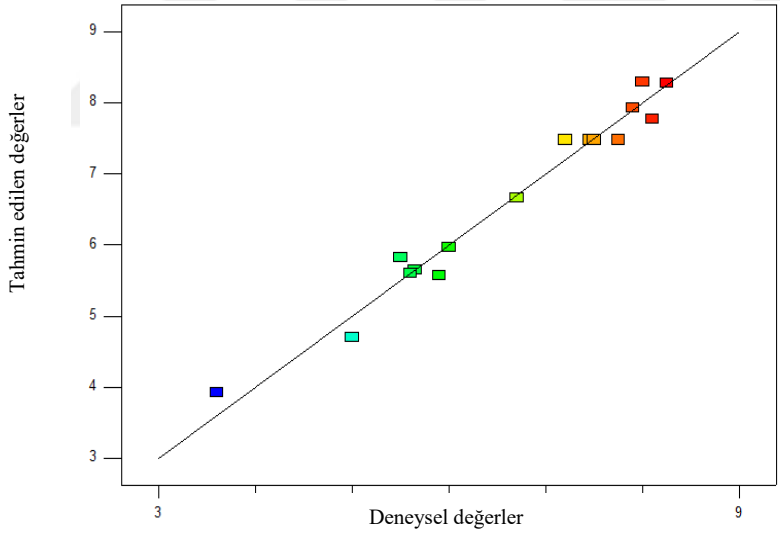
$$\textbf{Verim} = 7.48 + 0.90625B + 0.8875C - 1.1AB + 0.4375BC - 1.3525B^2 \quad (4.2)$$

Ekstraksiyon verimi ve asitlik üzerindeki en önemli etki ($p < 0.05$), tüm ultrason ekstraksiyon değişkenleri arasında ultrason sıcaklığı olarak tespit edilmiştir. Bunun tersine, ultrason süresi; verim ve asitlik üzerinde herhangi bir etki göstermemiştir ($p > 0.05$).

Ultrason sıcaklığı ve süresinin interaksiyon etkisi (AB) hem yağ verimi hem de yağ asitliği üzerinde istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Ultrason süresi ve malaksasyon süresinin interaksiyon etkisi (AC) verim ve serbest yağ asitliğinde önemsiz bulunurken ($p > 0.05$), ultrason sıcaklığı ve malaksasyon süresinin interaksiyon etkisi (BC) her iki yanıt için de istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$) (Tablo 4.14 ve Tablo 4.15).




**Şekil 4. 5**. Asitlik için beklenen değerler ile deneysel değerlerin kıyaslanması

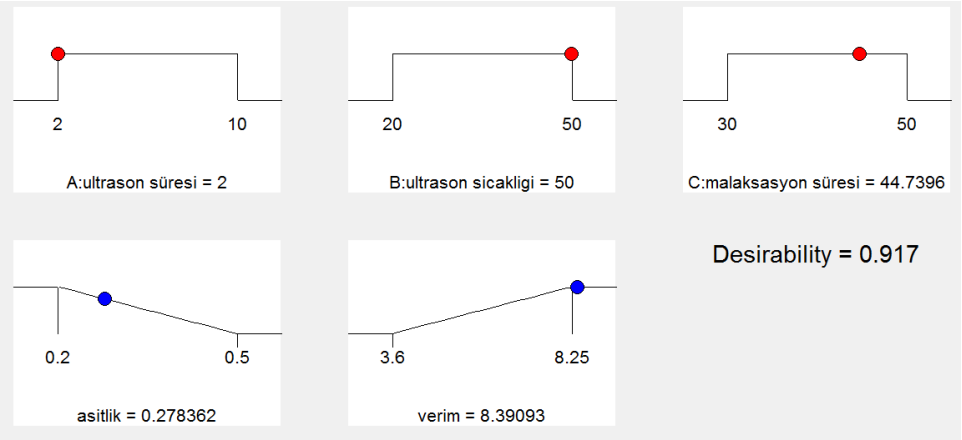



**Şekil 4. 6.** Verim için beklenen değerler ile gerçek değerlerin kıyaslanması

### 4.2.2. Ekstraksiyon İşleminin Optimizasyonu ve Modelin Validasyonu

Optimizasyon çalışmasının amacı bu tez kapsamında daha önce yapılan deneyler sonucu ekstraksiyon verimini ve kalitesini etkilediği bilinen ekstraksiyon değişkenlerini (ultrason süresi, sıcaklığı ve yoğurma süresi) en yüksek verimde ve

en düşük yağ asitliğinde zeytinyağı üretebilmek için optimize ederek yağ ekstraksiyonunu iyileştirmek olarak düşünülmüştür.




**Şekil 4. 7.** En yüksek istenebilirlikte bağımsız ve bağımlı değişkenler

Optimum koşullar altında modellerin güvenilirliğini doğrulamak için istenebilirlik seviyesi en yüksek 7 deneme deneysel olarak gerçekleştirilmiştir. Bu denemeler sonucu optimizasyon parametreleri olan asitlik ve verimleri hesaplanarak bulunan değerler ile modelin öngördüğü değerler arasındaki hata oranları karşılaştırılmıştır.

İstenebilirlik seviyesi 0.917 ile en yüksek olan optimizasyon koşulları 50°C de 2 dakika ultrason ve 44 dakika malaksasyonla elde edilen yağların verimi ve asiditesi deneysel olarak sırasıyla % 8.31 ve 0.31 g oleik asit/100 g zeytinyağı olarak bulunmuştur. Aynı ekstraksiyon parametrelerinde modele göre öngörülen değerler ise %8.39 yağ verimi ve 0.28 g oleik asit/100 g'dır. Sonuçların yakınlığı ve hata payının düşük olması, optimum çalışma koşulları altında tahmin edilen değerlerle deneysel değerlerin uyum içinde olduğunu göstermektedir.

Yüksek verim ve düşük asitlikte zeytinyağı eldesi için optimize edilen ultrason destekli yağ ekstraksiyonunun validasyonunda asitlik baz alındığında en düşük hata oranı (% 3.56) bir başka deyişle beklenen değerler ile deneysel değerlerin en yakın olduğu optimizasyon koşulları 50°C de 5 dakika ultrason ve 31 dakika malaksasyondur. Bu koşullar altında yağ verimi ve asitliği deneysel ve öngörülen değerler için sırasıyla % 7.41 ve 0.33 g oleik asit/100 g, %7.31 ve 0.35 g oleik asit/100 g dir. Bu koşullarda istenebilirlik seviyesi 0.743 olarak hesaplanmıştır.

Optimizasyon parametrelerinden verim baz alındığında ise en düşük hata oranının (% 0.39) bulunduğu optimizasyon koşulları 50°C de 3 dakika ultrason ve 45 dakika malaksasyondur. Bu koşullar altında yağ verimi ve asitliği deneysel ve öngörülen değerler için sırasıyla % 8.45 ve 0.33 g oleik asit/100 g, % 8.42 ve 0.30 g oleik asit/100 g dir. Bu koşullarda istenebilirlik seviyesi ise 0.872 olarak bulunmuştur.

Yağ verimi maksimizasyonu açısından bakıldığında 4. denemede yağ verimi oranı (% 9.02) en üst seviyede görünmektedir, yapılan deneme sonucu ise en yüksek yağ verimi bu koşullarda % 8.80 olarak hesaplanmıştır.

Asitlik minimizasyonu açısından bakıldığında ise deneysel olarak doğrulanan optimizasyon koşulları 30°C'de 2 dakika ultrason ve 46 dakika malaksasyondur. Bu koşullarda beklenen asitlik değeri 0.25 g oleik asit/100 g iken deneysel olarak asitlik 0.23 g oleik asit/100 g olarak tespit edilmiştir. Bu koşullarda yağ verimi diğer tüm koşullar arasında en düşük seviye ola %7.12 olarak bulunmuştur. Bu koşullarda serbest yağ asitliğinin en düşük seviyede hesaplanmış olmasının sebebi ekstraksiyonda minimum ultrason uygulama sıcaklığı ve süresinin uygulanmış olmasıdır. Bu koşullar altında istenebilirlik seviyesi ise 0.785 olarak öngörülmüştür.

Yapılan optimizasyon çalışmasında natürel sızma zeytinyağı üretiminde uygulanabilecek optimum ultrason sıcaklığı, süresi ve yoğurma sürelerinin hesaplandığı bu çalışmada en yüksek istenebilirlik seviyesine sahip nokta olan 50°C de 2 dakika ultrason ve 43 dakika ve sızma zeytinyağı kategorisinde deneysel olarak yağ veriminin en yüksek hesaplandığı nokta 50°C'de 3 dakika ultrason ve 45 dakika validasyon için yapılan deney sonuçlarına göre en başarılı 2 optimum koşul olarak ifade edilebilmektedir.

Tablo 4.18' de tüm denemeler için deneysel ve öngörülen değerler arasındaki hata oranlarının % 10'dan daha küçük olduğu görülmektedir. Bu sebeple, yanıt yüzey yöntemi ile bulunmuş regresyon modelleri ile zeytinyağının asitlik değeri ve veriminin herhangi bir ultrason süresi, ultrason sıcaklığı ve malaksasyon zamanı kombinasyonu için doğru bir şekilde tahmin edilebileceği kanıtlanmıştır.

**Tablo 4. 18.** Deneysel ve öngörülen değerler

| Ekstraksiyon koşulları | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Ultrason süresi (dak.)** | **Ultrason başlangıç sıcaklığı (°C)** | **Malaksasyon süresi (dak.)** | **İstenebilirlik** | **Öngörülen Verim (%)** | **Deneysel Verim (%)** | **Hata oranı (%)** | **Öngörülen Asitlik (g oleik asit/ 100 g yağ)** | **Deneysel Asitlik (g oleik asit/ 100 g yağ)** | **Hata Oranı (%)** |
| 2 | 50 | 44 | 0.917 | 8.39 | 8.31 | 0.95 | 0.28 | 0.31 | -8.71 |
| 3 | 50 | 45 | 0.872 | 8.42 | 8.45 | -0.39 | 0.30 | 0.33 | -8.48 |
| 2 | 43 | 45 | 0.824 | 8.42 | 7.87 | 6.95 | 0.31 | 0.29 | 5.52 |
| 2 | 50 | 50 | 0.796 | 9.04 | 8.80 | 2.70 | 0.35 | 0.38 | -7.63 |
| 2 | 30 | 46 | 0.785 | 6.98 | 7.12 | -1.97 | 0.25 | 0.23 | 7.83 |
| 5 | 50 | 31 | 0.743 | 7.31 | 7.41 | -1.38 | 0.35 | 0.33 | 3.56 |
| 8 | 50 | 22 | 0.701 | 7.15 | 7.20 | -0.71 | 0.43 | 0.41 | 5.12 |

### 4.2.3.Box-Behnken tasarım desenine göre yapılan deneylerde ultrason parametrelerinin yağların fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi

Box-Behnken tasarım yöntemine uygun olarak yapılan denemelerde ultrasonun yağların fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi Tablo 4.19' da verilmiştir. Tabloda merkez deneme olan 6 dak ultrason süresi, 35°C ultrason giriş sıcaklığı ve 40 dakika malaksasyon süresi de dahil olmak üzere her deneme için 3 tekerrür 2 paralelli çalışılmış ve 13 denemenin ortalamaları alınmıştır.

En yüksek yağ verimleri % 8.25 ve % 8.10 ile zeytin ezmelerinin sırasıyla 35°C'de 10 dakika ultrason ve 50 dakika malaksasyon uygulanan ve 35°C'de 2 dakika ultrason ve 50 dakika malaksasyon uygulanan denemeler sonucunda elde edilmiştir. Bu sonuç 50 dakika malaksasyonun, zeytin meyvelerinden mezokarp hücrelerinde hapsolmuş yağ damlacıklarının ayrılması için yeterli bir süre olduğunu göstermektedir. İstatistiksel analizlere göre uygulanan ultrason süresinin verim üzerinde etkisinin olmadığı sonucuna ulaşılmıştır ($p>0.05$ ).

Tüm denemeler arasında en düşük verim % 3.60 ile 20°C'de 2 dakika ultrason ve 40 dakika malaksasyon uygulanan yağlarda elde edilmiştir. Bu sonuçlar daha önceki çalışmalarda gözlemlenenlere benzerlik göstermektedir [14,30,65].

Clodoveo ve ark. [70], Coratina yağ veriminde 19 dakika ön ısıtma sonrası 4 dakika ultrason uyguladıkları örneklerinde % 0.70 ve 8 dakika ön ısıtma sonrası 8 dakika ultrasonik muameleye (35 kHz; 150 W) tabi tuttukları örneklerinde ise % 1.00'lik bir artış bildirmişlerdir. Her iki örnekte de ultrason sonrası 30°C de 30 dakika malaksasyon uygulamışlardır. Bu çalışmada ultrasonun etkisini daha net görebilmek adına ön ısıtma işlemi uygulanmamıştır.

Jimenez ve arkadaşları (2007), herhangi bir ultrason muamelesi olmaksızın ekstrakte edilen yağlara kıyasla sonikasyon işlemiyle (150 W ve 25 kHz) elde edilen 'Picual' zeytinyağlarının verimi arasında istatistiksel açıdan anlamlı bir artış olmadığını gözlemlemişlerdir [16].

Son yıllarda zeytinyağı ekstraksiyonunda verimin ve kalitenin artırılması amacıyla ultrason dışında vurgulu elektrik alan ve mikrodalga gibi ısıl olmayan

teknolojilerin kullanım olanakları araştırmacılar tarafından araştırılmaya başlanmıştır [18].

Puertolas ve Maranon (2015), vurgulu elektrik alan uygulaması ile desteklenmiş zeytinyağı ekstraksiyonunun yağın verimi, fizikokimyasal ve duyusal özellikleri üzerine etkilerini araştırdıkları çalışmalarında zeytin ezmelerine malaksasyon (24°C'de 60 dakika) sonrası vurgulu elektrik (2 kV/cm ve 65 J) uygulamışlardır. Araştırmacılar vurgulu elektrik alan uygulanmayan kontrol örneklerine (%20 verim) göre uygulanan örneklerin yağ verimlerinin % 22.06'ya yükseldiğini ve bunun istatistiksel olarak önemli bir artış ($p<0.05$) olduğunu belirtmişlerdir [23].

Clodoveo ve Hbaieb (2013), 'Ogliarola Barese' varyete zeytinlerinden farklı yöntemlerle zeytinyağı ekstrakte ettikleri araştırmalarında malaksasyon öncesi zeytin ezmeleri sıcaklığını 30°C'ye ulaştırmak amacıyla zeytin ezmelerine 3 farklı yöntem uygulamışlardır: geleneksel yöntem (35°C su banyosunda, 25 dakika), ultrason (150 W ve 35 kHz ultrason banyosunda 10 dakika) ile ve mikrodalga (800 W ve 3 dak.). Bu çalışmada örneklerin yarısı bu işlemler sonrası doğrudan santrifüje gönderilmişlerdir, diğer yarısı ise 30 dakika 30°C malaksasyona tabi tutulmuşlardır. Her iki ısıl olmayan teknolojinin de malaksasyonla beraber uygulandığında uygulanmayanlara kıyasla önemli oranda ekstraksiyon verimini artırdığını (% 1.0±0.1 den %5.4±0.3'e ) gözlemlemişlerdir [18].

Zeytinyağı ekstraksiyonunda verimi artırmak adına yeni teknolojilerin araştırıldığı çalışmalar haricinde yardımcı katkı maddelerinin (koadjuvan) kullanıldığı optimizasyon çalışmaları da yapılmıştır. Ben Brahim ve ark. (2015), yüksek kalitede ve verimde zeytinyağı ekstrakte edebilmek için farklı oranlarda $CaCO_3$ (% 0-2.5), farklı malaksasyon süresi (20-30 dak.) ve sıcaklıklarının (25-35°C) (bağımsız değişkenlerin) interaktif etkilerini değerlendirip optimize etmişlerdir [26]. Bu çalışma sonunda optimum koşullar 31°C malaksasyon sıcaklığı, 20 dakika malaksasyon süresi ve %1.6 $CaCO_3$ kullanımı olarak belirlenmiştir. Bu koşullarda yağ verimi % 2 oranında artarken yağın peroksit değeri ve birincil oksidasyon ürünlerinde minimal artış gözlemlenmesi haricinde diğer kalite özelliklerinde önemli bir değişim olmamıştır.

Tüm bu çalışmalar göz önüne alındığında, ekstraksiyon verimliliği üzerinde zeytin çeşidinin, ekstraksiyon yönteminin (konvansiyonel, ultrasonik veya mikrodalga yardımlı vb.) ve ekstraksiyon koşullarının (zaman, sıcaklık, ön ısıtma ve / veya koadjuvan kullanımı) önemli etkileri olduğu sonucuna varılabilir.

Çalışmada zeytin ezmelerine yağ verimini artırdığı bilinen ön ısıtma işlemi uygulanmamıştır, çünkü bu işlem verimi artırırken serbest yağ asidi içeriğini de artırabilmektedir.

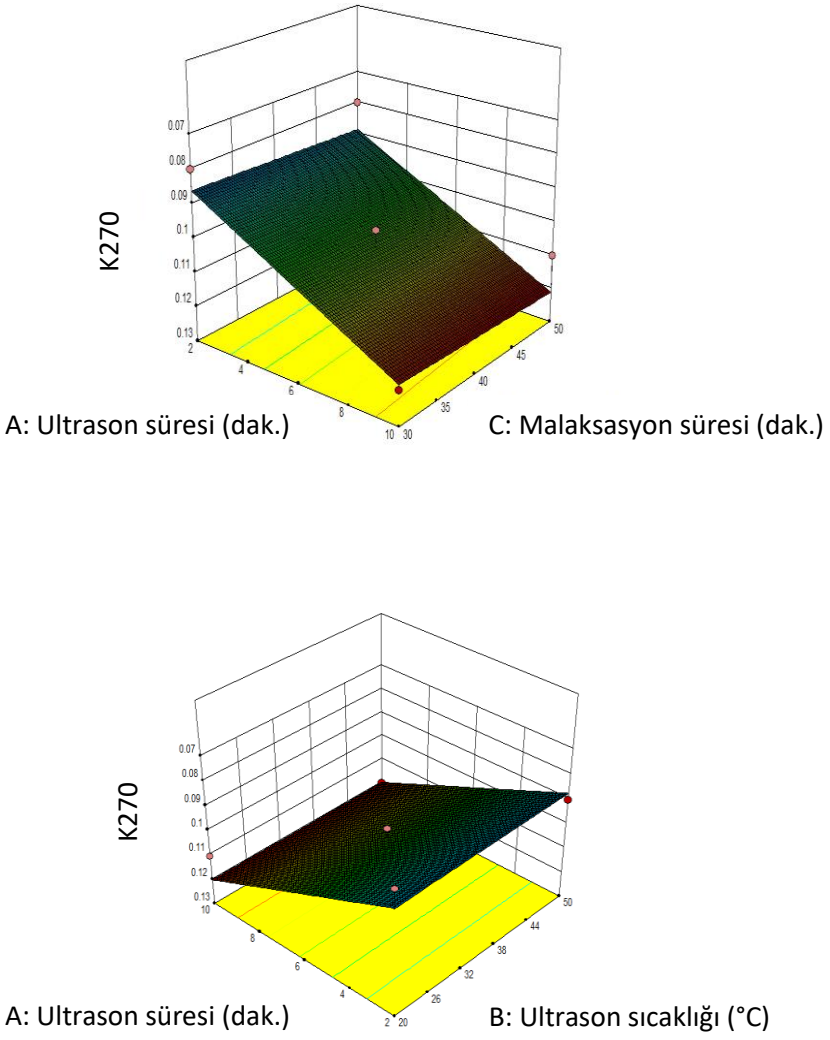
Çalışmada yağ asitliği değerleri % 0.20-0.50, peroksit değerleri 3.26 ila 7.33 mEq $O_2$ / kg yağ arasında değişmekte olup, tüm numunelerin peroksit değerleri uluslararası zeytinyağı konseyi ve Türk Gıda Kodeksi yemeklik yağlar tebliğine göre natürel sızma zeytinyağı için kabul edilebilir sınırı olan 20 mEq $O_2$/ kg ın altında bulunmuştur [35,38]. En yüksek sonikasyon sıcaklıklarına maruz bırakılan yağların peroksit değerleri, düşük ultrason sıcaklıklarında elde edilenlere nispeten daha yüksektir. Bulunan asitlik ve peroksit değerlerinin daha önceki çalışmalara göre daha yüksek değerlerde bulunmasının sebebi, bu çalışmada diğer çalışmalara göre daha yüksek sonikasyon sıcaklıkları ve daha uzun malaksasyon süreleri gibi farklı ekstraksiyon koşullarında çalışıldığından kaynaklanmaktadır [16,30,65,68].

**TABLO 4.19.** Ultrason uygulaması ve malaksasyon sürelerinin zeytinyağlarının fizikokimyasal özellikleri üzerine etkisi

| Ultrason süresi (dak.) | Ultrason giriş sıcaklığı(°C) | Malaksasyon süresi (dak.) | Peroksit değeri ( meq $O_2$ $kg^{-1}$ yağ) | Asitlik (g oleik asit/ 100 g yağ) | K232 | K270 | Toplam Klorofil (mg/kg) | Toplam Karotenoid (mg/kg) | Toplam Fenolik Madde (mg/kg) | Antioksidan aktivite (µmol TE) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 2 | 20 | 40 | 4.02±0.52$^{gh}$ | 0.32±0.06$^{bcde}$ | 1.353±0.003$^{ab}$ | 0.083±0.004$^{cd}$ | 3.65±0.18$^{e}$ | 2.87±0.21$^{c}$ | 82.64±4.65$^{abc}$ | 24.84±1.53$^{fg}$ |
| 2 | 35 | 30 | 4.25±0.27$^{fg}$ | 0.35±0.14$^{abcde}$ | 1.384±0.154$^{ab}$ | 0.076±0.010$^{d}$ | 3.86±0.11$^{e}$ | 3.02±0.12$^{c}$ | 84.68±3.63$^{ab}$ | 25.57±2.53$^{efg}$ |
| 2 | 35 | 50 | 3.26±0.15$^{h}$ | 0.46±0.07$^{ab}$ | 1.345±0.022$^{b}$ | 0.097±0.016$^{bcd}$ | 3.82±0.11$^{e}$ | 3.12±0.19$^{c}$ | 86.25±3.23$^{a}$ | 28.50±2.55$^{cdef}$ |
| 2 | 50 | 40 | 6.34±0.22$^{b}$ | 0.25±0.48$^{cde}$ | 1.362±0.010$^{ab}$ | 0.104±0.004$^{ab}$ | 3.92±0.14$^{e}$ | 3.04±0.12$^{c}$ | 88.41±7.34$^{a}$ | 38.72±2.26$^{a}$ |
| 6 | 20 | 30 | 6.11±0.43$^{bc}$ | 0.20±0.05$^{e}$ | 1.423±0.035$^{ab}$ | 0.120±0.001$^{a}$ | 7.14±0.30$^{d}$ | 4.85±0.36$^{ab}$ | 82.37±3.26$^{abc}$ | 30.54±1.30$^{bcd}$ |
| 6 | 20 | 50 | 6.00±0.24$^{bcd}$ | 0.33±0.03$^{bcde}$ | 1.452±0.075$^{a}$ | 0.113±0.010$^{ab}$ | 7.65±0.23$^{cd}$ | 5.12±0.20$^{a}$ | 81.24±3.50$^{abc}$ | 31.92±2.00$^{bc}$ |
| *6 | 35 | 40 | 4.70±0.28$^{efg}$ | 0.42±0.11$^{ab}$ | 1.421±0.097$^{ab}$ | 0.109±0.013$^{ab}$ | 8.52±0.13$^{a}$ | 4.89±0.32$^{ab}$ | 78.82±4.84$^{bc}$ | 30.46±2.15$^{bcd}$ |
| 6 | 50 | 30 | 6.00±0.42$^{bcd}$ | 0.50±0.13$^{a}$ | 1.453±0.074$^{a}$ | 0.109±0.013$^{ab}$ | 8.12±0.05$^{abc}$ | 4.62±0.20$^{b}$ | 77.24±1.58$^{cd}$ | 29.07±1.43$^{bcde}$ |
| 6 | 50 | 50 | 6.45±0.19$^{ab}$ | 0.38±0.04$^{abcd}$ | 1.449±0.034$^{a}$ | 0.103±0.002$^{abc}$ | 8.35±0.07$^{ab}$ | 4.76±0.36$^{ab}$ | 76.28±2.08$^{cd}$ | 27.56±1.47$^{defg}$ |
| 10 | 20 | 40 | 5.31±0.64$^{cde}$ | 0.22±0.03$^{de}$ | 1.356±0.029$^{ab}$ | 0.113±0.010$^{ab}$ | 7.89±0.28$^{bc}$ | 4.62±0.17$^{b}$ | 78.00±1.22$^{bcd}$ | 32.04±1.64$^{bc}$ |
| 10 | 35 | 30 | 5.15±0.61$^{def}$ | 0.43±0.10$^{ab}$ | 1.354±0.040$^{ab}$ | 0.120±0.001$^{a}$ | 7.74±0.16$^{c}$ | 4.85±0.26$^{ab}$ | 82.06±3.84$^{abc}$ | 37.63±3.17$^{a}$ |
| 10 | 35 | 50 | 4.17±0.58$^{gh}$ | 0.41±0.09$^{abc}$ | 1.375±0.071$^{ab}$ | 0.113±0.010$^{ab}$ | 7.85±0.73$^{bc}$ | 4.66±0.04$^{b}$ | 77.12±2.58$^{cd}$ | 32.76±1.60$^{b}$ |
| 10 | 50 | 40 | 7.33±0.80$^{a}$ | 0.45±0.08$^{ab}$ | 1.449±0.036$^{a}$ | 0.120±0.020$^{a}$ | 7.62±0.14$^{cd}$ | 3.12±0.22$^{c}$ | 70.81±2.40$^{d}$ | 24.25±2.05$^{g}$ |

*Veriler ortalama olarak verilmiş olup, ± standart sapmayı temsil etmektedir (n=6).Aynı sütundaki aynı harfler p>0.05 düzeyinde birbirinden farklı değildir.*
**Merkez denemede 3 tekerrürün ortalaması alınmıştır. Bu nedenle deneme sayısı 13 dür.*

K232, yağın birincil oksidasyonu ve çoklu doymamış yağ asitleri konjugasyonuyla ilgilidir. K270 ise yağların sekonder oksidasyon ürünleri ile ilgilidir ve aldehitler, ketonlar ve karbonil bileşiklerinin bir göstergesidir [2,16]. K232 ve K270 'deki (UV) soğurma değerleri sırasıyla 1.35 ila 1.45 ve 0.07 ila 0.12 arasında bulunmuştur. Asitlik değeri, peroksit değeri ve ultraviyole ışığında özgül absorbans değeri sonuçlarına göre, tüm yağ örnekleri, IOOC ve Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği' ne göre natürel sızma zeytinyağı olarak sınıflandırılmıştır [8]. Bunlar önceki araştırmacıların sundukları sonuçlara benzerlik göstermiştir, çünkü diğer araştırmacılar da ultrasonla elde edilen yağların sızma zeytinyağı olarak sınıflandırıldığını bildirmişlerdir [14,30,65].




Şekil 4. 8. K270 değeri için 3D yanıt yüzey grafikleri (a ve b)

Zeytin ezmelerine uygulanan farklı ultrason sıcaklık ve sürelerin bir sonucu olarak farklı ultrason parametrelerinin hem 270 nm hem de 232 nm'deki UV ışığında özgül absorbans değerleri üzerinde anlamlı farklara neden olduğu bulunmuştur ($p < 0.05$). Genel olarak, kalite parametreleri için, 2 dakikalık ultrasonla elde edilen zeytinyağlarının K232 ve K270 değerleri en düşük değerler olarak tespit edilmiştir.

Diğer kalite parametreleri için uygun bir model bulunamamasına rağmen, K270 için seçilen desenlerde lineer modelin öne çıkmasının sebebi bu modelin diğer modellere kıyasla, en küçük p değeri, en büyük öngörülen R-Kare ve en büyük F değerine sahip olmasıdır (Ek 40 ve Tablo 4.20).

**Tablo 4.20.** K270 Model Uyumluluğu

| Model | Model p-değeri | Uyum eksikliği p-değeri | Düzeltilmiş R-Kare | Öngörülen R-Kare | |
|---|---|---|---|---|---|
| Lineer | 0.0020 | 0.2771 | 0.5896 | 0.4257 | *Önerilen |
| 2FI | 0.7267 | 0.2013 | 0.5292 | 0.0028 | |
| Kuadratik | 0.2285 | 0.2346 | 0.6236 | -0.7290 | |
| Kübik | 0.2346 | | 0.7491 | | Aliased |

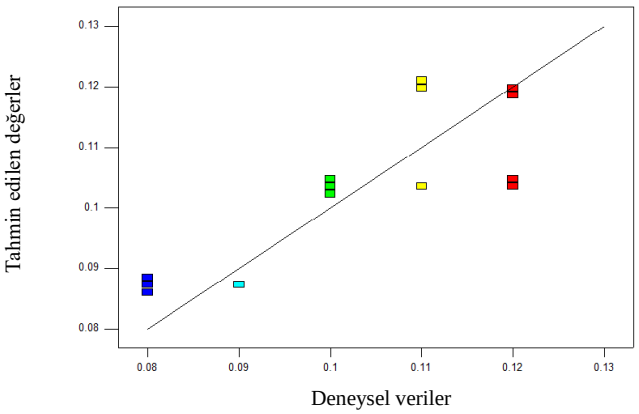
K270 UV ışığında özgül absorbans değeri için ultrason süresi (A), ultrason sıcaklığı (B) ve malaksasyon süresi (C)'ne bağlı olarak belirlenmiş lineer model denklemi aşağıda verilmiştir.

$$\boldsymbol{K270 = 0.074154 + (4.06250E - 003)A + (3.77983E - 0.19)B + (1.25E - 004)C}$$

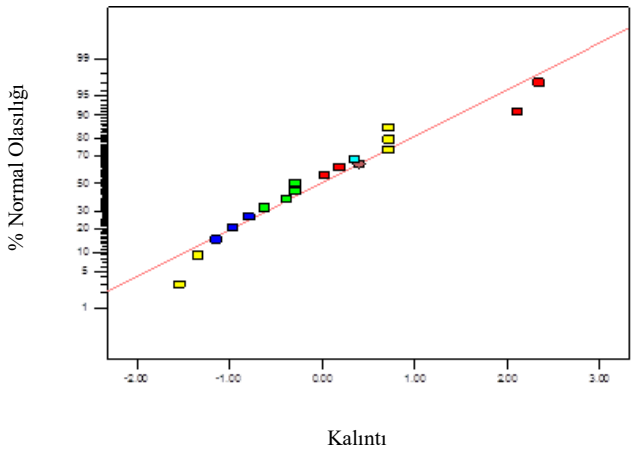
**(4.3)**

Tanılayıcı analizlerden beklenen ve gözlemlenen veriler Şekil 4.9'da verilmiştir. Tahmin edilen değerler ile deneysel verilerin $45^{o}$ açı oluşturacak nitelikte tam örtüşmediği ancak parametrelerin yanıt üzerine etkilerinin başarılı şekilde temsil edilebileceği görülmektedir (Şekil 4.9a). Normal dağılım grafiğine bakıldığında ise (Şekil 4.9b) kalıntıların normal dağılım gösterdiği bulunmuştur.

**a. Tahminlenen Gözlem**




**b. Normal dağılım-Kalıntı**




**Şekil 4. 9.** K 270 değeri için lineer modele ait diagnostik grafikler

Numunelerdeki toplam klorofil içeriği 3.65 mg/kg ile 8.52 mg/kg arasında ve toplam karotenoid içeriği ise 2.87 mg/kg ve 5.12 mg/kg arasında değişmektedir. Zeytin ezmelerine 2 dakika ultrason uygulandığında hem karotenoid hem de klorofil içeriği en düşükken, 6 dakika ultrasona maruz bırakılan örneklerde klorofil ve karotenoid içeriği en yüksektir (Tablo 4.18). Bununla birlikte, karotenoid ve klorofil içeriği, 6 dakikalık ultrasonla ekstrakte edilen yağlara kıyasla, 10 dakikalık sonikasyonla elde edilen yağlarda daha düşük bulunmuştur. Bu durumda, başlangıçta toplam klorofil ve karotenoid bileşiklerin kavitasyon nedeniyle maksimum bir değere yükseldiği ancak artan sonikasyon süresince sıcaklığın bu bileşiklerin azalmasına sebep olduğu düşünülmektedir.

Yağların en yüksek ve en düşük toplam fenol içeriği sırasıyla 254 ve 154 örnekler için 88.41 mg/kg ve 70.81 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Toplam fenol içeriği, zeytin ezmesine uygulanan ultrason süresi uzadıkça azalmıştır. Bu durum birçok enzimatik reaksiyonda kofaktör görevi gören ve enzimatik olmayan oksidasyonlarda ise yükseltici olan oksijen varlığıyla açıklanabilinir [7,15].

Zeytin ezmeleri ultrasona tabi tutulduğunda, oksidasyon için gerekli enzimler (polifenol oksidaz, peroksidaz) ve substratlar (fenoller) serbest kalmaktadır. 40°C'ye kadar yükseltilmiş sıcaklıkların fenolik bileşiklerin çözünürlüğünü arttırdığı, ancak aşırı yüksek sıcaklıkların (60°C) fenol bozunumuna neden olduğu kanıtlanmıştır [72,73]. Ultrasonun başlangıç sıcaklığının 50°C'ye ayarlandığı denemede zeytin ezmesinin sıcaklığı 10 dakika sonikasyon işleminden sonunda önemli derecede artmış ve 60°C'yi aşmıştır. Böylece fenol degradasyonuna bağlı olarak 154 nolu yani 50°C'de 10 dakika ultrason uygulanan örnekte fenolik bileşikler en düşük bulunmuştur. Önceki çalışmalarda bulunan fenolik madde miktarları ile bu çalışma arasındaki farklılıklar zeytinin olgunluk seviyesi, çeşidi, yetiştirildiği bölge, iklimsel farklılıklar ve ekstraksiyon yöntemi gibi birçok faktörden kaynaklanmaktadır.

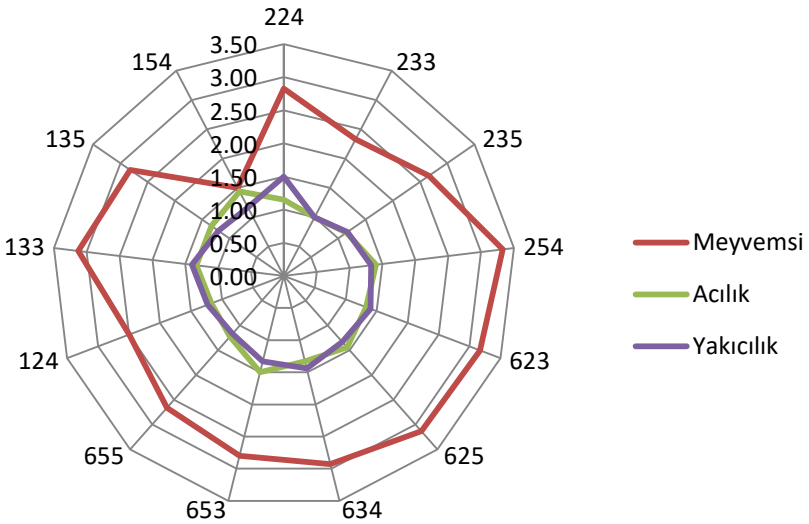
Çalışmada farklı parametrelerden ekstrakte edilen zeytinyağlarının antioksidan aktivitesi 24.25-38.72 μmol trolox eşdeğeri arasında değişmektedir. Zeytinyağlarının antioksidan aktiviteleri arasındaki bu fark, farklı ekstraksiyon evrelerinde elde edilen antioksidan özellikteki bileşiklerin miktarına bağlı olarak değişebilir. En yüksek ultrason sıcaklığında ($50^0$C) ve en yüksek malaksasyon süresinde (10 dakika) ultrasona tabi tutulan yağlar, yüksek peroksit değerine ve nispeten daha yüksek asiditeye sahip olmakla beraber en düşük fenolik içeriğe ve en düşük antioksidan aktiviteye sahip yağlardır. Ultrasonun yüksek sıcaklıklarda ve uzun süre uygulanmasının yağ kalitesi üzerinde olumsuz etkisi olduğu sonucuna varılabilir.

Yapılan optimizasyon çalışmasında peroksit değeri, antioksidan değeri, toplam klorofil miktarı, toplam karotenoid miktarı, toplam fenol miktarı ve K232 değeri hiçbir istatistiksel modele tam uyum sağlamamıştır. Ancak ultrason süresinin K232 değeri, toplam antioksidan madde, toplam fenolik madde ve toplam karotenoid

miktarı üzerine etkisi olduğu ve ultrason sıcaklığının ise peroksit sayısı, toplam antioksidan madde, toplam karotenoid miktarı üzerine etkisi öenmli bulunmuştur ($p<0.05$) (EK 44 – EK 49).

Şekil 4.10. ekstraksiyondan 6 ay sonra panelistler tarafından değerlendirilen zeytinyağlarının duyusal özelliklerini göstermektedir. Panelistler, kokmuş veya eski lezzet gibi hiç bir olumsuz duyusal özellik algılamamışlardır. Jimenez ve ark. (2007), zeytinyağı üretiminde ultrasonun yağın duyusal özellikleri ile ilgili herhangi bir kusura sebep olmadığını bulmuşlardır [16].

133 ve 254 olarak kodlanan yağlar diğer yağlardan daha meyvemsi olarak değerlendirilmiştir, ancak yağların keskinlik ve acılık özellikleri arasında önemli farklılıklar bulunmamıştır. 50°C 'de 10 dakika ultrason ve 40 dakika malaksasyonla (örnek: 154) elde edilen yağların meyvemsi özelliği en düşük değerlendirilmiştir. Ultrason ile elde edilen tüm zeytinyağları, 6 ay depolama sonrası natürel sızma kategorisine ait duyusal profiller göstermiştir. Bu nedenle, ultrasonun, yalnızca ekstraksiyon sonrası değil, aynı zamanda uzun süreli depolamadan sonra da yağın duyusal özellikleri üzerine olumlu etkisi olduğu sonucuna varılabilir.




**Şekil 4. 10.** 6 ay depolanan zeytinyağlarına ait duyusal değerlendirme sonuçları

# 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında Manisa'nın Akhisar ilçesinde yetiştirilmekte olan Edremit, Uslu ve Gemlik çeşidi ile Mersin'in Mut ilçesinde yetiştirilmekte olan Edremit çeşidi zeytinlerden elde edilen yağların verimi, antioksidan aktivitesi, fizikokimyasal ve duyusal özellikleri üzerine farklı ultrason uygulama sürelerinin etkisi araştırılmıştır. Bunların dışında zeytinyağının önemli bileşenlerinden fenolik maddeler, karotenoidler ve klorofiller ele alınmıştır. Ultrason uygulanarak elde edilen yağlar ile ultrason uygulanmadan elde edilen yağların, yukarıda sayılan özellikler ve oksidasyona dayanıklılık yönünden karşılaştırması yapılmış ve yağların duyusal özellikleri belirlenmiştir.

Bu tez kapsamında daha önce yapılan deneyler sonucu ekstraksiyon verimini ve kalitesini etkilediği belirlenen ekstraksiyon değişkenlerinin (ultrason süresi, ultrason başlangıç sıcaklığı ve yoğurma süresi) optimum değerleri en yüksek verimde ve en düşük yağ asitliğinde zeytinyağı üretebilmek için belirlenmiştir.

Elde edilen sonuçlar ve öneriler, aşağıda özet olarak verilmiştir:

1) Sıcaklık artışı en fazla Edremit türü zeytin ezmelerinde 12 dakika ultrason uygulanan örneklerde gözlenmiştir. Çalışmada tüm çeşitler için verim artışı zeytin ezmelerine 4 ve 8 dakika ultrason uygulandığında tespit edilmiştir.

2) Serbest asitlik, peroksit değeri, K232 ve K270 ile ilgili olarak, ultrasonla veya ultrasonsuz elde edilen tüm yağlar, Uluslarası Zeytinyağı Konseyi ve Türk Gıda Kodesi'ne göre "Natürel Sızma Zeytinyağı" olarak sınıflandırılmıştır. Bu durum, zeytin ezmelerinde ani sıcaklık artışına sebep olmasına rağmen ultrason işleminin zeytinyağlarının sınıflandırılmasında en önemli kalite parametreleri üzerinde olumsuz etki yaratmadığı sonucunu ortaya koymaktadır.

3) Zeytin ezmeleri 8 dakikaya kadar sonikasyona maruz bırakıldığında, herhangi bir ön ısıtma veya yardımcı madde gerekmeden, daha yüksek miktarlarda zeytinyağı özütlenebileceği bulunmuştur. Her 3 çeşit için de 12 dakika ultrason uygulanarak elde edilen zeytinyağlarına ait yağ verimi ve ekstraksiyon veriminin en düşük değerlerde olduğu gözlenirken, 8 dakika ultrason ile elde edilen yağların, yağ verimi, ekstraksiyon verimi, klorofil ve karotenoid içerikleri en yüksek değerlerde tespit edilmiştir. Bu durum, yağ ekstraksiyonunda yoğurma işleminin de ultrason işlemi kadar önemli bir parametre olduğunun ve zeytinden yağ ayrıştırılırken yoğurma işleminin optimum sürede uygulanması gerektiği sonucunu ortaya koymaktadır.

4) Sonikasyonun zeytin ezmelerinin antioksidan/oksidasyon dereceleri üzerinde olumsuz etkileri olmadığı ve ultrason uygulanan tüm örneklerin ultrason uygulanmamış örneklere göre duyusal özellikler bakımından daha fazla beğenildiği dikkat çekmiştir. Bu sonuç, ultrasonun uzun vadede de pozitif etkilere sebep olabileceğini düşündürmektedir. Bu çalışma sonucu elde edilen bulgular iyi değerlendirilmeli ve ultrasonun uzun vadede etkileri üzerine daha sağlıklı sonuçlar elde edebilmek amacıyla ultrason uygulanarak elde edilen yağların daha uzun sürelerde muhafaza edilerek değerlendirildiği benzer araştırmalar sürdürülmelidir.

5) Farklı bölgelerden temin edilen Edremit zeytinlerinden ekstrakte edilen zeytinyağlarına yapılan duyusal analizler kıyaslandığında, Akhisar bölgesine ait Edremit çeşidi zeytinlere 4 ve 8 dakika ultrason uygulandığında yağların meyvemsiliği ve acılığı en çok beğenilirken kontrol ve 12 dakika ultrason uygulanarak elde edilen yağların meyvemsilik ve acılık özellikleri daha az beğenilmiştir. Mut bölgesinden elde edilen zeytin çeşitlerine ultrason uygulandığında 254 (50 °C de 2 dakika ultrason ve 40 dakika malaksasyon) olarak kodlanan yağlar diğer yağlardan daha meyvemsi olarak değerlendirilirken, 50°C 'de 10 dakika ultrason ve 40 dakika malaksasyonla (örnek: 154) elde

edilen yağların meyvemsi özelliği en düşük değerlendirilmiştir. Her iki bölgeden elde edilen aynı çeşit zeytinlerde uzun süre ultrason uygulanan örnekler duyusal olarak daha az beğenilmiştir.

6) Zeytinyağlarında uygulanan ultrason işlem süresi arttıkça toplam fenolik maddelerin azaldığı gözlenmiştir. Bu durumun, meyvede doğal olarak bulunan enzimlerin (polifenol oksidaz, peroksidaz) uygun sıcaklıkta substratı (fenolleri) oksijen varlığında parçalaması sonucunda gerçekleştiği düşünülmektedir. Bunun önlenmesi için hem ultrason hem de yoğurma işlemlerinin kapalı sistemlerde ve çok yüksek olmayan sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi önerilmektedir.

7) Bu tezin en önemli çıktısı, daha kısa sürede, yüksek ekstraksiyon veriminde, kaliteli ve yüksek oranda antioksidan aktiviteye sahip sızma zeytinyağı elde edilebilecek ultrason destekli ekstraksiyon koşullarının belirlenmiş olmasıdır. Bu çalışmada, deneysel değerler ile öngörülen değerler arasındaki farkın önemsiz olduğu bulunmuştur. İkinci dereceden polinomiyal modellerden elde edilen veriler ve optimum ekstraksiyon koşulları deneysel olarak da doğrulanmıştır. Bu tez çalışması sonucu elde edilen verilerin hem zeytinyağı endüstrisi hem de bundan sonra bu alanda yapılacak akademik çalışmalar için önemli bir kaynak olacağı düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR


1. Ahmad-Qasem MH, Cánovas J, Barrajón-Catalán E, et al (2013) Kinetic and compositional study of phenolic extraction from olive leaves (var. Serrana) by using power ultrasound. Innov Food Sci Emerg Technol 17:120–129. doi: 10.1016/j.ifset.2012.11.008

2. Boskou D (2007) Olive oil, Chemistry and Technology. World Rev Nutr Diet. doi: 10.1159/000097916

3. Göğüş F, Özkaya MT, Ötleş S (2009) Zeytinyağı. Eflatun Yayınevi, Maltepe/ Ankara

4. Giorgio Bartolini and Raffaella Petrucelli (2002) Classification,origin, diffusion and history of olive. FAO, Rome

5. IOOC (2012) Intr roduction. In: Gen. Descr. Olive Growning Turkey. p 11

6. Olive I, Council OIL (2016) IOOC - Olive Oils. 1.

7. International Olive Oil Council (2011) Guide for the Determination of the characteristics of oil-olives. Int Olive Oil Counc 41.

8. International Olive Oil Council (2003) IOOC Trade Standard Applying to Olive Oils and Olive – Pomace Oils.COI/T.15.NC No 3/Rev. 1, 2003.

9. Gandul-Rojas B, Mínguez-Mosquera MI (1996) Chlorophyll and Carotenoid Composition in Virgin Olive Oils from Various Spanish Olive Varieties. J Sci Food Agric 72:31–39. doi: 10.1002/(SICI)1097-0010(199609)72:1<31::AID-JSFA619>3.0.CO;2-5

10. Therios IN (2009) Olives. Cab International, Thessaloniki-Greece

11. Saygın Gümüşkesen A (2010) Bitkisel Yağ Teknolojisi, 2nd ed. Asya Tıp Yayıncılık Ltd.Şti, İzmir

12. Bozdoğan Konuşkan D. (2008) Hatay' da yetiştirilen Halhali, Sarı Haşebi ve Gemlik zeytin çeşitlerinden çözücü ekstraksiyonuyla elde edilen yağların niteliklerinin belirlenmesi ve mekanik yöntemle elde edilen zeytinyağları ile karşılaştırılması. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi.

13. Özkan G (2012) Yardımcı katkı maddeleri kullanımının zeytinyağı verim ve kalite parametreleri üzerine etkisi (The effects of using co-adjuvants on yield and quality parameters of olive oil). 2012:32–45.

14. GóMez-Rico A, Inarejos-García AM, Salvador MD, Fregapane G (2009) Effect of malaxation conditions on phenol and volatile profiles in olive paste and the corresponding virgin olive oils (olea europaea L. Cv. cornicabra). J Agric Food Chem 57:3587–3595. doi: 10.1021/jf803505w

15. Montedoro G, Servili M (1992) Simple and hydrolyzable phenolic compounds in virgin olive oil. 1. Their extraction, separation, and quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC. J Agric Food Chem 40:1571–1576. doi: 10.1021/jf00021a019

16. Jiménez a., Beltrán G, Uceda M (2007) High-power ultrasound in olive paste pretreatment. Effect on process yield and virgin olive oil characteristics. Ultrason Sonochem 14:725–731. doi: 10.1016/j.ultsonch.2006.12.006

17. Angerosa F, Mostallino R, Basti C, Vito R (2001) Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. Food Chem 72:19–28. doi: 10.1016/S0308-8146(00)00194-1

18. Clodoveo ML, Hachicha Hbaieb R (2013) Beyond the traditional virgin olive oil extraction systems: Searching innovative and sustainable plant engineering solutions. Food Res Int 54:1926–1933. doi: 10.1016/j.foodres.2013.06.014

19. Clodoveo ML (2012) Malaxation: Influence on virgin olive oil quality. Past, present and future – An overview. Trends Food Sci Technol 25:13–23. doi: 10.1016/j.tifs.2011.11.004

20. Morales MT, Aparicio R (1999) Effect of extraction conditions on sensory quality of virgin olive oil. J Am Oil Chem Soc 76:295–300. doi: 10.1007/s11746-999-0234-9

21. Clodoveo ML, Durante V, La Notte D, et al (2013) Ultrasound-assisted extraction of virgin olive oil to improve the process efficiency. Eur J Lipid Sci Technol 115:1062–1069. doi: 10.1002/ejlt.201200426

22. Inarejos-García AM, Gómez-Rico A, Salvador MD, Fregapane G (2009) Influence of malaxation conditions on virgin olive oil yield, overall quality and composition. Eur Food Res Technol 228:671–677. doi: 10.1007/s00217-008-0977-9

23. Puértolas E, Martínez de Marañón I (2015) Olive oil pilot-production assisted by pulsed electric field: Impact on extraction yield, chemical parameters and sensory properties. Food Chem 167:497–502. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.07.029

24. Ranalli A, Pollastri L, Contento S, et al (2003) Effect of olive paste kneading process time on the overall quality of virgin olive oil. Eur J Lipid Sci Technol 105:57–67. doi: 10.1002/ejlt.200390018

25. Taticchi A, Esposto S, Veneziani G, et al (2013) The influence of the malaxation temperature on the activity of polyphenoloxidase and peroxidase and on the phenolic composition of virgin olive oil. Food Chem 136:975–983. doi: 10.1016/j.foodchem.2012.08.071

26. Ben Brahim S, Marrakchi F, Gargouri B, Bouaziz M (2015) Optimization of malaxing conditions using CaCO3 as a coadjuvant: A method to increase yield and quality of extra virgin olive oil cv. Chemlali. LWT - Food Sci Technol 63:243–252. doi: 10.1016/j.lwt.2015.03.013

27. Di Giovacchino L, Costantini N, Ferrante ML, Serraiocco a. (2002) Influence of malaxation time of olive paste on oil extraction yields and chemical and organoleptic characteristics of virgin olive oil obtained by a centrifugal decanter at water saving. Grasas y Aceites 53:179–186. doi: 10.3989/gya.2002.v53.i2.302

28. Franco MN, Galeano-Díaz T, López Ó, et al (2014) Phenolic compounds and antioxidant capacity of virgin olive oil. Food Chem 163:289–298. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.04.091

29. Stefanoudaki E, Koutsaftakis a., Harwood JL (2011) Influence of malaxation conditions on characteristic qualities of olive oil. Food Chem 127:1481–1486. doi: 10.1016/j.foodchem.2011.01.120

30. Abenoza M, Benito M, Saldaña G, et al (2013) Effects of Pulsed Electric Field on Yield Extraction and Quality of Olive Oil. Food Bioprocess Technol 6:1367–1373. doi: 10.1007/s11947-012-0817-6

31. Aguilera MP, Beltran G, Sanchez-Villasclaras S, et al (2010) Kneading olive paste from unripe “Picual” fruits: I. Effect on oil process yield. J Food Eng 97:533–538. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2009.11.013

32. Bejaoui MA, Beltrán G, Sánchez-Ortiz A, et al (2015) Continuous high power ultrasound treatment before malaxation, a laboratory scale approach: Effect on virgin olive oil quality criteria and yield. Eur J Lipid Sci Technol. doi: 10.1002/ejlt.201500020

33. Bejaoui MA, Beltran G, Aguilera MP, Jimenez A (2016) Continuous conditioning of olive paste by high power ultrasounds: Response surface methodology to predict temperature and its effect on oil yield and virgin olive oil characteristics. LWT - Food Sci Technol 69:175–184. doi: 10.1016/j.lwt.2016.01.048

34. Kıvrak M (2015) Zeytinyağı Üretim Teknolojisi-Ayrıştırma. 187.

35. Gunstone FD Vegetable Oils in Food Technology: composition, Properties and Uses, 2007th ed. Blackwell Publishing- CRC Press, USA

36. Espínola F, Moya M, Fernández DG, Castro E (2009) Improved extraction of virgin olive oil using calcium carbonate as coadjuvant extractant. J Food Eng 92:112–118. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2008.10.038

37. Turkish Food Codex (2010) Turkish Food Codex on Olive Oil and Olive-Pomace Oil.

38. Servili M, Selvaggini R, Taticchi A, et al (2003) Volatile Compounds and Phenolic Composition of Virgin Olive Oil: Optimization of Temperature and Time of Exposure of Olive Pastes to Air Contact during the Mechanical Extraction Process. J Agric Food Chem 51:7980–7988. doi: 10.1021/jf034804k

39. Yorulmaz A (2009) Türk zeytinyağlarının fenolik, sterol trigliserit yapılarının belirlenmesi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi.

40. Aydar AY (2012) Determination of Contact Angle of Olive oil and Canola Oil on a PTFE surface at Elevated Temperatures. doi: 10.1007/s13398-014-0173-7.2

41. Achat S, Tomao V, Madani K, et al (2012) Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. Ultrason Sonochem 19:777–786. doi: 10.1016/j.ultsonch.2011.12.006

42. Alter M, Gutfinger T (1982) Phospholipids in Several Vegetable Oils. Riv Ital delle Sostanze Grasse 59:14–18.

43. Beltrán G, Aguilera MP, Rio C Del, et al (2005) Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. Food Chem 89:207–215. doi: 10.1016/j.foodchem.2004.02.027

44. Dağdelen A, Tümen G, Özcan MM, Dündar E (2013) Phenolics profiles of olive fruits (Olea europaea L.) and oils from Ayvalık, Domat and Gemlik varieties at different ripening stages. Food Chem 136:41–45. doi: 10.1016/j.foodchem.2012.07.046

45. Salvador MD, Aranda F, Fregapane G (2001) Influence of fruit ripening on “Cornicabra” virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. Food Chem 73:45–53. doi: 10.1016/S0308-8146(00)00276-4

46. Erinç Hakan KM (2008) Zeytin yağı bileşiminin oksidatif stabiliteye etkisi. 1Ulusal Zeytin Öğrenci Kongresi 168–173.

47. Isabel Minguez-Mosquera M, Rejano-Navarro L, Gandul-Rojas B, et al (1991) Color-pigment correlation in virgin olive oil. J Am Oil Chem Soc 68:332–336. doi: 10.1007/BF02657688

48. Gianluca Veneziani BS, Agnese Taticchi, Sonia Esposto RS, Stefania Urbani IDM and MS (2016) Products from Olive Tree : Improvement of Olive Oil Mechanical Extraction: New Improvement of Olive Oil Mechanical Extraction: New Technologies, Process Efficiency, and Extra Virgin Olive Technologies, Process Efficiency, and Extra Virgin Olive. doi: 10.5772/64796

49. Pizarro ML, Becerra M, Sayago A, et al (2013) Comparison of Different Extraction Methods to Determine Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil. Food Anal Methods 6:123–132. doi: 10.1007/s12161-012-9420-8

50. Laleli Y (2006) Olive Oil & Health.

51. Awad TS, Moharram H a., Shaltout OE, et al (2012) Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. Food Res Int 48:410–427. doi: 10.1016/j.foodres.2012.05.004

52. Kadam SU, Tiwari BK, Álvarez C, O'Donnell CP (2015) Ultrasound applications for the extraction, identification and delivery of food proteins and bioactive peptides. Trends Food Sci Technol 46:60–67. doi: 10.1016/j.tifs.2015.07.012

53. Jahouach-Rabai W, Trabelsi M, Van Hoed V, et al (2008) Influence of bleaching by ultrasound on fatty acids and minor compounds of olive oil. Qualitative and quantitative analysis of volatile compounds (by SPME coupled to GC/MS). Ultrason Sonochem 15:590–597. doi: 10.1016/j.ultsonch.2007.06.007

54. Kumcuoglu S, Yilmaz T, Tavman S (2014) Ultrasound assisted extraction of lycopene from tomato processing wastes. J Food Sci Technol 51:4102–7. doi: 10.1007/s13197-013-0926-x

55. Samaram S, Mirhosseini H, Tan CP, Ghazali HM (2014) Ultrasound-assisted extraction and solvent extraction of papaya seed oil: Crystallization and thermal behavior, saturation degree, color and oxidative stability. Ind Crops Prod 52:702–708. doi: 10.1016/j.indcrop.2013.11.047

56. Baysal T, İçier F (2012) Gıda Mühendİslİğİnde Isıl Olmayan Teknolojİler. Nobel yayıncılık, Bornova, İzmir

57. Waves U (2002) Ultrasound waves.

58. O'Donnell CP, Tiwari BK, Bourke P, Cullen PJ (2010) Effect of ultrasonic processing on food enzymes of industrial importance. Trends Food Sci Technol 21:358–367. doi: 10.1016/j.tifs.2010.04.007

59. Dranca F, Oroian M (2015) Optimization of ultrasound-assisted extraction of total monomeric anthocyanin (TMA) and total phenolic content (TPC) from eggplant (Solanum melongena L.) peel. Ultrason Sonochem. doi: 10.1016/j.ultsonch.2015.11.008

60. Bermúdez-aguirre D, Mobbs T, Barbosa-cánovas G V (2011) Ultrasound Technologies for Food and Bioprocessing. doi: 10.1007/978-1-4419-7472-3

61. Roselló-Soto E, Galanakis CM, Brnčić M, et al (2015) Clean recovery of antioxidant compounds from plant foods, by-products and algae assisted by ultrasounds processing. Modeling approaches to optimize processing conditions. Trends Food Sci Technol 42:134–149. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.tifs.2015.01.002

62. Febrianto N a, Yang T a (2011) Producing high quality edible oil by using eco-friendly technology: A review. Adv J Food Sci Technol 3:317–326.

63. Riccardo Amirante AP (2016) Products from Olive Tree: Ultrasound in Olive Extraction. doi: 10.5772/64765

64. AOCS (2009) Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists'Society. Champaign

65. Şahin S, Şamli R (2013) Optimization of olive leaf extract obtained by ultrasound-assisted extraction with response surface methodology. Ultrason Sonochem 20:595–602. doi: 10.1016/j.ultsonch.2012.07.029

66. AOAC (2016) AOAC Official methods. AOAC Off. methods

67. Köseoğlu O, Sevim D, Kadiroğlu P (2016) Quality characteristics and antioxidant properties of Turkish monovarietal olive oils regarding stages of olive ripening. Food Chem 212:628–634. doi: 10.1016/j.foodchem.2016.06.027

68. Lavelli V (2002) Comparison of the antioxidant activities of extra virgin olive oils. J Agric Food Chem 50:7704–7708. doi: 10.1021/jf020749o

69. Sevim D, Tuncay O, Koseoglu O (2013) The Effect of Olive Leaf Addition on Antioxidant Content and Antioxidant Activity of "' Memecik '" Olive Oils at Two Maturity Stages. J Am Oil Chem Soc 90:1359–1369. doi: 10.1007/s11746-013-2282-4

70. Clodoveo ML, Durante V, La Notte D (2013) Working towards the development of innovative ultrasound equipment for the extraction of virgin olive oil. Ultrason Sonochem 20:1261–1270. doi: 10.1016/j.ultsonch.2013.02.001

71. Tompkins C, Perkins EG (1999) The evaluation of frying oils with the p-Anisidine value. J Am Oil Chem Soc 76:945–947. doi: 10.1007/s11746-999-0111-6

72. Samaram S, Mirhosseini H, Tan CP, et al (2015) Optimisation of ultrasound-assisted extraction of oil from papaya seed by response surface methodology: Oil recovery, radical scavenging antioxidant activity, and oxidation stability. Food Chem 172:7–17. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.08.068

73. Semb TN (2012) Analytical Methods for Determination of the Oxidative Status in Oils. Dep. Biotechnol.

74. Fiori F, Di Lecce G, Boselli E, et al (2014) Effects of olive paste fast preheating on the quality of extra virgin olive oil during storage. LWT - Food Sci Technol 58:511–518. doi: 10.1016/j.lwt.2014.03.021

75. İlyasoğlu H, Özçelik B (2011) Memecik Zeytinyağlarının Biyokimyasal Karakterizasyonu. Gıda 36(1):33–40.

76. Nergiz C, Ergönül PG (2009) Organic acid content and composition of the olive fruits during ripening and its relationship with oil and sugar. Sci Hortic (Amsterdam) 122:216–220. doi: 10.1016/j.scienta.2009.05.011

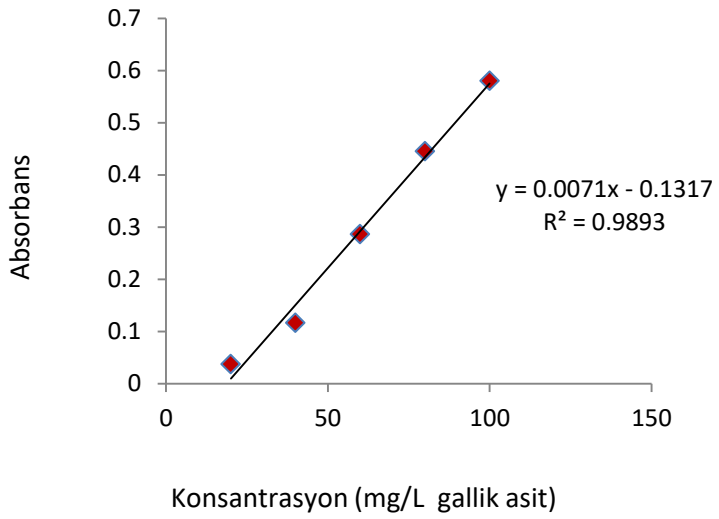
77. Franco MN, Galeano-Díaz T, López O, et al (2014) Phenolic compounds and antioxidant capacity of virgin olive oil. Food Chem 163:289–98. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.04.091

78. Jerman Klen T, Mozetič Vodopivec B (2012) Optimisation of olive oil phenol extraction conditions using a high-power probe ultrasonication. Food Chem 134:2481–2488. doi: 10.1016/j.foodchem.2012.04.096

79. Jerman T, Trebše P, Mozetič Vodopivec B (2010) Ultrasound-assisted solid liquid extraction (USLE) of olive fruit (Olea europaea) phenolic compounds. Food Chem 123:175–182. doi: 10.1016/j.foodchem.2010.04.006

# EKLER

## EK 1. Toplam fenol analizinde gallik asit kalibrasyon grafiği




## EK 2. Edremit çeşidi ham yağ verimine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 3.8532 | 1.2844 | 1.36 | 0.3236 |
| Hata | 8 | 7.5764 | 0.9470 | | |
| Toplam | 11 | 11.4296 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.337123 | 12.01191 | 0.973165 | 8.1016 |

## EK 3. Edremit çeşidi yağların ekstraksiyon verimine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 3.85 | 1.28 | 1.36 | 0.3236 |
| Hata | 8 | 7.58 | 0.95 | | |
| Toplam | 11 | 11.43 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.3372 | 12.01 | 0.9732 | 8.10 |

## EK 4 . Edremit yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0610 | 0.0203 | 174.85 | <0.0001 |
| Hata | 20 | 0.0023 | 0.0001 | | |
| Toplam | 23 | 0.0633 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9633 | 1.7592 | 0.0107 | 0.61 |

## EK5 . Edremit yağı p-anisidin değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0023 | 0.0007 | 1.08 | 0.3791 |
| Hata | 20 | 0.0142 | 0.0007 | | |
| Toplam | 23 | 0.0165 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.1396 | 1.0477 | 0.027 | 2.54 |

## EK 6. Edremit yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 2.8897 | 0.9632 | 276.95 | <0.0001 |
| Hata | 20 | 0.0695 | 0.0035 | | |
| Toplam | 23 | 2.9592 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9765 | 4.0088 | 0.0589 | 1.4711 |

## EK 7. Edremit yağı K270 değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0297 | 0.0099 | 634.97 | <0.0001 |
| Hata | 20 | 0.0003 | <0.0001 | | |
| Toplam | 23 | 0.0300 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9896 | 4.0427 | 0.0039 | 0.097 |

## EK 8. Edremit yağı toplam oksidasyon değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 8.1392 | 2.7131 | 832.66 | <0.0001 |
| Hata | 20 | 0.0651 | 0.0033 | | |
| Toplam | 23 | 8.2044 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9920 | 0.4656 | 0.057 | 12.26 |

## EK 9. Edremit yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 9.2577 | 3.085 | 3897.98 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 0.015 | 0.0007 | | |
| Toplam | 23 | | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9982 | 0.9707 | 3.085 | 2.90 |

## EK 10. Edremit yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 41.44 | 13.81 | 1669.45 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 0.16 | 0.008 | | |
| Toplam | 23 | 41.60 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9960 | 1.7376 | 0.0909 | 5.23 |

## EK 11. Edremit yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 4242.05 | 1414.01 | 4570 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 6.18 | 0.3093 | | |
| Toplam | 23 | 4248.23 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9985 | 0.9899 | 0.5562 | 56.18 |

## EK 12. Uslu yağı ham yağ verimine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 9.7713 | 3.2571 | 6.92 | 0.0130 |
| Hata | 8 | 3.7668 | 0.4708 | | |
| Toplam | 11 | 13.5382 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.7217 | 9.3233 | 0.6862 | 7.36 |

## EK 13. Uslu yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0639 | 0.0213 | 7.70 | 0.0013 |
| Hata | 20 | 0.0553 | 0.0028 | | |
| Toplam | 23 | 0.1192 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.5360 | 8.8375 | 0.0525 | 0.595 |

## EK 14. Uslu yağı peroksit değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.1500 | 0.050 | 0.36 | 0.7848 |
| Hata | 20 | 2.8033 | 0.140 | | |
| Toplam | 23 | 2.9533 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.0507 | 7.1768 | 0.3744 | 5.21 |

## EK 15. Uslu yağı p-anisidin değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0782 | 0.0260 | 1.68 | 0.2033 |
| Hata | 20 | 0.3103 | 0.0151 | | |
| Toplam | 23 | 0.3885 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.2012 | 23.6711 | 0.1245 | 0.52 |

## EK 16. Uslu yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0151 | 0.0050 | 7.14 | 0.0019 |
| Hata | 20 | 0.0141 | 0.0007 | | |
| Toplam | 23 | 0.0292 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.5171 | 1.8898 | 0.0265 | 1.41 |

## EK 17. Uslu yağı K270 değerine ait ANOVA Tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0027 | 0.0009 | 11.57 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 0.0016 | 0.00007 | | |
| Toplam | 23 | 0.0043 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.6344 | 9.9982 | 0.0088 | 0.09 |

## EK 18. Uslu yağı toplam oksidasyon değeri için ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.3449 | 0.1149 | 0.21 | 0.8848 |
| Hata | 20 | 10.6950 | 0.5347 | | |
| Toplam | 23 | 11.0399 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.0312 | 6.6723 | 0.7313 | 10.96 |

## EK 19. Uslu yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 14.3261 | 4.7754 | 91.70 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 1.0416 | 0.0520 | | |
| Toplam | 23 | 15.3677 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9322 | 7.018 | 0.2282 | 3.2516 |

## EK 20. Uslu yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 6.1718 | 2.0572 | 40.09 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 1.0059 | 0.050 | | |
| Toplam | 23 | 7.1778 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.8598 | 7.4571 | 0.2242 | 3.00 |

## EK 21. Uslu yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 1881.54 | 627.1812 | 248.74 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 50.43 | 2.5214 | | |
| Toplam | 23 | 1931.97 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9738 | 3.8493 | 1.5879 | 41.25 |

## EK 22. Gemlik yağı ham yağ verimine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 25.49 | 8.50 | 4.55 | 0.0385 |
| Hata | 8 | 14.95 | 1.87 | | |
| Toplam | 11 | 40.44 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.6303 | 11.1780 | 1.3672 | 12.2308 |

## EK 23. Gemlik yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0039 | 0.0013 | 0.25 | 0.8627 |
| Hata | 20 | 0.1058 | 0.0052 | | |
| Toplam | 23 | 0.1097 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.0356 | 15.85 | 0.0727 | 0.45 |

## EK 24. Gemlik yağı peroksit değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 5.2756 | 1.7585 | 39.07 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 0.9001 | 0.0450 | | |
| Toplam | 23 | 6.1757 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.8542 | 4.2743 | 0.2121 | 4.9633 |

## EK 25. Gemlik yağı p-anisidin değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0392 | 0.0130 | 7.06 | 0.0020 |
| Hata | 20 | 0.0371 | 0.0018 | | |
| Toplam | 23 | 0.0763 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.5143 | 8.1136 | 0.0430 | 0.53 |

## EK 26. Gemlik yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0325 | 0.0108 | 2.91 | 0.0597 |
| Hata | 20 | 0.0745 | 0.0037 | | |
| Toplam | 23 | 0.1070 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.3039 | 4.5509 | 0.0610 | 1.3412 |

## EK 27. Gemlik yağı K270 değerine ait ANOVA Tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 0.0007 | 0.0002 | 2.60 | 0.0806 |
| Hata | 20 | 0.0018 | 0.0000 | | |
| Toplam | 23 | 0.0025 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.2805 | 10.64 | 0.0096 | 0.09 |

## EK 28. Gemlik yağı toplam oksidasyon değeri için ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 22.3320 | 7.4440 | 40.13 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 3.7103 | 0.1855 | | |
| Toplam | 23 | 26.0423 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.8775 | 4.1187 | 0.4307 | 10.46 |

## EK 29. Gemlik yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 59.9683 | 19.9894 | 327.65 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 1.2201 | 0.0610 | | |
| Toplam | 23 | 61.1884 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9800 | 4.8948 | 0.2469 | 5.04 |

## EK 30. Gemlik yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 3.5021 | 1.1674 | 19.22 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 1.2150 | 0.0607 | | |
| Toplam | 23 | 4.7171 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.7424 | 25.2582 | 0.2464 | 0.98 |

## EK 31. Gemlik yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 3 | 2422.18 | 807.393 | 54.24 | 0.0001 |
| Hata | 20 | 297.69 | 14.885 | | |
| Toplam | 23 | 2719.87 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.8905 | 7.6521 | 3.8580 | 50.42 |

**EK 32. Optimizasyon Sınırları**

| Name | Amaç | Alt Sınır | Üst Sınır | Önem Ağırlığı |
|---|---|---|---|---|
| A:Ultrason süresi | Aralıkta | 2 | 10 | 3 |
| B:Ultrason sıcaklığı | Aralıkta | 20 | 50 | 3 |
| C:malaksasyon süresi | Aralıkta | 30 | 50 | 3 |
| Asitlik | Minimize | 0.2 | 0.5 | 2 |
| Verim | Maksimize | 3.6 | 8.25 | 5 |

**EK 33. Yağ Verimi için BBD Modelleri**

| Source | Sequential p-value | Lack of Fit p-value | Adjusted R-Squared | Predicted R-Squared | |
|---|---|---|---|---|---|
| Lineer | 0.0401 | 0.0012 | 0.3360 | -0.0147 | |
| 2FI | 0.1480 | 0.0017 | 0.4824 | -0.1858 | |
| Kuadratik | 0.0004 | 0.0705 | 0.9380 | 0.6448 | Suggested |
| Kübik | 0.0705 | | 0.9782 | | Aliased |

**Lack of Fit Tests**

| Source | Sum of Squares | df | Mean Square | F Value | p-value Prob > F | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Linear | 14.99 | 9 | 1.67 | 43.54 | 0.0012 | |
| 2FI | 8.93 | 6 | 1.49 | 38.89 | 0.0017 | |
| Quadratic | 0.61 | 3 | 0.20 | 5.30 | 0.0705 | Suggested |
| Cubic | 0.000 | 0 | | | | Aliased |
| Pure Error | 0.15 | 4 | 0.038 | | | |

**Model Summary Statistics**

| Source | Std. Dev. | R-Squared | Adjusted R-Squared | Predicted R-Squared | PRESS | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Linear | 1.08 | 0.4605 | 0.3360 | -0.0147 | 28.48 | |
| 2FI | 0.95 | 0.6765 | 0.4824 | -0.1858 | 33.28 | |
| Quadratic | 0.33 | 0.9729 | 0.9380 | 0.6448 | 9.97 | Suggested |
| Cubic | 0.20 | 0.9945 | 0.9782 | | + | Aliased |

**Ek 34. Yağ asitliği için BBD modelleri**

| Source | Sequential p-value | Lack of Fit p-value | Adjusted R-Squared | Predicted R-Squared | |
|---|---|---|---|---|---|
| Linear | 0.1876 | 0.0059 | 0.1378 | -0.3800 | |
| 2FI | 0.0618 | 0.0115 | 0.4446 | -0.4237 | |
| Quadratic | 0.0062 | 0.0996 | 0.8511 | 0.1842 | Suggested |
| Cubic | 0.0996 | | 0.9372 | | Aliased |

**Lack of Fit Tests**

| Source | Sum of Squares | df | Mean Square | F Value | p-value Prob > F | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Linear | 0.082 | 9 | 9.117E-003 | 19.40 | 0.0059 | |
| 2FI | 0.040 | 6 | 6.618E-003 | 14.08 | 0.0115 | |
| Quadratic | 5.925E-003 | 3 | 1.975E-003 | 4.20 | 0.0996 | Suggested |
| Cubic | 0.000 | 0 | | | | Aliased |
| Pure Error | 1.880E-003 | 4 | 4.700E-004 | | | |

**Model Summary Statistics**

| Source | Std. Dev. | R-Squared | Adjusted R-Squared | Predicted R-Squared | PRESS | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Linear | 0.080 | 0.2994 | 0.1378 | -0.3800 | 0.17 | |
| 2FI | 0.064 | 0.6529 | 0.4446 | -0.4237 | 0.17 | |
| Quadratic | 0.033 | 0.9349 | 0.8511 | 0.1842 | 0.098 | Suggested |
| Cubic | 0.022 | 0.9843 | 0.9372 | | + | Aliased |

## EK 35. BBD Edremit yağı toplam antioksidan miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 1424.60 | 118.72 | 28.37 | <0.0001 |
| Hata | 65 | 271.96 | 4.18 | | |
| Toplam | 77 | 1696.56 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.8397 | 6.7518 | 2.0454 | 30.29 |

## Ek 36. BBD Edremit yağı serbest yağ asitliğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 0.7100 | 0.0592 | 8.49 | <0.0001 |
| Hata | 65 | 0.4530 | 0.0070 | | |
| Toplam | 77 | 1.1630 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.6105 | 22.8866 | 0.0835 | 0.3647 |

## Ek 37. BBD Edremit yağı peroksit değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 100.37 | 8.36 | 39.70 | 0.001 |
| Hata | 65 | 13.69 | 0.21 | | |
| Toplam | 77 | 114.06 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.8799 | 8.6328 | 0.4590 | 5.31 |

## Ek 38. BBD Edremit yağı K232 değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 0.1446 | 0.012 | 4.75 | 0.001 |
| Hata | 65 | 0.1649 | 0.002 | | |
| Toplam | 77 | 0.3096 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.4611 | 3.60 | 0.05 | 1.3977 |

## EK 39. BBD Edremit yağı K270 değerine ait ANOVA Tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 0.013 | 0.0011 | 10.23 | 0.001 |
| Hata | 65 | 0.007 | 0.0007 | | |
| Toplam | 77 | 0.020 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.6538 | 9.9423 | 0.0105 | 0.105 |

## Ek 40. K270 Model Kareler Toplamı

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ortalama | 0.18 | 1 | 0.18 | | 0.18 | |
| Lineer | 2.125E-003 | 3 | 7.083E-004 | 8.66 | 2.125E-003 | *Önerilen |
| 2FI | 1.250E-004 | 3 | 4.167E-005 | 0.44 | 1.250E-004 | |
| Kuadratik | 4.132E-004 | 3 | 1.377E-004 | 1.84 | 4.132E-004 | |
| Kübik | 3.250E-004 | 3 | 1.083E-004 | 2.17 | 3.250E-004 | |
| Kalıntı | 2.000E-004 | 4 | 5.000E-005 | | 2.000E-004 | |
| Toplam | 0.19 | 17 | 0.011 | | 0.19 | |

## EK 41. BBD Edremit yağı toplam klorofil miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 282.68 | 23.55 | 339.86 | 0.0001 |
| Hata | 65 | 4.50 | 0.06 | | |
| Toplam | 77 | 287.18 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9843 | 3.9744 | 0.2633 | 6.6242 |

## EK 42. BBD Edremit yağı toplam karotenoid miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 58.77 | 4.8973 | 92.16 | <0.0001 |
| Hata | 65 | 3.45 | 0.0531 | | |
| Toplam | 77 | 62.22 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.9444 | 5.5974 | 0.2305 | 4.1183 |

## EK 43. BBD Edremit yağı toplam fenolik miktarına ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | p değeri |
|---|---|---|---|---|---|
| Model | 12 | 1602.02 | 133.50 | 9.60 | <0.0001 |
| Hata | 65 | 904.00 | 13.90 | | |
| Toplam | 77 | 2506.02 | | | |

| R kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE | Ortalama |
|---|---|---|---|
| 0.6393 | 4.6353 | 3.7293 | 80.45 |

## EK 44. Peroksit değerine ait modelin ANOVA tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 15.16 | 9 | 1.68 | 4.37 | 0.0323 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 2.09 | 1 | 2.09 | 5.43 | 0.0526 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 2.74 | 1 | 2.74 | 7.11 | 0.0322 | |
| C-malaksasyon süresi | 0.33 | 1 | 0.33 | 0.86 | 0.3840 | |
| AB | 0.023 | 1 | 0.023 | 0.058 | 0.8159 | |
| AC | 2.500E-005 | 1 | 2.500E-005 | 6.492E-005 | 0.9938 | |
| BC | 0.078 | 1 | 0.078 | 0.20 | 0.6655 | |
| A^2 | 0.83 | 1 | 0.83 | 2.15 | 0.1862 | |
| B^2 | 9.34 | 1 | 9.34 | 24.25 | 0.0017 | |
| C^2 | 0.012 | 1 | 0.012 | 0.031 | 0.8652 | |
| Kalıntı | 2.70 | 7 | 0.39 | | | |
| Lack of Fit | 2.69 | 3 | 0.90 | 3207.89 | < 0.0001 | Önemli |
| Saf Hata | 1.120E-003 | 4 | 2.800E-004 | | | |
| Toplam | 17.86 | 16 | | | | |

**EK 45. Toplam antioksidan değerine ait 2FI modelin ANOVA tablosu**

| **Varyasyon Kaynağı** | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 145.48 | 6 | 24.25 | 2.63 | 0.0847 | Önemsiz |
| A-ultrason süresi | 10.24 | 1 | 10.24 | 1.11 | 0.3165 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 8.450E-003 | 1 | 8.450E-003 | 9.178E-004 | 0.9764 | |
| C-malaksasyon süresi | 0.54 | 1 | 0.54 | 0.058 | 0.8143 | |
| AB | 117.40 | 1 | 117.40 | 12.75 | 0.0051 | |
| AC | 15.21 | 1 | 15.21 | 1.65 | 0.2276 | |
| BC | 2.09 | 1 | 2.09 | 0.23 | 0.6441 | |
| Kalıntı | 92.06 | 10 | 9.21 | | | |
| Lack of Fit | 92.06 | 6 | 15.34 | 19150.75 | < 0.0001 | Önemli |
| Saf Hata | 3.205E-003 | 4 | 8.012E-004 | | | |
| Toplam | 237.54 | 16 | | | | |

**EK 46. Toplam fenolik madde miktarına ait lineer modelin ANOVA tablosu**

| **Varyasyon Kaynağı** | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 163.28 | 3 | 54.43 | 5.88 | 0.0092 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 145.44 | 1 | 145.44 | 15.72 | 0.0016 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 15.24 | 1 | 15.24 | 1.65 | 0.2218 | |
| C-malaksasyon süresi | 2.61 | 1 | 2.61 | 0.28 | 0.6042 | |
| Kalıntı | 120.26 | 13 | 9.25 | | | |
| Lack of Fit | 120.20 | 9 | 13.36 | 814.33 | < 0.0001 | Önemli |
| Saf Hata | 0.066 | 4 | 0.016 | | | |
| Toplam | 283.54 | 16 | | | | |

**EK 47. Toplam karotenoid miktarına ait kuadratik modelin ANOVA tablosu**

| **Varyasyon Kaynağı** | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 11.24 | 9 | 1.25 | 20.49 | 0.0003 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 3.38 | 1 | 3.38 | 55.48 | 0.0001 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 0.46 | 1 | 0.46 | 7.56 | 0.0285 | |
| C-malaksasyon süresi | 0.013 | 1 | 0.013 | 0.21 | 0.6606 | |
| AB | 0.70 | 1 | 0.70 | 11.45 | 0.0117 | |
| AC | 0.021 | 1 | 0.021 | 0.35 | 0.5753 | |
| BC | 4.225E-003 | 1 | 4.225E-003 | 0.069 | 0.7999 | |
| Kalıntı | 6.09 | 1 | 6.09 | 99.90 | < 0.0001 | |
| Lack of Fit | 0.32 | 1 | 0.32 | 5.31 | 0.0546 | Önemli |
| Saf Hata | 0.21 | 1 | 0.21 | 3.43 | 0.1065 | |
| Toplam | 0.43 | 7 | 0.061 | | | |

**EK 48. Toplam klorofil miktarına ait kuadratik modelin ANOVA tablosu**

| **Varyasyon Kaynağı** | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 57.70 | 9 | 6.41 | 94.08 | < 0.0001 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 31.40 | 1 | 31.40 | 460.81 | < 0.0001 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 0.35 | 1 | 0.35 | 5.18 | 0.0570 | |
| C-malaksasyon süresi | 0.082 | 1 | 0.082 | 1.20 | 0.3089 | |
| AB | 0.073 | 1 | 0.073 | 1.07 | 0.3354 | |
| AC | 5.625E-003 | 1 | 5.625E-003 | 0.083 | 0.7822 | |
| BC | 0.020 | 1 | 0.020 | 0.29 | 0.6084 | |
| Kalıntı | 23.73 | 1 | 23.73 | 348.15 | < 0.0001 | |
| Lack of Fit | 0.60 | 1 | 0.60 | 8.75 | 0.0212 | Önemli |
| Saf Hata | 0.46 | 1 | 0.46 | 6.68 | 0.0363 | |
| Toplam | 0.48 | 7 | 0.068 | | | |

**EK 49. K232 değerine ait kuadratik modelin ANOVA tablosu**

| **Varyasyon Kaynağı** | Kareler toplamı | Serbestlik Derecesi | Kareler Ortalaması | F değeri | P değeri | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Model | 0.024 | 9 | 2.643E-003 | 3.77 | 0.0469 | Önemli |
| A-ultrason süresi | 3.125E-004 | 1 | 3.125E-004 | 0.45 | 0.5257 | |
| B-ultrason sıcaklığı | 2.113E-003 | 1 | 2.113E-003 | 3.01 | 0.1261 | |
| C-malaksasyon süresi | 5.000E-005 | 1 | 5.000E-005 | 0.071 | 0.7971 | |
| AB | 1.600E-003 | 1 | 1.600E-003 | 2.28 | 0.1745 | |
| AC | 2.500E-005 | 1 | 2.500E-005 | 0.036 | 0.8555 | |
| BC | 2.250E-004 | 1 | 2.250E-004 | 0.32 | 0.5886 | |
| A^2 | 0.017 | 1 | 0.017 | 24.61 | 0.0016 | |
| B^2 | 2.846E-003 | 1 | 2.846E-003 | 4.06 | 0.0837 | |
| C^2 | 9.474E-006 | 1 | 9.474E-006 | 0.014 | 0.9107 | |
| Kalıntı | 4.905E-003 | 7 | 7.007E-004 | | | |
| Lack of Fit | 4.225E-003 | 3 | 1.408E-003 | 8.28 | 0.0343 | Önemli |
| Saf Hata | 6.800E-004 | 4 | 1.700E-004 | | | |
| Toplam | 0.029 | 16 | | | | |

# ÖZGEÇMİŞ


Adı Soyadı : Alev Yüksel AYDAR

Doğum Yeri ve Yılı : Pınarbaşı/Kayseri, 07/12/1983

Medeni Hali : Evli

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : alevyuksel.aydar@cbu.edu.tr


**Eğitim Durumu**

Lise :ECA Elginkan Anadolu Lisesi, 2001
(Eski adı: Maltepe Süper Lisesi)

Lisans :Selçuk Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 2005

Yüksek Lisans :Kuzey Karolina Eyalet Üniversitesi, Gıda Bilimi Bölümü, 2012

Y.Lisans Yan dal :Kuzey Karolina Eyalet Üniversitesi, İstatistik Bölümü, 2012

**Mesleki Deneyim**

**2014-Halen:** Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği
Araştırma Görevlisi

**2013 – 2014** Manisa Celal Bayar Üniversitesi Akhisar Meslek Yüksek Okulu
Öğretim Görevlisi
Verilen ders: Zeytin İşleme Yöntemleri 1

**2011 - 2012** Kuzey Karolina Eyalet Üniversitesi (ABD)
Öğretim asistanı
Verilen ders: Gıda ve Biyoişlem Mühendisliği Prensipleri

**2007 - 2008** Aydar Zeytincilik ve Tarım Ürünleri Gıda San A.Ş (Manisa)
Üretim Mühendisi

**2005 – 2007** Pelit Pastacılık ve Çikolata San A.Ş. (İstanbul)
Üretimden Sorumlu Gıda Mühendisi
Kalite-Güvence Mühendisi
Ürün ve Proses Geliştirme Mühendisi

**Tezler:**

Yüksek Lisans Tezi: Determination of Contact Angle of Olive Oil and Canola Oil on a PTFE Surface at Elevated Temperatures. 2012. NCSU, ABD. Master Thesis. (Under the direction of Prof. Dr. Brian E. Farkas.)

Lisans Tezi: Meyve ve Sebzelerin Atık Maddelerinden Elde Edilen Doğal Antioksidanlar. 2005 Selçuk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü.

**Tamamlanmış Projeler:**

Bağdatlıoğlu N, Aydar, Alev Y., Öncü T. Zeytinyağı ekstraksiyonunda ultrason uygulamasının yağın verimi ve kalite özellikleri üzerine etkisi. 2017. Manisa Celal Bayar Üniversitesi. Proje No: 2015-105

**SCI ve SCI-Expanded tarafından taranan dergilerde yayınlanmış makaleler:**

**1.**Aydar Alev Y., Rodriguez- Martinez, Farkas Brian E. Determination and modelling of contact angle of Canola oil and olive oil on a PTFE surface at elevated temperatures using air or steam as a surrounding media. LWT- Food Science and Technology. Volume 65, January 2016, Pages 304-310. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2015.08.022

**2.** Aydar Alev Y., Bağdatlıoğlu N., Köseoğlu O. Determination the effect of ultrasound on olive oil extraction and optimization of ultrasound- assisted extraction of extra virgin olive oil by response surface methodology (RSM). Grasas y Aceites, 2017. In Press. http://dx.doi.org/10.3989/gya.1057162

**Ulusal Dergi Makaleleri**

**1.**Aydar, A.Y., Bağdatlıoğlu N. 2015. Yemeklik Yağların Yüzey Gerilimlerinin ve Temas Açılarının Belirlenmesinde Uygulanan Yöntemler. Akademik Gıda 12(1). 108-114

**Uluslararası Konferanslar ve Sempozyumlar İçin Kabul Edilen Bildiriler**

**1.** Aydar Alev Y. Determination of surface properties of vegetable oils at different temperatures. 2nd Traditional Foods From Adriatic to Caucasus. 24-26 September 2013. Ohrid-Macedonia (Poster Sunumu)

**2.** Aydar Alev Y., Aydar Ali O. Production and characteristics of olive and olive oils in Akhisar district of Turkey. 2nd Traditional Foods From Adriatic to Caucasus 2013. 24-26 September 2013. Ohrid-Macedonia (Poster Sunumu)

**3.** Aydar Alev Y.,Haluj: is a different variation of mantı 2nd Traditional Foods From Adriatic to Caucasus 2013. 24-26 September 2013. Ohrid-Macedonia (Poster Sunumu)

**4.** Aydar Alev Y., Yıldız Hasan. The Effects of Microwave Heating on Quality Characteristics of Oil Crops and Vegetable Oils. Food Studies Congress. 21-23 September 2014. Prato- Italy (Sözlü Sunum).

**5.** Aydar Alev Y., Çapan Gizem, Tepekule Hayriye, Yılmaz Tuncay, Obuz Ersel. IV. Kurutulmuş Siyah Zeytin Üretimi. Uluslararası Gıda Arge Proje Pazarı. 24 Mayıs 2016. İzmir (Poster Sunumu).

**6.** Yılmaz Tuncay, Aydar Alev Y. Phsically De-Bittered Dried Olive Production. Food Structure Design. 26-28.10.2016 Antalya (Poster Sunumu).

7. Aydar Alev Y. Effect of Ultrasound on Extraction Yield and Quality Characteristics of Extra Virgin Olive Oil. 108th AOCS Annual Meeting. April 30-May 3, 2017 Orlando, USA. (Sözlü Sunum).

**Ulusal Konferanslar ve Sempozyumlar İçin Kabul Edilen Bildiriler:**

**1.** Aydar Alev Y., Yıldız Hasan, Ergönül Pelin G. Zeytinyağı Üretiminde Ultrason Uygulamaları ve Kalite Özellikleri Üzerine Etkileri . 8.Gıda Mühendisleri Kongresi. Ankara 7-9 Kasım 2013.

**2.** Aydar Alev Y., Altın Elif, Boztaş Yıldız, Obuz Ersel. Sodyum Miktarı Azaltılmış Salamura Yeşil Zeytin Üretimi. 9. Gıda Mühendisleri Kongresi. Selçuk – İzmir, 12-14 Kasım 2015

**3.** Aydar Alev Y., Küçük Sinem, Tarhan Ayşe, Obuz Ersel. Sodyum Miktarı Azaltılmış Yuvarlama Siyah Zeytin Üretimi. 9.Gıda Mühendisleri Kongresi. Selçuk – İzmir, 12-14 Kasım 2015)