

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ELMA POSASINDAN PEKTİN EKSTRAKSİYONUNDA
İNFRARED DESTEKLİ MİKRODALGA YÖNTEMİNİN
KULLANIMI VE EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ
TAGUCHİ MATEMATİKSEL MODEL İLE
OPTİMİZASYONU**

**Hazırlayan
Mehmet HORZUM**

**Danışman
Prof. Dr. Mahmut DOĞAN**

Doktora Tezi

**Ağustos 2024
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ELMA POSASINDAN PEKTİN EKSTRAKSİYONUNDA
İNFRARED DESTEKLİ MİKRODALGA YÖNTEMİNİN
KULLANIMI VE EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ
TAGUCHİ MATEMATİKSEL MODEL İLE
OPTİMİZASYONU**

(Doktora Tezi)

**Hazırlayan
Mehmet HORZUM**

**Danışman
Prof. Dr. Mahmut DOĞAN**

**Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
tarafından FDK-2021-11272 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ağustos 2024
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Mehmet HORZUM

“Elma Posasından Pektin Ekstraksiyonunda İnfrared Destekli Mikrodalga Yönteminin Kullanımı ve Ekstraksiyon Koşullarının Taguchi Matematiksel Model ile Optimizasyonu” adlı Doktora tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Hazırlayan

Mehmet HORZUM

Danışman

Prof. Dr. Mahmut DOĞAN

Gıda Mühendisliği ABD Başkanı

Prof. Dr. Zülal KESMEN

TEŞEKKÜR

Bana meşakkatli ve sabır gerektiren doktora tez çalışmalarım süresince manevi bir baba şefkatiyle her türlü yardımı sağlayan ve fedakârlığını esirgemeyen, bu günlere gelmemde en büyük katkı payına sahip saygıdeğer kıymetli danışmanım Prof. Dr. Mahmut DOĞAN'a teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmama sağladıkları katkılardan dolayı, tez savunma jüri üyeleri; Prof. Dr. Hasan YALÇIN'a, Prof. Dr. Kemal SARIOĞLU'na, Doç. Dr. Mutlu ÇEVİK'e ve Doç. Dr. Serdal SABANCI'ya ayrıca teşekkür ederim.

Deneyisel çalışmalarımda yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Hamza ALAŞALVAR'a, Öğr. Gör. Dr. Kutlu ÇEVİK'e, Öğr. Gör. Dr. Ahmet Evren YETİMAN'a, Kimyager Bekir HÜROĞLU'na, Doktorant Serap BERKTAŞ'a, Gıda Yüksek Mühendisi Hafıza TANRISEVDİ'ye, tüm lisans ve lisans üstü laboratuvar çalışma arkadaşlarıma çok teşekkür ederim.

Erciyes Üniversitesi, Teknolojik Araştırma ve Uygulama Merkezi (TAUM) çalışanlarına özellikle yardımlarından dolayı Dr. Mehmet ÇADIR'a teşekkür ederim.

Elma posalarının temininde bize sağladıkları kolaylık için GÖKNUR Gıda Sanayi Ticaret A.Ş.'ye teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasına maddi destek veren (Proje No: FDK-2021-11272) Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeler Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederim. Öncelikli alanlarda doktora tez çalışmamı tamamlayabilmem için doktora süresince bana maddi burs imkânı sağlayan Yüksek Öğretim Kurumu'na teşekkür ederim.

Ayrıca, maddi ve manevi desteğini benden hiçbir vakit esirgemeyen saygıdeğer babam Süleyman HORZUM'a, sevgili annem ESMA HORZUM'a ellerinden öperek sonsuz teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Mehmet HORZUM

Ağustos 2024, KAYSERİ

ELMA POSASINDAN PEKTİN EKSTRAKSİYONUNDA İNFRARED DESTEKLİ MİKRODALGA YÖNTEMİNİN KULLANIMI VE EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ TAGUCHİ MATEMATİKSEL MODEL İLE OPTİMİZASYONU

Mehmet HORZUM

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Doktora Tezi, Ağustos 2024
Danışman: Prof. Dr. Mahmut DOĞAN

ÖZET

Elma posası (EP) global olarak büyük miktarlarda ortaya çıkan, içerdiği kıymetli bileşenler sebebiyle son derece önemli bir gıda sanayi yan ürünüdür. Bu çalışmada, önemli bir pektin kaynağı olan elma posasından farklı mikrodalga uygulamaları (infrared destekli mikrodalga (İDM) ve mikrodalga (M)) kullanılarak pektin ekstraksiyonu gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon koşulları Taguchi karışık tip L_{18} ($6^1 \times 3^4$) deney tasarımı ile optimize edilmiştir. Bunun için 5 faktör (mikrodalga gücü, asit çeşidi, pH, katı sıvı oranı, süre) ve 5 farklı yanıt (verim (%), dekstroz eşdeğerliği (%DE), toplam fenolik madde (TFM) (mg gallik asit eşdeğerliği (GAE)/g EP), ABTS (mg troloks eşdeğerliği (TE)/g EP), antioksidan aktivite (%AA)) kullanılmıştır. En yüksek pektin verimi (%18,22) infrared destekli mikro dalga yöntemiyle elde edilirken, yöntemin mikrodalga ve klasik yöntemle kıyasla pektin ekstraksiyon veriminin artmasında etkili olduğu belirlenmiştir. Elma pektinlerinin, galakturonik asit (GalA) içerikleri, monosakkarit kompozisyonları, homogalakturnan (HG) ve ramnogalakturnan-I (RG-I) oranları belirlenmiş ve FTIR, XRD, C NMR, H NMR, TGA SEM analizleriyle yapısal karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. En yüksek GalA (%65,35), HG (%61,62), su tutma kapasitesi (19,18 g/g) laktik asit kullanımıyla 360W mikrodalga gücü uygulamasını içeren pektin ekstraksiyonunda gözlemlenmiştir. Tüm elma pektini %2 (m/v) solüsyonları psödoplastik akış tipi ve viskoz özellikler göstermiştir. Aynı zamanda hazırlanmış elma pektini solüsyonlarının (20mg/mL) α -glukozidaz, pankreatik α -amilaz ve pankreatik lipaz enzimleri üzerine önemli derecede inhibisyon aktivitesi gösterdiği öne çıkmıştır.

Anahtar Kelimeler: İnfrared, mikrodalga, pektin, elma posası, Taguchi

**THE USE OF INFRARED-ASSISTED MICROWAVE METHOD IN THE
EXTRACTION OF PECTIN FROM APPLE POMACE AND OPTIMIZATION
OF EXTRACTION CONDITIONS USING THE TAGUCHI
MATHEMATICAL MODEL**

Mehmet HORZUM

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

PhD Thesis, August 2024

Supervisor: Prof. Dr. Mahmut DOĞAN

ABSTRACT

Apple pomace (AP) is crucial food industrial by-product due to its valuable components, which is produced in large amounts globally. In this study, pectin extraction was performed from apple pomace, an important pectin source, using different microwave (infrared assisted microwave (IAMW), microwave (MW)) applications. Extraction conditions were optimised by Taguchi mixed type L18 ($6^1 \times 3^4$) experimental design. For this, 5 factors (microwave power, acid type, pH, solid liquid ratio, time) and 5 different responses (yield (%), total phenolic content (TPC) (gallic acid equivalent (mgGAE)/g AP), ABTS (trolox equivalent (mgTE)/g AP), antioxidant capacity (%AA), dextrose equivalent (%DE)) were used. It was observed that the infrared assisted microwave method showed better results on pectin yield compared to microwave method and conventional method. Also, the highest pectin yield (18,22%) was observed in pectin extraction which included the 360W infrared assisted microwave power applied with citric acid. The GalA contents, monosaccharide compositions, homogalacturonan (HG) and rhamnogalacturonan-I (RG-I) of apple pectins were identified and structural characterisation was analysed by FTIR, XRD, C NMR, H NMR, TGA, SEM. On the other hand, the highest GalA content (65,35%), HG (61,62%), water holding capacity (19,18 g/g) was observed in pectin extraction which included the 360W microwave power applied with lactic acid. All apple pectin 2% (m/v) solutions showed pseudoplastic flow characteristic and viscous properties. Furthermore, solutions of apple pectins (20 mg/mL) showed excellent inhibition activity on α -glucosidase, pancreatic α -amylase and pancreatic lipase enzymes.

Keywords: Infrared, microwave, pectin, apple pomace, Taguchi

İÇİNDEKİLER

ELMA POSASINDAN PEKTİN EKSTRAKSİYONUNDA İNFRARED DESTEKLİ MİKRODALGA YÖNTEMİNİN KULLANIMI VE EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ TAGUCHİ MATEMATİKSEL MODEL İLE OPTİMİZASYONU

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK.....	iii
KABUL VE ONAY	iv
TEŞEKKÜR.....	v
ÖZET.....	vi
ABSTRACT.....	vii
İÇİNDEKİLER	viii
KISALTMALAR	xii
TABLolar LİSTESİ.....	xiv
ŞEKİLLER LİSTESİ	xix
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER ve LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Problem Durumu	3
1.2. Araştırmanın Amacı	4
1.3. Araştırmanın Önemi.....	5
1.4. Elma Posası.....	6
1.5. Elma Posasının Bileşimi	7
1.6. Pektinin Yapısı ve Kimyasal Özellikleri	9
1.7. Pektinin Fonksiyonel Özellikleri ve Kullanım Alanları	16
1.8. Pektinin İnsan Sağlığı Üzerine Etkileri.....	19
1.9. Pektin Ekstraksiyon Yöntemleri.....	21
1.9.1. Geleneksel yöntem ile pektin ekstraksiyonu	22
1.9.2. Mikrodalga yöntemiyle pektin ekstraksiyonu	23
1.9.3. Ultrases yöntemiyle pektin ekstraksiyonu	25

1.9.4. Elektrik alan temelli yöntemler ile pektin ekstraksiyonu.....	27
1.9.5. Mekanik alan tabanlı yöntemler ile pektin ekstraksiyonu	28
1.9.6. Subkritik su ekstraksiyon yöntemiyle pektin ekstraksiyonu	29
1.9.7. Enzim destekli pektin ekstraksiyon	29
1.10. Pektin Ekstraksiyonu ile İlgili Yapılan Çalışmalar	30
1.11. Taguchi Yöntemi	37

2. BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal.....	39
2.1.1. Elma Posası	39
2.2. Yöntem	40
2.2.1. İnfrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemi uygulamaları ile pektin ekstraksiyonu	40
2.2.2. Klasik yöntem ile pektin ekstraksiyonu	42
2.2.3. Optimizasyon yöntemi	43
2.3. Analizler	45
2.3.1. Pektin ekstraktlarının analizleri	45
2.3.1.1. Toplam fenolik madde analizi	45
2.3.1.2. ABTS ile antioksidan kapasite analizi	45
2.3.1.3. β -karoten ağartma testi ile antioksidan aktivite analizi	46
2.3.1.4. DPPH ile antioksidan kapasite analizi	47
2.3.1.5. Toplam flavonoid miktarı analizi	47
2.3.2. Toz pektin örneklerinin analizleri	48
2.3.2.1. Dekstroz eşdeğerliği (DE) analizi.....	48
2.3.2.2. Galakturonik asit tayini.....	48
2.3.2.3. Verim, nem ve su aktivitesi analizleri.....	49
2.3.2.4. Protein analizi	50
2.3.2.5. HPLC-DAD ile pektik monosakkaritlerin belirlenmesi analizi	51
2.3.2.6. Su ve yağ tutma analizi	52
2.3.2.7. Renk analizleri.....	53
2.3.2.8. FT-IR analizi.....	53
2.3.2.9. XRD Analizi	53
2.3.2.10. Termal gravimetrik analiz (TGA)	53

2.3.2.11. ^{13}C ve ^1H nükleik manyetik rezonans (NMR) analizi	53
2.3.2.12. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi	54
2.3.2.13. Reolojik analizler.....	54
2.3.2.13. α -Glukozidaz inhibisyon analizi.....	55
2.3.2.14. Pankreatik lipaz inhibisyon analizi	55
2.3.2.15. Pankreatik α -amilaz inhibisyon analizi.....	56
2.3.2.16. İstatistiksel analiz	56

3. BÖLÜM

BULGULAR ve TARTIŞMA

3.1. Optimizasyon Bulgularının Değerlendirilmesi.....	57
3.1.1. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemlerinin kullanıldığı optimizasyon bulguları	57
3.1.1.1. Pektin verimi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	57
3.1.1.2. Pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde sonuçlarının değerlendirilmesi	61
3.1.1.3. Troloks eşdeğeri antioksidan bileşen analizi sonuçlarının değerlendirilmesi	66
3.1.1.4. Antioksidan aktivite (%AA) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi	70
3.1.1.5. Dekstroz eşdeğerliği (DE) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi...	75
3.1.2. Farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının kullanıldığı optimizasyon bulguları	79
3.1.2.1. Pektin verim sonuçlarının değerlendirilmesi.....	79
3.1.2.2. Pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde sonuçlarının değerlendirilmesi	84
3.1.2.3. Troloks eşdeğeri antioksidan bileşen analizi sonuçlarının değerlendirilmesi	88
3.1.2.4. Antioksidan aktivite (%AA) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi	93
3.1.2.5. Dekstroz eşdeğerliği (DE) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi...	97
3.1.3. Elma posasından pektin eldesinde genel üretim noktalarının belirlenmesi ve doğrulama deneyleri.....	102

3.1.3.1. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının kullanıldığı optimizasyonda genel optimum noktanın belirlenmesi.....	102
3.1.3.2. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının kullanıldığı optimizasyon için genel optimum noktanın belirlenmesi.....	104
3.2. Pektin Ekstraktlarının Biyoaktif Bileşenlerine Ait Analiz Bulguları	106
3.3. Pektin Örneklerinin Fizikokimyasal Özelliklerine Ait Analiz Bulguları	111
3.4. Pektin Örneklerinin Yapısal Karakterizasyon Analiz Bulguları	135
3.4.1. Pektin örneklerinin FTIR analizi bulguları.....	135
3.4.2. Pektin örneklerinin x-ışını difraktometresi (XRD) bulguları	142
3.4.3. Pektin örneklerinin termogravimetrik analiz bulguları.....	144
3.4.4. Pektin örneklerinin ¹³ C NMR analizi bulguları	149
3.4.5. Pektin örneklerinin ¹ H NMR analizi bulguları	152
3.4.6. Pektin örneklerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi bulguları	155
3.5. Pektin Örneklerinin Reolojik Analiz Bulguları	160
3.6. Enzim İnhibisyonu Bulguları.....	167
3.6.1. α -Glukozidaz inhibisyonu bulguları	167
3.6.2. Pankreatik lipaz inhibisyonu bulguları.....	168
3.6.3. Pankreatik α -amilaz inhibisyon bulguları	171

4.BÖLÜM

SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Sonuç	174
KAYNAKÇA	177
ÖZGEÇMİŞ.....	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.

KISALTMALAR

μL	: Mikrolitre
AA	: Antioksidan Aktivite
ABTS	: 2,2'-Azino-Bis (3-Ethylbenzothiazoline-6-Sulfonic Acid)
Cm	: Santimetre
DE	: Dekstroz eşdeğerliği
dk	: dakika
DMP	: Düşük Metoksilli Pektin
DPPH	: 2,2-Difenil-1-Pikrilhidrazil
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
FAO	: Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü
FTIR	: Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi
GAE	: Gallik asit eşdeğeri
GHz	: Giga Hertz
HG	: Homogalakturnan
kDa	: Kilo Dalton
kg	: Kilogram
kHz	: Kilo Hertz
kV	: Kilo Volt
mg	: Miligram
MHz	: Mega Hertz
mL	: Mililitre
mM	:Milimolar
mPa	: Mega paskal
NMR	: Nükleik Manyetik Rezonans
RG	: Ramnogalakturnan
s	: Saniye
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SNR	: Sinyal Gürültü Oranı
TE	: Troloks Eşdeğeri
TGA	: Termal Gravimetrik Analiz

V	: Volt
W	: Watt
XG	: Ksilogalakuronan
XRD	: X Işıını Difraktomeresi
YMP	: Yüksek Metoksilli Pektin



TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1. 1.	Elma posasının yaklaşık bileşimi (Kuru maddede)	8
Tablo 1. 2.	Ticari üretilen pektin kaynakları	9
Tablo 2. 1.	Taguchi matematiksel modelleme karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney tasarımı	44
Tablo 3. 1.	Farklı inorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elma pektin verimi (%) sonuçları.....	58
Tablo 3. 2.	İnorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) SNR için ANOVA sonuçları	59
Tablo 3. 3.	İnorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verim (%) ortalamalar için ANOVA sonuçları.....	59
Tablo 3. 4.	Farklı inorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elma pektini ekstralarına ait toplam fenolik madde (mg GAE/g EP) sonuçları.....	62
Tablo 3. 5.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde (mg GAE/g EP) bileşimine ait SNR için ANOVA sonuçları	63
Tablo 3. 6.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarının TFM (mg GAE/g EP) bileşimine ait ortalamalar için ANOVA sonuçları	64
Tablo 3. 7.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elde edilen elma pektini ekstralarına ait ABTS (mg TE/g EP) sonuçları	67
Tablo 3. 8.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin	

	ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) cinsinden antioksidan madde miktarına ait SNR için ANOVA sonuçları.....	68
Tablo 3. 9.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) cinsinden antioksidan madde miktarına ait ortalamalar için ANOVA sonuçları	68
Tablo 3. 10.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analiz sonuçları.....	71
Tablo 3. 11.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının β -karoten ağartma (%AA) analizinde SNR için ANOVA sonuçları.....	72
Tablo 3. 12.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda β -karoten ağartma (%AA) ortalamalar için ANOVA sonuçları.....	73
Tablo 3. 13.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseninde pektin örneklerine ait dekstroz eşdeğerliği (DE) analiz sonuçları.....	76
Tablo 3. 14.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin örneklerine ait DE (%) analizinde SNR için ANOVA sonuçları.....	77
Tablo 3. 15.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin DE (%) değeri ortalamalar için ANOVA sonuçları.....	77
Tablo 3. 16.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elma pektini verim (%) sonuçları.....	80
Tablo 3. 17.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) SNR için ANOVA sonuçları.....	81

Tablo 3. 18.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) ortalamalar için ANOVA sonuçları.....	82
Tablo 3. 19.	Farklı inorganik asitler ile farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elde edilen elma pektini ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) sonuçları.....	85
Tablo 3. 20.	Farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) SNR oranları için ANOVA sonuçları.....	86
Tablo 3. 21.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g) ortalamaları için ANOVA sonuçları	87
Tablo 3. 22.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elde edilen elma pektini ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) sonuçları	89
Tablo 3. 23.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mgTE/gEP) değerlerine ait SNR oranları için ANOVA sonuçları.....	90
Tablo 3. 24.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mgTE/gEP) değerlerine ait ortalamalar için ANOVA sonuçları.....	91
Tablo 3. 25.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseninde ve pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analiz sonuçları	94
Tablo 3. 26.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının β -karoten ağartma (%AA) analizinde SNR için ANOVA sonuçları	95
Tablo 3. 27.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının β -karoten ağartma (%AA) analizinde ortalamalar için ANOVA sonuçları	95

Tablo 3. 28.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseninde pektin örneklerine ait dekstroz eşdeğerliği DE (%) analiz sonuçları	98
Tablo 3. 29.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin örneklerine ait DE (%) değerlerinde SNR için ANOVA sonuçları	99
Tablo 3. 30.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin örneklerine ait DE (%) ortalamaları için ANOVA sonuçları.....	100
Tablo 3. 31.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında pektin üretimi genel optimum nokta belirlenmesi.....	103
Tablo 3. 32.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının bulunduğu optimizasyon için doğrulama deneyi sonuçları	104
Tablo 3. 33.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamaları için pektin üretimi genel optimum nokta belirlenmesi....	105
Tablo 3. 34.	Farklı organik asitler ve ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının bulunduğu optimizasyon için doğrulama deneyi sonuçları.....	106
Tablo 3. 35.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşen madde miktarı analizi sonuçları	107
Tablo 3. 36.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşen madde miktarı analizi sonuçları	108
Tablo 3. 37.	Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin fizikokimyasal özellikleri.....	112

Tablo 3. 38.	Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin fizikokimyasal özellikleri.....	115
Tablo 3. 39.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin yatışkın ve dinamik faz reolojik ölçüm değerleri.....	161
Tablo 3. 40.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin yatışkın ve dinamik faz reolojik ölçüm değerleri.....	164



ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1. 1.	Elma işleme endüstrisi ve elma posası üretimi.....	7
Şekil 1. 2.	Bitki Hücre Duvarı Bileşenleri.....	10
Şekil 1. 3.	Pektinin kimyasal yapısı.....	10
Şekil 1. 4.	Pektin Şematik Yapısı	11
Şekil 1. 5.	RG-I şematik kimyasal yapısı	12
Şekil 1. 6.	RG-II şematik kimyasal yapısı	13
Şekil 1. 7.	XG şematik kimyasal yapısı.....	14
Şekil 1. 8.	Yüksek metoksilli pektinin jelleşme mekanizması	15
Şekil 1. 9.	Düşük metoksilli pektinin jelleşme mekanizması	16
Şekil 2. 1.	Elma Posası	39
Şekil 2. 2.	Elma posasından infrared destekli mikrodalga yöntemi ile pektin üretimi akış şeması	41
Şekil 2. 3.	Elma posasından infrared destekli mikrodalga yöntemiyle pektin üretimi görsel akış şeması	42
Şekil 2. 4.	Galakturonik asit kalibrasyon eğrisi.....	49
Şekil 3. 1.	İnorganik asitler ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerinde SNR ana etki grafiği.....	60
Şekil 3. 2.	İnorganik asitler ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerinde ortalamaların ana etki grafiği	61
Şekil 3. 3.	İnorganik asitler ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g) üzerinde SNR ana etki grafiği	64
Şekil 3. 4.	İnorganik asitler ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g) üzerinde ortalamalar için ana etki grafiği.....	65
Şekil 3. 5.	Farklı inorganik asit ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) miktarları için SNR ana etki grafiği	69
Şekil 3. 6.	Farklı inorganik asit ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) miktarları için ortalamalar ana etki grafiği.....	70

Şekil 3. 7.	Farklı inorganik asit ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda elma pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analizi SNR ana etki grafiği.....	73
Şekil 3. 8.	Farklı inorganik asit ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analizinde ortalamalar için ana etki grafiği.....	74
Şekil 3. 9.	İnorganik asitler ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde SNR ana etki grafiği	78
Şekil 3. 10.	İnorganik asitler ve farklı yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde ortalamalar ana etki grafiği	79
Şekil 3. 11.	Farklı organik asitler ve farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerine SNR ana etki grafiği.....	82
Şekil 3. 12.	Farklı organik asitler ve farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerine SNR ana etki grafiği.....	84
Şekil 3. 13.	Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g EP) üzerine SNR ana etki grafiği	87
Şekil 3. 14.	Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g EP) üzerine ortalamaların ana etki grafiği	88
Şekil 3. 15.	Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mg TE/g EP) üzerine SNR oranlarının ana etki grafiği	92
Şekil 3. 16.	Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mg TE/g EP) üzerine ortalamaların ana etki grafiği	93
Şekil 3. 17.	Farklı organik asitler ve yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda β -karoten ağartma (%AA) üzerinde SNR ana etki grafiği.....	96
Şekil 3. 18.	Farklı organik asitler ve yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda β -karoten ağartma (%AA) üzerinde ortalamaların ana etki grafiği	97
Şekil 3. 19.	Farklı organik asitler ve yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde SNR ana etki grafiği	101
Şekil 3. 20.	Farklı organik asitler ve yöntemlerin yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde ortalamalar ana etki grafiği	102

Şekil 3. 21.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin FTIR spektrumları	138
Şekil 3. 22.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin FTIR spektrumları	141
Şekil 3. 23.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin XRD spektrumları.....	142
Şekil 3. 24.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin XRD spektrumları.....	143
Şekil 3. 25.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin TGA grafiği	144
Şekil 3. 26.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin DTG grafiği	146
Şekil 3. 27.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin TGA grafiği	147
Şekil 3. 28.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin DTG grafiği	148
Şekil 3. 29.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin ¹³ C NMR spektrumları.....	150
Şekil 3. 30.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin ¹³ C NMR spektrumları.....	151
Şekil 3. 31.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin ¹ H NMR spektrumları.....	153
Şekil 3. 32.	Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin ¹ H NMR spektrumları.....	154
Şekil 3. 33.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin x500 ve x30K yakınlaştırılmış SEM görüntüleri	156
Şekil 3. 34.	Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin x500 ve x30K yakınlaştırılmış SEM görüntüleri	158

- Şekil 3. 35. Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen %2'lik elma pektini solüsyonlarının kesme hızına bağlı görünür viskozite değişim grafiği.....162
- Şekil 3. 36. Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen %2'lik elma pektini solüsyonlarının kesme hızına bağlı görünür viskozite değişim grafiği.....165
- Şekil 3. 37. FİM elma pektini örneğine ait farklı konsantrasyonlardaki α -glukozidaz inhibisyonu (%) grafiği.....168
- Şekil 3. 38. FİM ve STM elma pektini örneklerine ait farklı pankreatik lipaz inhibisyonu (%) grafiği.....169
- Şekil 3. 39. STM elma pektini örneğine ait farklı konsantrasyonlardaki pankreatik α -amilaz inhibisyonu (%) grafiği 171

GİRİŞ

Günümüzde artan nüfus hızına paralel şekilde gıda üretiminin artması, gıdaların raf ömürlerinin uzatılması, gıdalara sağlık açısından önemli çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılması amacıyla üreticilerimizin gıda katkı maddelerinin kullanımını arttırmış olduğu görülmektedir.

Gıda sanayii göz önüne alındığında gıda katkı maddelerinin üretimi, depolanması, işlenmesi ve taşınması süreçleri üzerinde gelişen teknoloji sayesinde yüksek kaliteli ve düşük maliyetli üretim koşullarının iyileştirilmesi üzerinde durulmaktadır.

Bu çerçevede değerlendirildiğinde gıda artıklarının gıda katkı maddesi olarak değerlendirilmesi ekonomik olarak yüksek katma değere dönüştürülmesi beklenmektedir. Buna ilaveten gıda artıklarından elde edilen doğal gıda katkı maddelerinin kullanımı, üretilen gıdaların besinsel kompozisyonunu zenginleştirmektedir. Bunun yanı sıra ihtiva ettikleri kıymetli bileşenlerin insan metabolizması üzerine olumlu etkileri bakımından da fayda sağlamaktadır.

Son yıllardaki bilimsel gelişmeler ışığında insan sağlığı ile diyet ilişkisinin önemi artarken, fonksiyonel gıda tüketimine doğru bir yönelimin ön plana çıktığı görülmektedir. Temel enerji ve besin gereksinimini karşılamasıyla birlikte, sağlık açısından faydalı maddelerce zengin olan ve birçok hastalığın tedavisine dolaylı olarak katkıda bulunan gıdalara fonksiyonel gıda ismi verilmektedir. Son zamanlarda önemli fonksiyonel gıda katkılarından birisi de besinsel diyet lifleridir. Diyet lifleri bitkilerin yapı taşı olan, selüloz, hemiselüloz, pektin, lignin, inülin, gum vb. gibi polisakkarit çeşitlerini kapsayan geniş bir yapıdır.

Besinsel lifçe fakir beslenen toplumlarda divertiküloz, hemoroid gibi hastalıkların yaygınlaşması diyet lifi tüketimini mecbur kılmıştır. Bunun yanında, mide-bağırsak rahatsızlıkları, kalp damar hastalıkları, obezite ve kanser üzerine önemli etkileri olduğu

literatürce vurgulanmıştır. E-440 gıda katkı maddesi koduyla bilinen pektin, önemli bir diyet lifi olmakla birlikte, birçok gıda formülasyonunda kullanılmaktadır. Pektin, bitkilerin yapı materyali içerisinde bulunmasına rağmen, ekonomik üretim için ülkemizde yeterli düzeyde bulunmamaktadır. Pektin, şekerleme sanayisinde, reçel ve marmelat üretimlerinde, meyve dolgularında, fırıncılıkta önemli bir kullanım alanına sahip olmakla birlikte, ilaç ve kozmetik sanayisinde de kullanım alanı vardır. Ticari olarak kullanılan pektinin önemli kaynakları ise elma posası, turunçgil posaları ve pancar küspesi olarak karşımıza çıkmaktadır.

Endüstriyel gıda artıklarının katma değeri yüksek ürünlere işlenmesinde popülaritenin artması ülkeleri oldukça geniş bir kullanım alanı olan ve bitkisel gıda artıklarında bulunan pektinin üretimine yöneltmiştir. Ülkemizde gıda sanayinde birçok alanda pektin kullanılmasına rağmen, pektin üretimi oldukça sınırlıdır. Doğal bir artık olan sebze ve meyve artıklarının pektine işlenmesi hem ekonomik katma değer olmasında hem de gıda teknolojisi ile birlikte fonksiyonel gıda üretimlerinin yaygınlaşmasında fayda sağlayacağı düşünülmektedir.

Bu çalışmada meyve suyu artığı olarak endüstriyel bir değere sahip olan elma posasından pektin üretimi gerçekleştirilmiştir. Pektin ekstraksiyonunda kullanılan yöntemlere alternatif olarak infrared destekli mikrodalga yöntemi ile pektin elde edilmiştir. İnfrared destekli mikrodalga yönteminin, mikrodalga ve klasik yöntemler ile üretilen pektinler ile özellikleri karşılaştırılarak alternatif bir ekstraksiyon metodu gerçekleştirilmeye çalışılmıştır.

Kullanılan alternatif ekstraksiyon yönteminde ön denemeler sonucu belirlenen altı farklı güç değeri, üç farklı asit türü, üç farklı pH değeri, üç farklı katı-solvent oranı ve üç farklı ekstraksiyon süresi koşulu uygulanarak organik ve inorganik asitler olmak üzere iki farklı elma pektini üretim optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Yüksek verim, üç farklı biyoaktif bileşen analizi ve dekstroza eşdeğeri dikkate alınarak beş yanıt içerisinde genel optimum noktalar belirlenmiştir. Elde edilen pektin örneklerinin, yapısal, fizikokimyasal ve reolojik özellikleri belirlenerek karakterize edilmiştir. Endüstriyel olarak artık olan elma posasının ekonomik değeri yüksek bir ürüne dönüşmesi, çevre kirliliği başta olmak üzere, sektörün ilerlemesi ve yeni teknolojilerin geliştirilmesi hususunda da fayda sağlayabileceği düşünülmektedir.

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Problem Durumu

Giderek sanayileşen toplumlar, insan yaşam standardının ve nüfus artışının gözlemlenmesiyle birlikte, fosil yakıtların aşırı kullanımı, artık üretimi ve çevre kirliliği gibi sorunlarla karşı karşıya kalmaktadır. Dünya, mevcut doğrusal ekonominin sürdürülebilir döngüsel bir biyoekonomiye dönüştürülmesi için bir paradigma değişikliğine ihtiyaç duymaktadır. Artıklar ekosistemlerden uzaklaştırılarak biyoenerjiye, biyoyakıtlara, biyokimyasallara, biyopolimerlere, yemlere ve toplumun sürdürülebilir ihtiyaç duyulan gıdalara dönüştürülmektedir. Gıda işleme endüstrisi hem niteliksel hem de niceliksel olarak çok çeşitli artıkları içermektedir. Bu artıklar, etkin bir atık yönetimi yolu bulunmadığı takdirde büyük ölçüde çevre kirliliğine neden olabilmektedir (Awasthi vd., 2021). Dünya genelinde elma işleme sektörü, çevre kirliliğine neden olan antropojenik bir duruma örnek teşkil etmektedir (Nazzaro vd., 2018). Elma, dünyada en çok üretilen meyveler arasında muz ve karpuzun ardından üçüncü sırada yer almaktadır. 2018 yılında dünyada elma üretimi yaklaşık 86 milyon ton olarak gerçekleşmiş olup, Çin 31 milyon tonluk üretimiyle en büyük üretici konumundadır (Awasthi vd., 2021). 2022 yılında ise üretim miktarı FAO verilerine göre yaklaşık 95 milyon ton olurken, Çin üretimde birinciliğini korumakla beraber Türkiye 4,8 milyon ton üretimle ikinci sırada yer almıştır. Elma suyunun çıkarılmasından kaynaklanan meyve artıkları elma posası olarak bilinir. Elma posası mineraller, diyet lifi, fenolik bileşikler ve karbonhidratlar açısından harika bir kaynaktır (Kausar vd., 2024). Elma suyu sektöründe artık olarak çıkan elma posasının meyve suyu endüstrisinin gelişmesine bağlı olarak her geçen gün artması, bertarafı konusunda da küresel bir sorun teşkil etmektedir. Dünya genelinde Amerika, Kanada, Almanya, Brezilya, İspanya, Japonya ve İran gibi ülkeler de fazla miktarda elma posası açığa

çıkılmaktadır. Her yıl küresel çapta büyük miktarlarda değerli besin maddeleri içeren elma posası üretildiği tahmin edilmektedir (Costa vd., 2022). Dolayısıyla elma posası yüksek katma değerli ürünlerin elde edilebilmesi açısından önemli bir potansiyele sahiptir.

1.2. Araştırmanın Amacı

Endüstriyel meyve suyu üretim işlemleri sonrasında artık olarak çıkan meyve posaları, çok farklı sektörlerde kullanılabilen katma değeri yüksek pektin kaynakları olarak karşımıza çıkmaktadır. Ayrıca, meyvelerin işlenmesiyle çıkan artıklar beslenme potansiyeli bakımından önemli bir yer tutmaktadır. Meyve posalarının sahip oldukları pektin, antioksidanlar, çeşitli diyet lifleri, çeşitli yağ asitleri ve vitaminler gibi gıda bileşenleri herhangi bir şekilde değerlendirilmeden kayba uğramaktadır.

Ülkemizde yaygın olarak yapılan meyve suyu üretiminde kullanılan en önemli kaynak elma olmakla birlikte, en çok artık yani posa miktarına sahip olan hammaddedir. Elma posasının zengin pektin ve biyoaktif bileşen içeriğine sahip olması birçok çalışmanın da konusu olmuştur.

Pektin üretiminde klasik ekstraksiyon yöntemlerine alternatif olarak birçok ekstraksiyon yöntemi kullanılmıştır. Mikrodalga ile ekstraksiyon yöntemi pektin ekstraksiyonunda kullanılan hızlı ve verimi yüksek bir yöntem olarak bilinmektedir.

Bu çalışmanın amacı; elma posasından alternatif yeni bir ekstraksiyon yöntemi olarak infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasıyla, farklı organik ve inorganik asitler kullanılarak elma posasından pektin ekstraksiyonunu gerçekleştirmek ve eş zamanlı olarak ekstrakte edilen biyoaktif bileşen maddeler üzerine ekstraksiyon yönteminin etkilerini belirlemektir.

Bunun için farklı mikrodalga çalışma koşullarında (mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga) güç seviyeleri değişimi (90-360W), farklı pH değerleri (2-3), farklı katı-sıvı oranları (1/20-30), farklı organik (asetik asit, laktik asit, sitrik asit) ve inorganik (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) asitler ve farklı ekstraksiyon sürelerini (3-7dk) içeren Taguchi karışık seviye L18 deneme desenleri ile elma pektini için optimum ekstraksiyon koşullarının belirlenmesi amaçlanmıştır.

Optimum şartlarda üretilen elma pektinlerinin fizikokimyasal özellikleri, reolojik karakterizasyonu ve yapısal karakterizasyonu belirlenerek, infrared destekli mikrodalga ekstraksiyon yönteminin mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemlerine karşı avantaj ve dezavantajlarının olup olmadığı belirlenmiştir.

Klasik ve mikrodalga ekstraksiyon yöntemleriyle üretilen elma pektinlerine alternatif yeni bir ekstraksiyon yönteminin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Yapılan çalışmanın bilimsel literatüre ışık tutması ve endüstriyel olarak gıda sanayisinde ticari değeri yüksek olan pektin çeşitlerinin üretiminin yaygınlaştırılmasında önemli bir kaynak olacağı arzu edilmiştir.

1.3. Araştırmanın Önemi

Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) tarafından açıklanan son verilere göre, 2019 yılında dünya elma üretiminin 80 milyon tonun üzerine çıktığı tahmin edilmektedir. FAOSTAT veri tabanından 2019 yılında özetlenen verilere göre elmanın yaygın olarak yetiştirildiği ve Çin'in dünya elma üretiminin %48,63'ünü elinde bulunduran en büyük elma yetiştiricisi ülke olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, Amerika ve Türkiye en çok elma üreten ilk 10 ülke listesinde sırasıyla ikinci ve üçüncü sırada yer almıştır (Zhang vd., 2021). 2022 yılı açıklanan FAO verileri sonucu yaklaşık dünya elma üretimi 95 milyon ton olurken, 4,8 milyon ton elma üretimi ile Türkiye dünya üretiminde ikinci sırada yer almıştır.

Türkiye sahip olduğu coğrafi konum ve iklim çeşitleriyle meyve ve sebze tarımına uygun bir ülkedir. Yetiştirilen meyveler bir kısmı taze meyve olarak tüketilmekte ve büyük bir kısmı da meyve ürünleri sanayinde işlenmektedir. Dünya genelinde meyve miktarının ve meyve sanayi ürünleri üretiminin artması, değerli bileşenlerce zengin olan posaların artışı tetiklemektedir. Global olarak çok miktarda elma posası ortaya çıkmakta olup, bertaraf edilmemesi önemli derece de çevre soruna sebebiyet vermektedir. Bu nedenle elma posalarının işlenmiş bir şekilde endüstriyel olarak değerlendirilmesi çevre açısından son derece önemlidir.

Ülkemizde ve dünyada büyük miktarlarda artık olarak meydana gelen elma posasının ticari değeri yüksek ve sahip olduğu özellikler bakımından değerli olan pektine işlenmesi ekonomi açısından kritik bir önem arz etmektedir. Ülkemizde düşük katma

değeri olan gübre ve hayvan beslenmesinde kullanılan elma posasının pektin üretilmesinde değerlendirilmesiyle hem yüksek katma değer elde edilmesi hem de şekerleme ve reçel sanayisi başta olmak üzere birçok gıda sanayide kullanıma potansiyeli olması açısından kıymetli olacağı düşünülmektedir. Ülkemize ithal olarak girişi olan pektinin yerli üretim sonucu olması bakımından ekonomik bir değer taşımaktadır. Aynı zamanda çalışmamızda, pektin ekstraksiyon yöntemlerine alternatif olarak farklı bir bakış açısı kazandırması bakımından bilimsel literatüre ve gıda sanayimize katkı sağlayarak sonraki yapılacak olan birçok çalışmaya da ışık tutacağı ön görülmektedir.

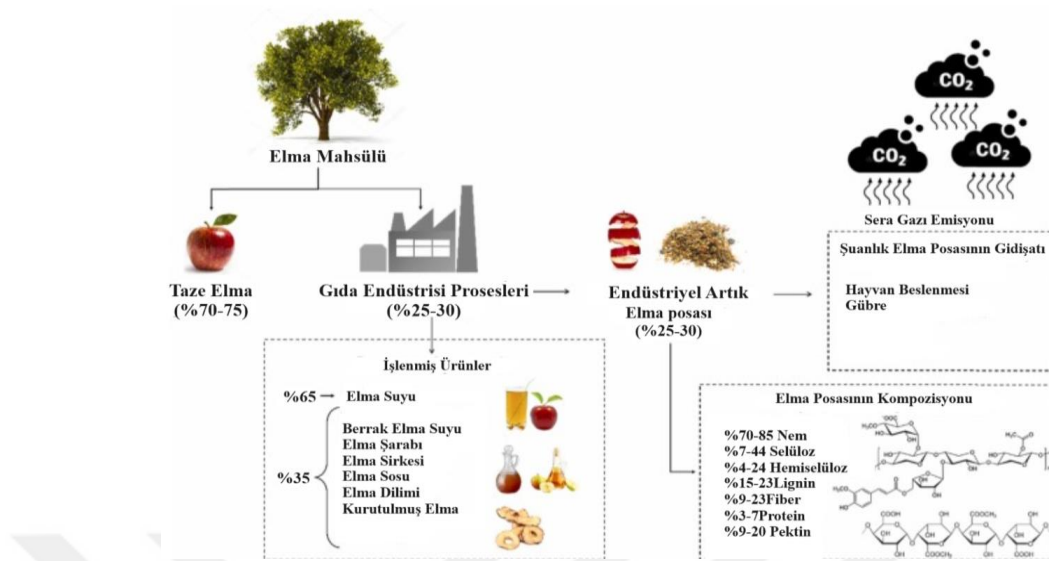
1.4. Elma Posası

Dünya çapında elma meyvesinin yüksek besin değerine sahip olması ve uygun tadı sebebiyle yaygın şekilde üretimi yapılmaktadır. Küresel yıllık elma üretiminde Asya'nın elma için birincil kaynak olması ve dünya elma üretiminin yaklaşık %65,4'ünden sorumlu olmasının yanı sıra Çin en fazla üretim miktarını gerçekleştirmiştir (Lyu vd., 2020). Türkiye yıllar içerisinde artan üretim kapasitesi ile FAO güncel verilerine göre yaklaşık 4,8 milyon ton ile en çok üretim yapan ikinci ülke konumuna yükselmiştir.

Elmanın doğrudan tüketim için tercih edilen taze bir meyve olmasının yanı sıra gıda işleme endüstrisi için de önemli bir kaynak olduğu kanıtlanmıştır. Tüm dünyada üretilen elmanın yaklaşık %70'i taze meyve olarak tüketilmekte (Şekil 1.1), %25-30'u ise çeşitli gıda ürünlerine işlenmektedir (Shalini ve Gupta, 2010).

Elma meyvelerinin bazıları deforme veya şekilsiz olmaları nedeniyle taze olarak tüketilmeye uygun değildir. Bu durumdaki elmalar, jöle veya meyve suyu üretmek için daha uygundur (Vendruscolo vd., 2008).

Elmaların işlenmesinden sonra, orijinal meyvenin yaklaşık %25-30'u elma posası olarak ortaya çıkmaktadır ve bu da dünyada yılda yaklaşık 5-7 milyon ton elma posasını oluşturmaktadır (Rabetafika vd., 2014; Zhang vd., 2021). Yüksek nemli yapısı ve büyük hacimli olması nedeniyle, elma posası mikrobiyal bozulmaya elverişlidir. Bu nedenle, çevre kirliliğini önlemek ve halk sağlığı tehlikelerini ortadan kaldırmak için uygun ve hızlı bir şekilde değerlendirilmesi büyük bir gerekliliktir (Shalini ve Gupta, 2010).



Şekil 1. 1. Elma işleme endüstrisi ve elma posası üretimi (Costa vd., 2022)

Elmanın, elma suyu ve konsantresine, sirke ve şaraba işlenmesi sonrası artık olarak meydana gelen elma posası mikrobiyal bozulmaya elverişli olması sebebiyle çevre kirliliğini de beraberinde getirdiğinden değerlendirilmesi önemlidir (Shalini ve Gupta, 2010). Enzimler, organik asitler, protein açısından zengin olan elma posası, hayvan yemleri, etanol, aroma bileşikleri, doğal antioksidanlar ve yenilebilir lifler gibi çeşitli katma değerli ürünler üretmek için kullanılabilir. Bu ürünlerin gıda, yem, kozmetik ve ilaç dahil olmak üzere, çeşitli alanlarda kullanılabilirliği yüksektir (Dhillon vd., 2013).

1.5. Elma Posasının Bileşimi

Elma posası içerdiği değerleri bileşenler sebebiyle önemli bir materyaldir. Elma posası işlenen elma çeşidine göre değişim göstermekte olup kuru maddesinde %35-60 diyet lifi barındıran önemli bir doğal besinsel lif kaynağıdır. Tablo 1.1' de görüldüğü gibi elma posasının kuru maddesi göz önüne alındığında, diyet liflerinin ana bileşenleri, pektin (%5,50-11,70), lignin (%15,30-23,50), selüloz (%7,20-43,60), hemiselüloz (%4,26-24,40) ve gumlar olarak öne çıkmaktadır (Bhushan vd., 2008; Vendruscolo vd., 2008; Dhillon vd., 2013; Kruczek vd., 2017).

Tablo 1. 3. Elma posasının yaklaşık bileşimi (Kuru maddede)

pH	3,5±0,1
Toplam Nitrojen	6,8 (g/kg)
Toplam Karbon	127,9
Selüloz	7.2–43.6 (% w/w)
Hemiselüloz	4.26–24.40 (% w/w)
Lignin	15.3–23.5 (% w/w)
Pektin	3.5–14.32 (% w/w)
Toplam Karbonhidrat	48.0–83.8 (% w/w)
Lif	4.7–51.10 (% w/w)
Protein	2.9–5.7 (% w/w)
Lipid	1.20–3.9 (% w/w)
İndirgen Şeker	10.8–15.0 (% w/w)
Glukoz	22.7
Fruktoz	23.6
Sükroz	1.8
Arabinoz	14–23
Galaktoz	6–15
Ksiloz	1.1

Elma ve elma ürünleri tüm dünyada tüketilen en önemli meyve ve meyve ürünlerinden biridir. Elma posası, kateşinler, prosiyanidinler, kafeik asit, floridzin, floretin glikozitler, kuersetin glikozitler ve klorojenik asit gibi doğal antioksidanların mükemmel bir kaynağıdır (Dhillon vd., 2013; Rabetafika vd., 2014; Kruczek vd., 2017). Elma posası, çekirdekler dahil olmak üzere güçlü antioksidan aktivitesine sahip kuersetin glikozitleri, floridzin ve onun oksidatif ürünleri olan polifenolikleri içermektedir (Dhillon vd., 2013).

1.6. Pektinin Yapısı ve Kimyasal Özellikleri

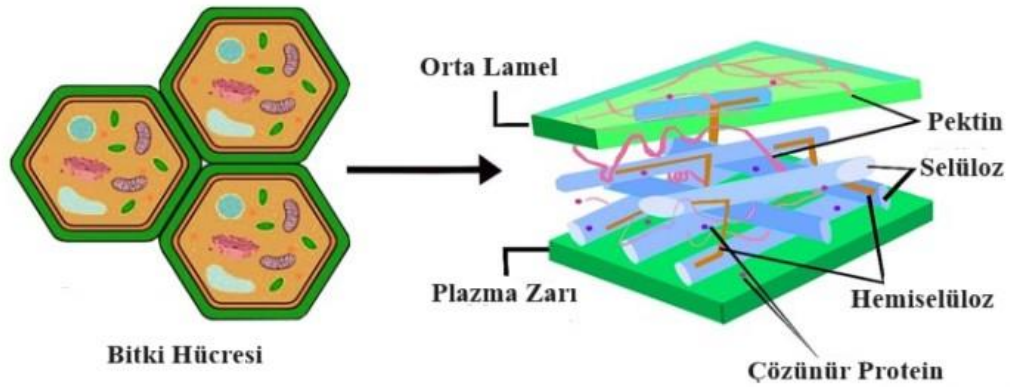
Pektin, selüloz ve nişastadan sonra bitkilerde en bol bulunan üçüncü bitki polisakkaritidir. Bu anyonik formdaki suda çözünür heteropolisakkarit, narenciye kabukları ve elma posası gibi meyve üretimi sırasında ortaya çıkan endüstriyel artıklardan ticari olarak elde edilmektedir (Assifaoui vd., 2024). Önemli bir bitki hücre duvarı bileşeni olan pektin (Şekil 1.2), gıda ve biyomedikal alanında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Mierczyńska vd., 2017).

Tablo 1. 4. Ticari üretilen pektin kaynakları (Chan vd., 2017)

Ticari Pektin Kaynakları	Pektin İçerikleri (%)
Elma Posası	4.60–20.92
Portakal Kabuğu	10.90–24.80
Greyfurt Kabuğu	21.60–28.00
Limon Kabuğu	20.90–30.60
Lime Kabuğu	9.00–33.60
Şeker Pancarı Posası	4.10–24.96

1790 yılında Fransız bir kimyager olan Louis Nicolas Vauquelin tarafından elma suyunda keşfedilen pektin, 1825 yılında yine bir Fransız kimyager olan Henri Braconnot tarafından izole edilmiştir. Pektin, sertleştirici ve katılaştırıcı anlamına gelen Yunan ‘pektikos’ kelimesinden türetilmiştir. Farklı birçok bilim dalındaki bilim insanları tarafından yapılan sayısız çalışmaya konu olmuştur (Chan vd., 2017; Atalay vd., 2018).

Pektin, meyve ve sebze işleme endüstrisinin önemli bir yan ürünüdür ve birçok gıda ürününde (özellikle reçel ve şekerlemeler) kullanılmaktadır. Pektin, elma posası veya narenciye kabuklarından çeşitli ekstraksiyon teknikleriyle endüstriyel düzeyde elde edilebilmektedir. Düşük maliyeti, yaygın bulunabilirliği, biyolojik olarak parçalanabilirliği, toksik olmaması ve biyoyumluluğu nedeniyle pektin son zamanlarda potansiyel bir hammadde olarak dikkat çekmiştir (Butler vd., 2023).

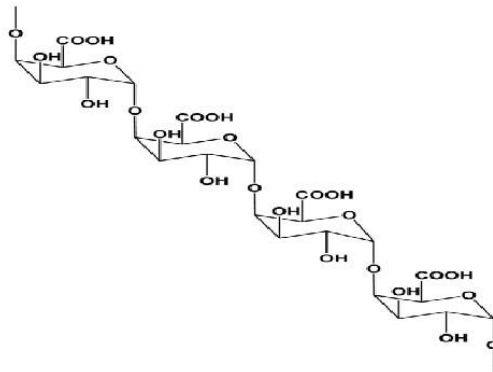


Şekil 1. 2. Bitki Hücre Duvarı Bileşenleri (Koshy ve Sangeetha, 2024)

Çok sayıda bitki türünde bulunmasına rağmen, ticari pektin kaynakları (Tablo 1.2) sınırlıdır. Tarihsel olarak, elma posası ana kaynak olmuştur, ancak son yıllarda narenciye kabuğunun kullanımı da artmaktadır. Günümüzde ticari olarak temin edilebilen pektin çoğunlukla narenciye kabuğundan (%85,5), ardından elma posasından (%14,0) ve daha az oranda da şeker pancarı posasından (%5) elde edilmektedir (Chan vd., 2017).

Pektin üretimi 1900'lü yıllarda Almanya'da bir elma suyu üreticisinin elma suyu işlemenin yan ürünü olan kurutulmuş elma posasını pişirme çalışmasıyla ortaya çıkmıştır (Chan vd., 2017).

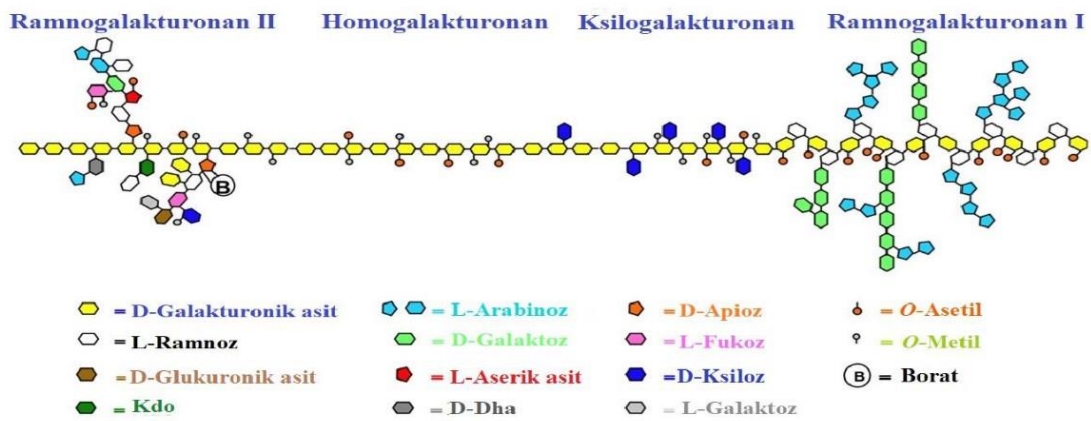
Yapısal olarak pektin, galakturonan segmentleri ve ramnoz, arabinoz, galaktoz ve ksiloz gibi nötr şekerlerden oluşan dallanan bir heteropolisakkarittir. Selüloz ve hemiselüloz ile bir matriks oluşturarak hücre yapısına yardımcı olur. Pektinler, bitkilerin hücre zarlarından elde edilen hidrofilik polisakkaritlerdir (Koshy ve Sangeetha, 2024).



Şekil 1. 3. Pektinin kimyasal yapısı

Pektinlerin keşfinden bu yana 210 yıldan fazla bir süre geçmesine rağmen, bu polimer ailesinin homojen olmaması nedeniyle kimyasal ve yapısal özellikleri hala araştırma konusudur. Temel yapıdan başlamak gerekirse, pektin en az 17 farklı monosakkaritten oluşur; bunlardan galakturonik asit (Şekil 1.3) en bol olanıdır ve bunu L-arabinoz, D-galaktoz, L-ramnoz ve diğerleri takip eder (Kaya vd., 2014; Chan vd., 2017).

Pektin yapı olarak α -D-galakturonik asidin 1,4 bağıyla bağlanmış doğrusal zincirlerinden oluşur. Galakturonik zincirdeki karboksilik grubun bir kısmı metil ester formunda bulunur; esterleşmiş karboksil gruplarının yüzdesi olarak ifade edilen metilasyon derecesi, pektinleri sınıflandırmak için önemli bir araçtır (Koshy ve Sangeetha, 2024).



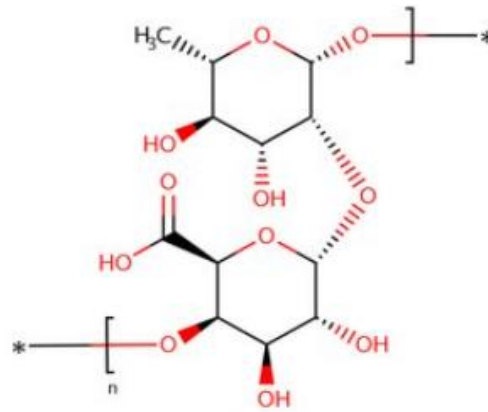
Şekil 1. 4. Pektin Şematik Yapısı (Atalay vd., 2018)

Bitkilerdeki doğal pektinler homogalakturonan (HG), ramnogalakturonan I (RG-I), ramnogalakturonan II (RG-II), ksilogalakturonan ve apiogalakturonan ismi verilen polisakkarit yapılar halinde bulunurlar (Yapo, 2011a; Chan vd., 2017; Yue vd., 2023; Assifaoui vd., 2024). Düz bölgelerde homogalakturonanlardan meydana gelirken, dallı bölgelerde ise ramnogalakturonanlar meydana gelmektedir (Naqash vd., 2017; Marić vd., 2018).

HG, 1,4 bağı galakturonik asidin doğrusal bir homopolimeridir ve "pürüzsüz bölge" olarak bilinir (Şekil 1.4). Toplam pektin miktarının yaklaşık %60-65'ini oluşturan bol ve yaygın bir pektin alanıdır (Voragen vd., 2009; Yue vd., 2023). Galakturonik asit birimlerinin %70-80'inin metil esterleşmiş olduğu ve O-2 veya O-3'te O-asetil esterleşmiş olabileceği bir formda bulunur (Mohnen, 2008; Caffall ve Mohnen, 2009).

Bir HG zincirinde bulunan galakturonik asit birimlerinin miktarının yaklaşık 100-200 birim olduğu tahmin edilmektedir. Düz bölge bazen bir veya iki 1,2 bağlı ramnopiranoz birimi ile birleştirilebilir ve pektinlerin çoğu bu yapıya sahiptir. Buna ek olarak, galakturonik asit birimleri C-2 veya C-3 pozisyonlarında ksiloz veya apioz yapılar ile yer değiştirebilir ve sırasıyla ksilogalakturonan veya apiogalakturonan olarak bilinen alanlar üretilebilir (Ovodov, 2009; Chan vd., 2017).

RG-I (Şekil 1.5), 1,4 bağlı D-GalA yapısına 1,2 bağlı-l-ramnoz bağlanmasıyla oluşan disakkaritin 100 veya daha fazla tekrar eden biriminden meydana gelir (Şekil 1.4). Ramnoz yapıları bir pektinin >%30'unu oluşturur (Yue vd., 2023). Bu ramnoz yapılarının %50-78'inin RGI olduğu tahmin edilmektedir (Chan vd., 2017). RG-I'in GalA yapıları metil esterleşmez; ancak RG-I'in GalA yapıları O-asetil esterleşmiş olabilir (Caffall ve Mohnen, 2009).

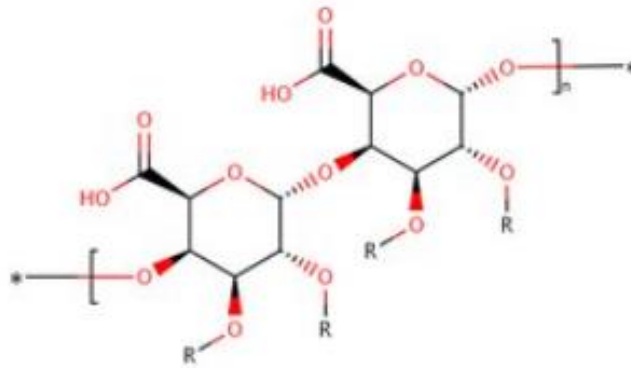


Şekil 1. 5. RG-I şematik kimyasal yapısı

Çoğu durumda, bu alandaki ramnoz yapılarının %20-80'i C-4 pozisyonunda nötr şeker yan zincirleri yer değiştirir (Mohnen, 2008). Nötr şeker yan zincirlerinin ramnoz yapılarının C-2, C-3 ve/veya C-4 pozisyonlarına bağlanması da mümkündür. Nötr şeker yan zincirleri ağırlıklı olarak galaktoz ve arabinoz olup galaktan, arabinan ve arabinogalaktanları oluşturur. Glukoz, mannoz, fukoz, ksiloz ve glukoronik asit gibi diğer şekerler de yan zincir olarak omurgalara kovalent olarak bağlı bulunur. Nötr şeker yan zincirlerinin bileşimi ve boyutu tek bir glikozil yapıdan 50 veya daha fazlasına kadar olabilir, bu da çeşitli glikozidik bağlantılara sahip geniş ve oldukça değişken bir

polisakkarit ailesi ile sonuçlanır (Voragen vd., 2009). RG-I'in yüksek oranda dallanmış yapısı "saçaklı bölge" olarak adlandırılmasına yol açmıştır.

RG-II (Şekil 1.6), isimlerinin sıralı olmasına ve saçaklı bölgede de yer almasına rağmen yapısal olarak RG-I ile ilişkili değildir (Şekil 1.4). Bir HG zinciri içeren dallanmış bir pektik bölgedir. RG-II, yapısal olarak farklı dört polimerik yan zincir eklenmiş yaklaşık dokuz 1,4 bağlı GalA biriminden (bazıları metil esterleşmiş) oluşan oldukça kompakt bir homopolimerdir. Bu yan zincirler apioz, 2-O-metil-l-fukoz, 2-O-metil-d-ksiloz, 3-C-karboksi-5-deoksi-l-ksiloz (asirik asit), 3-deoksi-d-manno-oktulosonik asit ve 3-deoksi-d-liksoheptulosarik asit dahil olmak üzere on bir nadir şeker içerir (Yapo, 2011b).

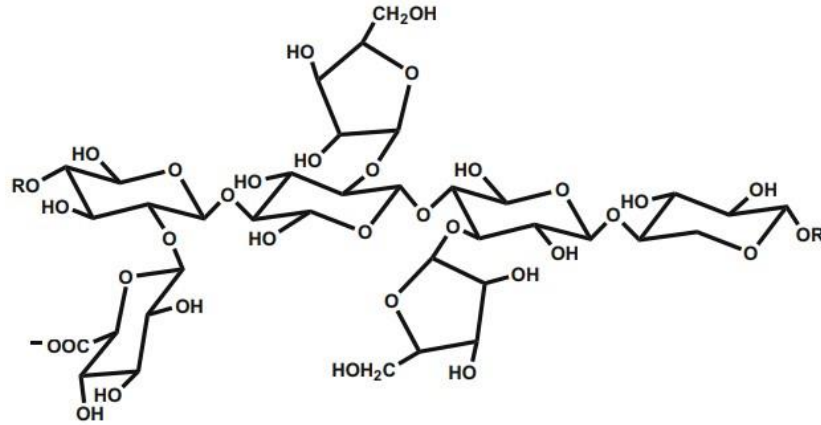


Şekil 1. 6. RG-II şematik kimyasal yapısı

RG-II'nin büyüleyici bir özelliği, önemli yapısal çeşitliliğe veya ince yapısında modifikasyona sahip olmayan tek ana pektik alan gibi görünmesidir. RG-II'nin uçlarının glikozidik olarak HG alanlarına bağlı olduğu düşünülmektedir (Yapo, 2011a). Endopoligalakturonaz bölünmesi ile hücre duvarlarından izole edilen oldukça korunmuş ve yaygın bölgedir. Bu da HG'ye kovalent olarak bağlandığını göstermektedir. İlginç bir şekilde, RG-II hücre duvarındaki iki pektin molekülünü (apiozil yapıları) borat ester bağlantıları ile çapraz olarak bağlanmaktadır.

Ksilogalakturonan (XG) (Şekil 1.7), galakturonik asit zincirini C-3 karbonunda D-ksiloz yapıları ile yer değiştirmiş bir HG'dir (Şekil 1.4). *Zosteraceae* deniz çayırlarının pektik ekstraktlarında karakterize edilen XG, bir disakkarit ksiloz (Xylp-(1,2)-Xylp-(1,3)-GalpA) ile yer değiştirmiş HG'den oluşurken, bezelye kabuklarından (*Pisum sativum*) ekstrakte edilen XG, esas olarak tek ksiloz yapıları ile disakkariti oluşturmak için ek bir

2-baęlı ksiloz ile yer deęiřtirmiřtir. Bezelyedekine benzer sonular elma da elde edilmesine raęmen HG'nin ksilosilasyon derecesinde farklılıklar gzlemlenmiřtir. Birden ok trde ve en bol gzlemlenen XG polisakkarit yapı, O-3'te bulunan ksil yapının O-2'de bulunan dallanmıř ksil yapısı ile yer deęiřtirmesiyle oluřan galakturonan zinciridir (Caffall ve Mohnen, 2009).



řekil 1. 7. XG řematik kimyasal yapısı

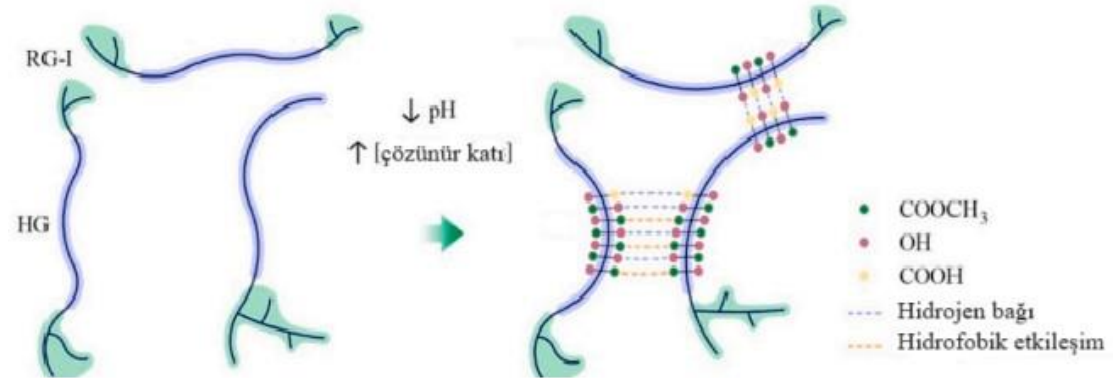
Pektinin gıda endstrisindeki bařlıca kullanım alanı, sahip olduęu doku ve teknik zelliklerden kaynaklanmakta olup, bu zellięi onu řekerleme rnleri (reel ve jleler) iin ok deęerli kılmaktadır. Bu tr dięer uygulamalar arasında tatlılar, fırıncılık ve st rnleri yer almaktadır (Reichembach ve Lcia de Oliveira Petkowicz, 2021). Pektinin kıvam alma ve jelleřme zellikleri byk lde esterleřme derecesi (DE), metilasyon derecesi (DM) ve galakturonik asit ierięinden etkilenmektedir. Pektinin DE'si, metanol ile esterleřmiř karboksil gruplarının toplam yzdesi olarak tanımlanabilir (Mari vd., 2018).

Bir bařka deyiřle DE, toplam galakturonik asit kalıntıları iinde esterleřmiř galakturonik asit yzdesi olarak tanımlanmıřtır ve genellikle metilasyon derecesini (DM) temsil etmektedir (Butler vd., 2023). Hcre duvarından ekstraksiyon esnasında, ekstraksiyonun gerekleřtięi kořullar pektinin DM'si zerinde byk bir etkiye sahiptir (Reichembach ve Lcia de Oliveira Petkowicz, 2021).

Pektin izolatları metilasyon derecelerine gre yksek metoksil pektinler (YMP) ve dřk metoksil pektinler (DMP) olmak zere iki gruba ayrılmaktadır. YMP'ler ≥ 50

DM'ye sahipken, DMP'ler <%50 DM'ye sahiptir. Karşıt fizyokimyasal özellikler, YMP ve DMP'nin moleküler yapısındaki farklılıklardan kaynaklanır ve farklı işleme gereksinimlerine sahip malzemeler ortaya çıkarır (Butler vd., 2023).

Belirli koşullar altında, pektinlerdeki galakturonan zincirleri, jel oluşturmak için bağlantı bölgeleri tarafından ağlara çapraz bağlanmaktadır. YMP asidik koşullarda ve su aktivitesini düşüren yüksek konsantrasyonda çözünebilir maddelerin (genellikle sükröz) varlığında jelleşmektedir. YMP için birleşme bölgeleri metil-ester grupları arasındaki hidrofobik etkileşimler ve karboksil ile hidroksil grupları arasındaki hidrojen bağları ile stabilize edilmektedir (Şekil 1.8) (Reichembach ve Lúcia de Oliveira Petkowicz, 2021).

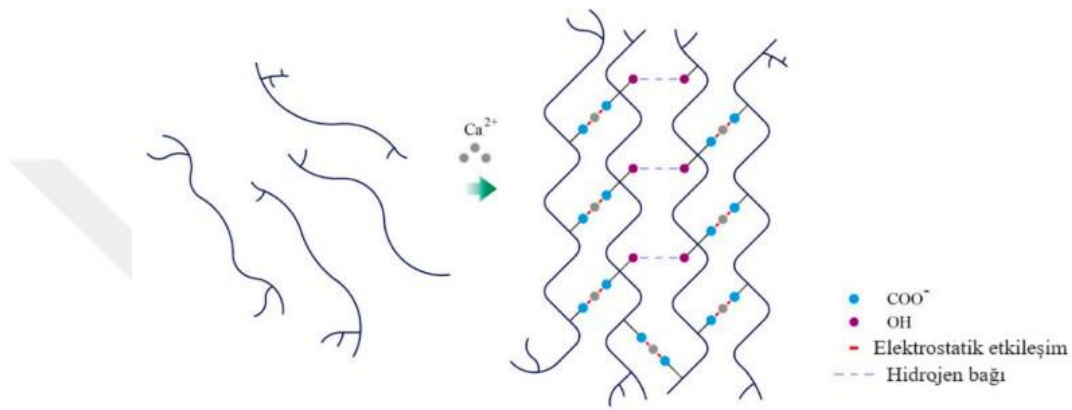


Şekil 1. 8. Yüksek metoksilli pektinin jelleşme mekanizması

YMP, %55 ila %75 arasında yüksek şeker veya sorbitol konsantrasyonları ile asit temelli bir sistemde (pH 2.0-3.5) jel oluşturma kabiliyetine sahip olur. DMP ise daha geniş bir pH aralığında (2-6 pH) jel oluşturabilirken şeker bulunması gerekmez (Butler vd., 2023). DMP jelleşmesi için iki değerlikli katyonlar (genellikle Ca^{+2}) gerekmektedir. Birleşme bölgeleri Ca^{+2} ve iyonize karboksil grupları arasındaki elektrostatik etkileşimler yoluyla stabilize edilir. Jelleşmenin yumurta kutusu modelini takip ettiğine inanılmaktadır (Şekil 1.9). Etkileşim Ca^{+2} ile iki zıt yönlü HG parçası arasında gerçekleşmekte ve bunlar daha sonra yanıl olarak toplanarak multimerleri oluşturmaktadır (Reichembach ve Lúcia de Oliveira Petkowicz, 2021).

Pektinin bileşimi büyük ölçüde izole edildiği kaynak ve saflaştırma koşulları tarafından belirlenmektedir. Pektinin kimyasal yapısındaki farklılıklar tipik olarak esterleşmiş gruplara sahip poligalakturonik asit ana omurgasının farklı şekilde dağılmasından

kaynaklanmaktadır. Elma kaynaklarından elde edilen pektinler en az %80 esterleşme derecesine sahip olmakta ve oldukça viskoz jeller oluşturabilmektedir (Dranca vd., 2020). Bununla birlikte, bu polimerler elmanın işlenmesinden sonra pektinolitik enzimlere maruz kalır ve bu da elma posasında hızlı depolimerizasyon ve de-esterifikasyona neden olmaktadır. Bu nedenle, elma posasının preslemeden hemen sonra kurutulması, bu bozulma süreçlerini sınırlamak için çok önemlidir.



Şekil 1. 9. Düşük metoksilli pektinin jelleşme mekanizması

1.7. Pektinin Fonksiyonel Özellikleri ve Kullanım Alanları

Pektinler, gıda ürünlerine arzu edilen doku ve mekanik özellikler sağlama kabiliyetleri nedeniyle gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Chan vd., 2017). Bu özelliğin aynı zamanda yutkunma güçlüğü ve reflü sorunları olan kişiler için de yararlı olduğu kanıtlanmıştır (Dupont ve Vandenplas, 2020; Talens vd., 2021).

Kıvamlaştırma, bir sistemin viskozitesini arttırmak suretiyle yapı oluşumu anlamına gelmektedir. Belirli bir miktarda pektin tozu ısıtılmadan suda tamamen çözülürse viskoz bir sıvı oluşacaktır. Pektinin çözeltideki kütlece oranı, çözeltinin son karakteristiklerini önemli düzeyde etkiler. Bu çözünme sürecinin kinetiği pektinin türüne, zamana, sıcaklık ve mekanik enerji girdisine (karıştırma) bağlıdır. Belirli bir konsantrasyonun üzerinde, artan viskozite, ürünün taşınım hareketlerini olduğu kadar, karıştırmayı da güçlü bir şekilde etkiler ve çoğu narenciye pektini çözeltisinin nihai konsantrasyonunu yaklaşık %5 ile sınırlamaktadır (Einhorn-Stoll, 2018). Ancak, viskozite arttırıcı olarak meyveli içeceklerde, alkolsüz içeceklerde, soslarda ve sorbelerde daha düşük konsantrasyonlarda kullanılırlar. Tipik kullanım seviyeleri %0,01-0,5 aralığındadır. Meyveli içeceklerde

pektin ağız hissini arttırıcı olarak kullanılır. Düşük kalorili içecekler söz konusu ise, şeker tamamen veya kısmen tatlandırıcılarla değiştirildiğinde ağız hissinde istenmeyen bir değişiklik olmaktadır. PepsiCo şirketinin korunulan yönteminde steviol glikozitler içeren içeceklerde ağız hissini geri kazanmak için kullanılan ajanlardan biri pektindir (Reichembach ve Lúcia de Oliveira Petkowicz, 2021). Buna ek olarak, pektinlerin viskozitesi galakturonik asit içeriği ile pozitif olarak ilişkilendirilmiştir (Dranca vd., 2020).

Pektinin en yaygın kullanım alanı jel oluşumudur. Reçel veya jöle gibi pektinli gıda jelleri gerçek jellerdir. Reçel, jöle ve marmelatların jöle benzeri kıvamından sorumludurlar (Bagal-Kestwal vd., 2019). Prensip olarak, komşu pektin zincirlerinin birleşme bölgeleri aracılığıyla bağlanmasıyla ipliksi bir makromolekül ağı oluşturulur ve ortaya çıkan ağ boşluklarında büyük miktarda su hareketsiz hale getirilmektedir. Pektin jellerinin diğer gıda uygulamaları arasında tatlılar, süt ürünleri ve unlu mamuller yer almaktadır (Einhorn-Stoll, 2018).

Pektinlerin moleküler yapısının galakturonik asit içeriği, yan zincirler, metoksil derecesi, amidasyon derecesi, molekül ağırlığı ve metil-esterlerin zincir boyunca dağılımı gibi çeşitli yönleri jelleşme kabiliyetini etkilemektedir. pH, sıcaklık ve katyon konsantrasyonu gibi dış faktörler de jelleşmeyi etkileyen faktörlerdir (Giacomazza vd., 2018; Zhao vd., 2018; Cao vd., 2020; Chen vd., 2021).

Düşük metoksilli pektin jelleri düşük kalorili gıdalar için özellikle ilgi görmektedir, çünkü jel özelliklerinin iyileştirilmesi için sakkaroz ihtiyacı duyulmaz. Ksilitol, sorbitol ve eritritol gibi polioller bu jellerde sükrozun yerini almak ve mekanik özellikleri iyileştirmek için kullanılmaktadır. En iyi sonuçlar eritritol için rapor edilmiştir (Wan vd., 2021). Ksilitol ve kahve posasından üretilmiş yüksek metoksilli pektin ile elde edilen jeller sükrozun yerine ikame amacıyla kullanılmış ve sükroz ile benzer viskoelastik davranışlar göstermiştir (Reichembach ve de Oliveira Petkowicz, 2020).

Biyopolimerlerden ambalaj sistemlerinin geliştirilmesi gıda biliminde önemli bir trend olmuştur. Bu sistemlerde biyo-bazlı malzemeler, gıda ürünü üzerine ince bir tabaka yenilebilir film veya kaplama biriktirilerek ambalaj olarak kullanılmaktadır (Mohamed vd., 2020; Orozco-Parra vd., 2020). Oluşturulan film, taze bir ürünü dış ortamdan

ayırarak bozulma faktörlerine maruz kalmayı en aza indirir, arzu edilen bileşiklerin kaybını önler, böylece kaliteyi korur ve raf ömrünü uzatır (S. Kumar vd., 2020)

Pektinler de dahil olmak üzere polisakkarit bazlı filmler, iyi düzenlenmiş bir hidrojen bağlı ağ oluşumu nedeniyle oksijen engelleyici olarak etkilidir (Hassan vd., 2018). Pektinin yenilebilir film ve kaplama olarak potansiyeli son yıllarda büyük ölçüde araştırılmıştır. Çalışmaların çoğu, döküm yöntemiyle yenilebilir filmlerin oluşturulması için ticari pektin ve plastikleştirici olarak gliserol kullanmıştır. Yüksek ve düşük metoksilli pektinler ile oluşturulan filmler arasında yapılan bir karşılaştırmada, yüksek metoksilli narenciye pektini (DE= %72) filmlerinin düşük metoksilli narenciye pektini (DE= %35) ile oluşturulanlardan daha üstün fiziksel özelliklere (mukavemet ve tokluk) sahip olduğu belirtilmiştir (Byun vd., 2020).

Pektinin fonksiyonel özellikleri bakımından potansiyel bir emülsifiye edici ajan olarak gıdalarda kullanımı da önem taşımaktadır. Pektinlerin emülsiyonları hem sterik hem de elektrostatik etkileşimlerle stabilize ettiği çoğunlukla kabul görmektedir (Verkempinck vd., 2018). Bununla birlikte, emülsifiye edici ve emülsiyon stabilize edici ajan olarak performansı, farklı kaynaklardan gelen pektinler arasında büyük farklılıklar göstermektedir. Son zamanlarda, pektin emülsifikasyon ve emülsiyon stabilizasyon mekanizmasının yanı sıra arayüzey özelliklerini etkileyen yapısal yönleri üzerine de kapsamlı çalışmalar yapılmaktadır (Alba ve Kontogiorgos, 2017).

Pektinlerin emülsifikasyon özelliklerini yapısal ve moleküler özellikleri olan protein miktarı, ferulik asit varlığı, asetil içeriği, metil esterleşme derecesi ve şekli, molar kütle ve nötr şeker yan zincirleri etkilemektedir. Protein, asetil grupları ve ferulik asit varlığının pektinlerin emülsifiye edici ve emülsiyon stabilize edici özellikleri üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğunu göstermektedir (Schmidt vd., 2015; Chen vd., 2016; Liu vd., 2020).

Pektinlerin, metoksil derecesinden bağımsız olarak bir yağ damlacığının ara yüzey gerilimini azaltabildiği belirtilmektedir (Verkempinck vd., 2018). Bununla birlikte, yüksek ve düşük metoksil derecesine sahip pektinlerin, orta metoksil derecesine sahip olanlara göre daha iyi emülsifikasyon performansına sahip olduğu bildirilmiştir (Schmidt vd., 2017). Aynı zamanda düşük hidrodinamik hacimli ve yüksek oranda dallanmış pektinin, daha az dallanmış olana göre su/yağ emülsiyonlarının daha iyi

stabilizasyon sağlayarak (Alba vd., 2016) homogalakuronan (HG) ve ramnogalakuronan (RG) yapıların emülsiyon üzerine önemli etkileri olduğu vurgulanmıştır (Neckebroek vd., 2020).

Üstelik, pektinle stabilize edilmiş emülsiyonların emülsifiye edici aktivitesi ve emülsiyon stabilize edici etkinliği pH ve iyonik güce karşı belirgin şekilde hassas olmakla birlikte (Schmidt vd., 2017) gıda sektöründeki uygulamalar açısından, pektin/protein kombinasyonu, proteinlerin düşük ısı stabilitesi ve izoelektrik noktaya yakın pH değerlerinde düşük çözünürlük gibi istenmeyen özelliklerinin gelişmesini sağlamaktadır (Setiowati vd., 2017; Wefers vd., 2018).

Bilinen kullanımlarının yanı sıra, son yıllarda pektinlerin çeşitli gıda ve gıda dışı uygulamaları geliştirilmektedir. Kıvam arttırıcı ve jelleştirici özelliklerinin yanı sıra biyolojik olarak uyumlu ve toksik olmadıklarından, pektinler ve pektin kompozitleri doku mühendisliği ve biyomedikal uygulamalar için potansiyel biyomateryal olarak araştırılmaktadır (Cui vd., 2020; Kumar vd., 2020). Aynı zamanda hidrojelleri metal iyonları ve boyalar gibi toksik kirleticilerin giderilmesi için su arıtmada kullanılmaktadır (Wang vd., 2019).

Pektinler, tek başlarına veya diğer bileşiklerle birlikte, mikro ve nanoenkapsülasyonda resveratrol, antosiyaninler, askorbik asit, karvakrol gibi biyoaktif maddelerin korunmasını sağlamakla birlikte taşınımını da mümkün kılmıştır (Huang vd., 2019; Pieczykolan ve Kurek, 2019; Sun vd., 2020).

İlaç sektöründe ise üst gastrointestinal sistemdeki insan enzimleri tarafından parçalanmadıkları için, özellikle oral kolona özgü ilaçlar için ilaç dağıtımında matris veya kaplama malzemesi olarak yaygın bir kullanım alanı bulmuştur. Bu özellik, probiyotiklerin dağıtımında pektinlerin kullanımını da desteklemektedir (Reichembach ve Lúcia de Oliveira Petkowicz, 2021).

1.8. Pektinin İnsan Sağlığı Üzerine Etkileri

Pektinler, insan fizyolojisi ve sağlığı üzerinde çeşitli faydaları olduğu kabul edilen çözünebilir diyet lifleridir. Bağırsak geçiş süresini, besin emilimini, doyumunu etkiler ve yemek sonrası kan şekeri ve insülin seviyelerini azaltırlar (Reichembach ve Lúcia de Oliveira Petkowicz, 2021). Kolesterol ve safra asitlerine bağlanma kabiliyeti nedeniyle

pektinler bunların emilimini önler, böylece kolesterol seviyelerini düşürürler. Pektinin türü bu mekanizmada önemli bir rol oynayarak yüksek metoksilli pektinlerin daha etkili olduğu bildirilmiştir (Van Der Gronde vd., 2016).

Diyet lifi olarak pektin ince bağırsakta sindirimden kaçarak kalın bağırsağa geçer ve burada mikroflora tarafından metabolize edilerek kısa zincirli yağ asitleri (asetat, propiyonat ve bütirat) üretirler. Pektinlerin prebiyotik özellikler gösterdiği, bağırsak mikrobiyotasının çeşitliliği ve bileşiminin yanı sıra asetat, propiyonat ve bütiratı daha sağlıklı bir duruma modüle ettiği belirtilmektedir. Ortaya çıkan mikrobiyota profili, pektinlerin yapısal özellikleriyle ilişkilendirilmiştir (Tan ve Nie, 2020). Pektin ve oligosakkarit karışımlarının kullanıldığı çalışmalar, pektik oligosakkaritlerin pektinlerden daha iyi prebiyotik özelliklere sahip olduğunu ve prebiyotik özellikleriyle iyi bilinen fruktooligosakkaritlere benzer veya daha iyi olduğunu ortaya koymuştur (Gómez vd., 2016).

Pektinlerin antidiyabetik, gastroprotektif, immünomodülatör ve antitümör özellikler sergilediği de bildirilmiştir (Liu vd., 2016; Naqash vd., 2017; Corrêa-Ferreira vd., 2018). Narenciye pektinlerinin, fosfatidilinositol 3-kinaz/protein kinaz B'nin düzenlenmesi yoluyla insülin duyarlılığı ve glikojen sentezindeki artışla ilişkili olduğu ve antidiyabetik etki gösterdiği vurgulanmıştır (Liu vd., 2016). Buna ilaveten, gastroprotektif özelliği ise gastrik mukus ve glutatyon seviyeleri gibi gastro-savunma mekanizmalarını artırma kapasitesiyle ilişkilendirilmiştir (Corrêa-Ferreira vd., 2018).

Farklı kaynaklardan elde edilen pektinlerin in vivo ve in vitro sistemlerde bağışıklık sistemini modüle etme yeteneğine sahip olduğunu belirtilmiştir (Amorim vd., 2016; Merheb vd., 2019; Busato vd., 2020). Pektinlerin antitümör yetenekleri, prebiyotik aktiviteleri, tümör büyümesinin engellenmesi ve onkogenlerin düzenlenmesi ile de ilişkilendirilmiştir (Naqash vd., 2017). "Modifiye pektin" olarak adlandırılan kimyasal, enzimatik ve/veya ısıtma işleminden sonra elde edilen pektinlerin kanseri önlediği ve azalttığı bildirilmektedir. Bunlardan en yaygın olanı modifiye narenciye pektinidir. Düşük molar kütle (15 kDa), düşük metoksil derecesine sahip olan modifiye pektin bağışıklık tepkisi ve detoksifikasyon ile ilgili çeşitli sağlık faydaları sunmasıyla birlikte patentlenerek PectaSol-C® adı altında ticarileştirilmiştir (Zhang vd., 2015).

1.9. Pektin Ekstraksiyon Yöntemleri

Kütle transferi hızını arttırmaya yönelik olarak uygulanan çeşitli ekstraksiyon yöntemleri pektinin elde edilmesini önemli derecede etkilemektedir. Elde edilen kalitatif verim ne kadar yüksek olursa, ekstraksiyon yöntemi de o kadar uygun olmaktadır. Asit kullanımında sıcak uygulamasıyla pektin ekstraksiyonu geleneksel olarak kullanılan yaygın yöntemdir. "Yeşil kimya" ilkesine dayanarak, pektin ekstraksiyonu için geleneksel ekstraksiyonun yanı sıra yüksek basınçlı işleme, mikrodalga, ultrases, ohmik ve enzim destekli ekstraksiyon gibi çok sayıda yeni teknoloji kullanılmaktadır. Yeni teknolojiler, işlem süresini, güçlü asitlerin kullanımını ve yüksek enerji girdisini azaltarak ekonomik bir avantaj sağlamaktadır (Singhal ve Swami Hulle, 2022; Adimas ve Abera, 2023; Roy vd., 2023).

Genellikle, bu yöntemlerin bildirilen verimlilikleri, laboratuvar sistemleri kullanılarak belirlenmiştir ve endüstriyel üretim için ölçeklendirme yapılırken optimizasyonlar gerekmektedir. Değişkenler arasında katı-sıvı oranı, asit gücü, sıcaklık/güç (kullanılan yönteme bağlı olarak), ekstraksiyon süresi ve çökeltme yöntemi yer almaktadır. Bu değişkenler sadece pektin verimini etkilemekle kalmaz, aynı zamanda esterleşme derecesi (DE), moleküler ağırlık, bileşim, saflık ve renk açısından pektinin niteliklerini de etkilemektedir (Roman-Benn vd., 2023).

Pektinin ekstraksiyonundan önce normalde tarımsal-endüstriyel artıkların ön işlemden geçirilmesi gerekmektedir. Bu işlemlerden bazıları, isteğe bağlı olmakla birlikte, nihai olarak çıkarılan pektinin kalitesine ve miktarına da önemli ölçüde katkıda bulunmaktadır. İlk olarak, kirletici maddeler ekstraksiyon verimliliğini düşürebileceğinden, tarımsal endüstriyel artıklara karışmış istenmeyen maddeler ayrıştırılarak temizlenmektedir. Suyla yıkama veya alkolle yıkama genellikle yeterlidir, ancak asitle yıkama pektin verimini artırabilmektedir. Fazla su çözücü gücünü ve dolayısıyla ekstraksiyon verimini düşürebileceğinden hammaddelerin kurutulması da tavsiye edilmektedir. Ancak, aynı ekstraksiyon koşulları altında, kurutulmuş hammaddelerden daha az pektin ekstrakt edildiğini ve kuru kabuğun rehidrasyon için ekstra zaman gerektirdiğini bildiren çalışmalar da literatürde mevcuttur (Roman-Benn vd., 2023).

Öğütme, ekstraksiyon için yüzey alanını arttırmak amacıyla malzemelerin ince bir toz haline getirilmesidir. Son zamanlarda, süper ince öğütmenin kütle transferini arttırarak pektin ekstraksiyonunu iyileştirmede etkili bir yol olduğu rapor edilmiştir (Tan vd., 2020).

1.9.1. Geleneksel yöntem ile pektin ekstraksiyonu

Pektin ekstraksiyonunun prensibi, çözünmeyen protopektinin pektine hidrolizine, takiben çözünmüş pektinin yığın çözücüyeye difüzyonuna ve son olarak ham pektin ürünleri elde etmek için etanol ile çökeltilmesine dayanmaktadır. Geleneksel ekstraksiyon tipik olarak ham maddelerin asitlendirilmiş suda bekletilmesi sonrası, hidroliz ve kütle transferini iyileştirmek için ısıtılmasını (geleneksel olarak ısı kaynağı olarak buhar kullanılır) gerektirmektedir (Gavahian vd., 2021).

Pektin geleneksel olarak asidik yapıdaki sulu bir ortamda (pH 1,5-3) 75-100 °C sıcaklık aralığında 1-3 saat ekstrakte edilmektedir. Ekstrakte edilen pektin daha sonra berraklaştırılıp konsantre edilmektedir. Kalitatif pektin verimi pH, katı-çözücü oranı, partikül boyutu, ekstraksiyon sıcaklığı ve süreden etkilenmektedir (Roy vd., 2023). Asidik pH, genel olarak güçlü mineralik asitler olan sülfürik asit, hidroklorik asit ve nitrik asit gibi oldukça aşındırıcı inorganik asitler (Dranca ve Oroian, 2018) veya yaygın olarak sitrik, asetik, okzalik, tartarik, malik asit vb. gibi organik asitler kullanılarak sağlanmaktadır (Cho vd., 2019). Yeşil kimya prensipleri doğrultusunda mineral asitler "yeşil kimya" kullanılarak organik asitlerle değiştirilebilmektedir. Bu faktörler nedeniyle, elde edilen pektin verimi için önemli bir varyasyon bildirilmektedir. Organik asitler mineral asitlere göre daha düşük hidrolizleme kabiliyetine sahip olsa da, yine de "temiz etiketli" bileşikler elde etmek için organik asitler kullanılmaktadır (Picot-Allain vd., 2022). Bununla birlikte, şelatlama maddeleri bu süreçte faydalı olsa da bazılarının pektin ekstraksiyonundan sonra uzaklaştırılması zor olabilmektedir. Hem mineral hem de organik asitler etkili olmakla birlikte, asit seçimi genellikle bunların bulunabilirliğine, işlem sonrası etkilerine, istenen özelliklere ve nihai ürünlerin gereklerine bağlıdır (Roman-Benn vd., 2023).

Ca^{+2} , hücre duvarındaki pektin matrisinin oluşumu için gerekli olsa da, sitrik asit, oksalik asit, amonyum oksalat, sodyum heksametafosfat, sikloheksandiamin tetraasetik asit veya etilendiamintetraasetik asit gibi şelatlama maddelerinin varlığı Ca^{+2} 'nin

yakalanmasına ve pektinin serbest bırakılmasına neden olabilmektedir (Huang vd., 2021). Şelatlama ajanları içeren ekstraksiyon çözücüler, tek başına asidik çözeltilerden daha fazla miktarda pektin ekstrakt edilebilmektedir (Begum vd., 2014).

Ekstrakte edilen pektinin kalitesini etkileyen bir diğer faktör de ekstraksiyon sıcaklığıdır. Yüksek sıcaklıklar pektin depolimerizasyonunu artırarak düşük metoksilli pektin ve poligalakturonik asit parçaları üretebilmektedir. Isı, çözünmeye olanak sağlayarak pektin verimini arttırmaktadır (Sayah vd., 2016). Daha yüksek sıcaklık ayrıca hücre duvarının parçalanmasını kolaylaştırmakta ve çözücünün bitki matrisine difüzyonuna yardımcı olarak pektin ekstraksiyonunu olumlu şekilde etkilemektedir. Sıcaklığın olumlu etkilerine rağmen, belirli bir sınırın üzerindeki sıcaklıkların daha sonra daha yüksek bir depolimerizasyon derecesi nedeniyle verimin düşmesine neden olduğu ve bunun da etanol tarafından çökeltilmeyen kısa zincirli moleküllerin oluşumuyla sonuçlandığı da bildirilmektedir (Hamidon ve Zaidel, 2017). Öte yandan, oda sıcaklığında ekstraksiyon sadece bitki hücre duvarına gevşek bir şekilde bağlı olan pektini çözer (Basanta vd., 2012) ve verim oldukça düşüktür. Geleneksel yöntemle pektin ekstraksiyonunda yüksek sıcaklıklara çıkılmasının önemini vurgulanırken pektin için optimum ekstraksiyon sıcaklığı kaynağa bağlıdır. Ancak, çoğu çalışmada 80-90 °C'nin yüksek verimli ekstraksiyon için optimum sıcaklık aralığı olduğunu bildirmiştir (Hamidon ve Zaidel, 2017; Chawafambira, 2021; Peighambardoust, 2021).

Geleneksel yöntem köklü bir endüstriyel proses olmasına rağmen, arzu edilen pektin verimini elde etmek için düşük pH, yüksek sıcaklık ve uzun işlem sürelerine ihtiyaç duyulmakta, bu da termal depolimerizasyon, yüksek enerji tüketimi, ekipman korozyonu ve çevre kirliliği gibi bazı belirgin dezavantajlara neden olmaktadır (Lv vd., 2017; Cho vd., 2019; Su vd., 2019a).

1.9.2. Mikrodalga yöntemiyle pektin ekstraksiyonu

Mikrodalga ısıtma, gıda ürünlerinin kurutulmasında, enzimlerin inaktivasyonunda, sterilizasyonda ve ekstraksiyonda uygulanabilen, gıda endüstrisinde gelişmekte olan bir termal teknoloji olarak kabul edilmektedir (Gavahian vd., 2021). Bu teknoloji, 300 MHz ila 300 GHz arasındaki frekansları (radyofrekans ısıtmaya benzer şekilde) kullanarak iyonik polarizasyon ve dipollerin dönmesi prensibine göre polar bileşenleri ısıtmaktadır (Barba vd., 2016; Wang vd., 2016). Ayrıca, mikrodalga işlemi biyokütle eldesini

hızlandırır ve elektromanyetik dalgalar enerjiyi çok hızlı, sürekli ve sürdürülebilir bir şekilde aktarabilir ve boşaltabilir. Bu işlemler biyokütlenin içindeki hücelere zarar vererek daha yüksek verimle gelişmiş bir ekstraksiyona imkan tanımaktadır (Taqi vd., 2020)

İyonik iletim, parçacık hareketlerinden sorumlu elektrik alanı üreten mikrodalga enerjisi tarafından başlatılan iyon ve elektronların elektroforetik transferine dayanırken, polar moleküllerin alternatif yer değişimini yani dipol rotasyonu ifade etmektedir. Buna göre, polar moleküllerin rotasyonla yer değiştirmesi, moleküllerin mevcut elektrik alanıyla hizalanma çabası içinde olduğu anda başlamaktadır. Bu iki birleşik mekanizma sinerji yaratmakta ve hızlı ısınma sonucu enerji salınımını teşvik etmektedir. Bu bir iç ısıtmadır, dolayısıyla hem hızlı materyal hasarını hem de hedeflenen bileşiklerin artan difüzyonunu desteklemektedir. Mikrodalga yayılımı sırasında, temas halindeki moleküller enerjiyi absorblar ve dielektrik sabitine göre verilen enerji miktarı daha yüksek veya daha düşük olabilmektedir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon süresince dielektrik sabiti yükselmesine bağlı olarak molekül daha fazla enerji absorplamaktadır. Bu da çözücünün daha fazla ısınmasına ve ekstraksiyonun daha yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmesine neden olmaktadır. Öte yandan, hedeflenen ekstrakt edilmiş bileşikler yüksek sıcaklıklara dayanmadığı zaman düşük polariteye sahip çözücüler kullanılabilir. Böyle bir mikrodalga ekstraksiyonu altında ısı, genleşme mekanizması ile hücre duvarlarını bozacak ve istenen değerli bileşiklerin hücresel materyalden difüzyonunu daha soğuk bir şekilde çözücüye doğru yönlendirilecektir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon değerli biyoaktif bileşikler elde etmek amacıyla da çeşitli bitki materyalleri için uygulanabilmektedir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yenilikçi bir ekstraksiyon teknolojisi olmakla birlikte farklı çözücülerle ve farklı ekstraksiyon yöntemleriyle birleştirilebilmektedir (Périno vd., 2016; Marić vd., 2018).

Genel olarak, geleneksel ekstraksiyon teknolojileri uzun işlem süresiyle birlikte büyük miktarlarda çözücü gerektirirken, mikrodalga destekli ekstraksiyon kısaltılmış işlem süresi, verimde önemli artış, daha düşük enerji tüketimi ve daha az çözücü kullanımı nedeniyle tercih edilmektedir. Bu nedenle mikrodalga destekli ekstraksiyon, proses konusunda çevre dostu bir çözümdür (Chemat vd., 2017).

Pektin ekstraksiyonunu geliřtirmek için kullanılan mikrodalga destekli ekstraksiyon yönteminin geleneksel ekstraksiyona göre daha kısa sürede daha yüksek miktarda pektin verimine sebep olduđu vurgulanmıřtır (Carbonell-Capella vd., 2017).

Ayrıca, bazı çalışmalar mikrodalga destekli ekstraksiyon ve geleneksel ekstraksiyon ile üretilen pektinlerde verim ve kalite açısından önemli bir fark olmadığını göstermiřtir. Bu, mikrodalga destekli ekstraksiyonun kullanılan numuneye baėlı olarak her seferinde ekstraksiyonu etkileyebileceğini veya etkilemeyebileceğini de göstermektedir (Mao vd., 2019; Mao vd., 2021).

Gıda atıklarından ve yan ürünlerden mikrodalga destekli pektin ekstraksiyonu geleneksel teknolojilere göre birçok avantaja sahip olmakla birlikte prosesin dikkatli bir şekilde optimize edilmesiyle daha da kabul edilebilir ve uygulanabilir olmaktadır (Marić vd., 2018).

Buna ek olarak, endüstriyel ölçekte ekstraksiyonda, mikrodalga gibi elektromanyetik yöntemlerin kullanılması ile büyük buhar kazanlarının ve karmařık ısı deėiřim cihazlarının kullanımından vazgeçilebilir (Ling vd., 2023).

1.9.3. Ultrases yöntemiyle pektin ekstraksiyonu

Ultrases 20 kHz ila 10 MHz frekans aralıėını kapsar ve ses enerjisinin insan iřitme eřiėinin üzerinde yayılmasını temel alan mekanik dalgalardan oluřmaktadır. Çeřitli şekillerde, yüksek frekanslı (>100 kHz) ultrases genellikle hasarsız kalite denetimleri için kullanılırken, düşük frekanslı ultrases (20-100 kHz) birincil iřlem verimliliğini artırmak için bir gıda iřleme tekniėi olarak kullanılmaktadır (Wen vd., 2018).

Ultrases temel olarak sıvı ve süspansiyon ortamlarında ses dalgası kavitasyonu, ses dalgasıyla oluřan termal veya mekanik etkiler olmak üzere üç tür etki meydana getirmektedir. Bunlar arasında, ses dalgalı kavitasyon teknikleriyle hücresel yapılarda parçalanma, bitki matris yüzeylerinde lokal erozyon, hücre zarlarında gözenek oluřumu ve sıvılarda kayma gerilimi veya türbülans gibi çeřitli fiziksel olaylar tetiklenir (Kumar vd., 2021; Tao vd., 2022). Bu teknikler pektinin ultrases ekstraksiyonu için ana mekanizmalar olarak tanımlanmıřtır (Gerschenson vd., 2021). Bu mekanizmalar, hücre duvarı parçalanmasını saėlamak, pektin salınımını kolaylařtırmak, bitki matrislerinde çözücü penetrasyonunu iyileřtirmek kořuluyla kütle transferini artırmak, ekstraksiyon

süresini azaltmak ve ürün verimini artırmak için aynı anda veya eşzamanlı olarak rol oynayabilmektedir (Ling vd., 2023).

Ticari ultrasonik banyolar ve ultrases probaları pektin ekstraksiyonu için yaygın olarak kullanılmaktadır. İlk yöntemde katı matris, hazne duvarının dışına tutturulan dönüştürücünün boyutuna bağlı olarak genellikle bir veya daha fazla dönüştürücüye sahip olan bir hazne içinde çözücü içinde dağıtılır. Ses enerjisi, haznede bulunan sıvıya geçer ve sıvı, çok fazla türbülans oluşturarak içinde dağılmış olan ürün üzerinde etkisini gösterir. Ultrasonik prob, metal bir proba bağlı bir dönüştürücüden oluşmaktadır. Bu prob daha sonra bir ekstraksiyon kabına yerleştirilerek daha yüksek yoğunlukta ve daha odaklı bir ultrases dalgası sıvıya gönderilmesi sonucu katıyı kırmakta ve dağıtmaktadır (Wen vd., 2018; Tao vd., 2022).

Ultrasonik banyo sistemi, prob sistemiyle karşılaştırıldığında, ekstraksiyon için genellikle daha düşük maliyetli ve kullanımı daha kolay bir seçenektir (Adetunji vd., 2017). Ultrases destekli ekstraksiyonda güç ultrasonik güç (W), güç yoğunluğu (W/cm^2) veya (W/cm^3) olarak ifade edilmektedir (Tang vd., 2018). Ultrases destekli ekstraksiyonda genellikle süreklilik ve darbe modları kullanılmaktadır. İlkinde, ultrasonik dönüştürücü ekstraksiyon işlemi boyunca açık kalırken, ikincisinde ultrasonik dönüştürücü açma ve kapama yaklaşımı kullanılarak çalıştırılır, burada toplam sonikasyon süresinin toplam ekstraksiyon süresine oranı çalışma döngüsü (%) olarak adlandırılmaktadır (Kumar vd., 2021).

Ultrases destekli ekstraksiyonda degradasyon süreci eş zamanlı olarak meydana gelerek hem iç (frekans, güç) hem de dış faktörler (sıcaklık, işlem süresi ve çözücü) pektinin bozulmasını etkilemektedir. Bunlar arasında, güç yoğunluğu sadece verimi değil aynı zamanda kalitesini de belirleyen anahtar faktördür. Genel olarak, uzun süre ve aşırı güç yoğunluğu uygulaması pektinin ortalama moleküler ağırlığında ve dektroz eşdeğerliğinde önemli bir düşüşe neden olurken, monosakkarit yapı etkilenmez fakat monosakkarit dağılımını biraz değiştirebilmektedir. Bu nedenle, kontrollü ekstraksiyon koşullarının oluşturulması hem pektin verimini hem de kalitesini artırmak için daha iyi sonuçların ortaya koyulmasına yardımcı olabilmektedir (Wang vd., 2018).

1.9.4. Elektrik alan temelli yöntemler ile pektin ekstraksiyonu

Elektrik alanlarının uygulanmasına dayanan farklı pektin ekstraksiyon teknikleri ile ilgili çalışmalarda literatürde yer almaktadır. Bunlar elektrik akışının türüne (doğru veya alternatif akım), darbeli veya sürekli olarak uygulanmasına, elektrik alan gücüne (kesit uzunluğuna göre uygulanan voltaj) ve ısı birikiminin genişliğine göre sınıflandırılabilirler. Başlıca elektrik alan ekstraksiyon yöntemleri olarak, ohmik ısıtma, ılımlı elektrik alanı, darbeli elektrik alanı, yüksek voltajlı elektrik deşarjı, indüklenmiş elektrik alanı ve elektromanyetik indüksiyon ısıtmalı elektrik alan destekli ekstraksiyon teknikleri öne çıkmaktadır (Ling vd., 2023).

İki etkinin elektrik alan tabanlı pektin ekstraksiyonunun temel mekanizmaları olduğu düşünülmektedir. Birincisi termal etki, ikincisi ise hücre membranları boyunca elektrik alan kaynaklı potansiyel farkı nedeniyle oluşan elektro-geçirgenlik ve elektroporasyon gibi termal olmayan etkilerdir (Rocha vd., 2018).

Literatürde tanımlanan elektrik alan tabanlı pektin ekstraksiyon sistemlerinin çoğu kesikli konfigürasyonda özel olarak üretilmiştir, ancak bu teknoloji kendi kendini sürekli uygulamaya kolayca uyum sağlayabilmekte ve sürekli sistemler endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Sistem genellikle bir güç kaynağı, transformatör, ekstraksiyon hücresi, iki elektrot, sıcaklık ve elektrik sensörleri ile bir veri depolayıcıdan oluşur (Sabancı vd., 2021). Elektrik alan gücü (V/cm) ve frekans (Hz), elektrik alan tabanlı ekstraksiyon işlemlerinde en çok kullanılan iki temel parametredir. Elektrik alan gücü genellikle pektin ekstraksiyon işlemini optimize etmek ve aynı zamanda pektin kalitesini belirlemek için önemli bir faktördür.

Ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon, pektin ekstraksiyonu için en çok çalışılan elektrik alan tabanlı sistemdir. Pektin üretim veriminin artan sıcaklık ve bekletme süresi ile arttığı ve enerji verimliliğinin %69'un üzerinde olduğu belirtilmiştir. Sistemin performans özelliklerinin belirlenmesi, gelecekte pilot ve endüstriyel ölçekli sistem/proses uygulamalarına önemli katkı sağlayabileceği vurgulanmıştır (Çilingir vd., 2021; Göksu vd., 2022).

1.9.5. Mekanik alan tabanlı yöntemler ile pektin ekstraksiyonu

Mekanik alan tabanlı ekstraksiyon, hücre matrisini parçalamak veya pektin ekstraksiyonu sırasında kütle transfer oranını artırmak için farklı mekanik kuvvetler kullanan bir tekniktir. Yüksek basınç, yüksek hızlı kesme ve süper ince öğütme destekli ekstraksiyon gibi çeşitli mekanik alan destekli pektin ekstraksiyon teknikleri kullanılmaktadır (Ling vd., 2023).

Yüksek basınç ekstraksiyon sistemleri 100-500 MPa basınç aralığında ve 20-50 °C altında çalışan termal olmayan bir yöntemlerdir. Ekstraksiyon performansını etkileyen temel çalışma parametreleri basınçlandırma hızı (MPa/s), basınç seviyesi (MPa) ve bekletme süresidir. Yüksek basınç ekstraksiyonunun mekanik etkileri, çözücünün biyokütleyle daha fazla nüfuz etmesini ve hücre yapısının bozulması nedeniyle kütle aktarım hızını artırarak pektinin salınmasını kolaylaştırmasını sağlamaktır (Xi, 2017).

Flaş ekstraksiyon olarak da adlandırılan yüksek hızlı kesme destekli ekstraksiyon, temel olarak hücre matrislerini etkili bir şekilde bozabilen ve homojenleştirebilen özel olarak tasarlanmış yüksek hızlı dönen kesici başlıklar tarafından üretilen güçlü kesme kuvvetine dayanmaktadır. Ayrıca, ultra hızlı dinamik moleküler geçirgenlik, güçlü titreşim ve şiddetli karıştırma gibi ikincil etkiler de katılar ve çözücüler arasındaki kütle transferini artırır. Yukarıdaki faktörlerin kombinasyonu ile yüksek hızlı kesme destekli ekstraksiyon birkaç dakika, hatta birkaç saniye içinde tamamlanabilmektedir (Qin ve Xi, 2021).

Süper ince öğütme destekli ekstraksiyon esas olarak ekstraksiyon sırasında kütle transferini artırmak için bir ön işlemdir. Genellikle 1 mm ila 100 µm arasında toz üreten normal öğütme ile karşılaştırıldığında, süper ince öğütme, esas olarak yoğun darbe, yıpratıcı öğütme kuvveti veya öğütme ortamının basıncı ve sürtünme sebebiyle 100 µm-1 nm'lik ince toz üretebilmektedir. İnce tozun önemli ölçüde artan reaktif yüzeyi, sonraki ekstraksiyon işlemleri sırasında pektin salınımını etkili bir şekilde kolaylaştırmaktadır (Tan vd., 2020). Pektin prosesi için, jet değirmen ve bilyeli değirmen hammaddelerin kuru öğütülmesini kolaylaştırmak için kullanılan iki yaygın araçtır (Gao vd., 2020).

1.9.6. Subkritik su ekstraksiyon yöntemiyle pektin ekstraksiyonu

Yüksek basınç altında kaynama noktasından (100 °C) daha yüksek bir sıcaklığa sahip su, subkritik su olarak adlandırılmaktadır. Bu gibi koşullar oluştuğunda su, geçirgenliğin azalması nedeniyle daha az polar bir çözücü gibi davranmaktadır. Yüksek sıcaklık aynı zamanda yüzey gerilimini azaltmakta ve subkritik suyun difüzivitesini artırmaktadır. Dolayısıyla, subkritik su tarımsal endüstriyel kalıntılardan pektinin ekstraksiyonunu kolaylaştırabilmektedir. Bununla birlikte, ekstraksiyon sıcaklığı belirli bir sıcaklık eşiğinin üzerinde olduğunda pektinin bozulması meydana gelmekte ve bu eşik, hammaddelerde bulunan pektinin bileşimiyle ilişkilendirilmektedir. Pektinin kahverengileşmesine yol açan yüksek sıcaklıklarda arzu edilmeyen maillard reaksiyonları da gerçekleşebilir. Öte yandan, pektinin daha iyi ekstraksiyonu ile diğer hücresel bileşenlerin (safsızlıklar) çözünürlüğü de artacaktır. Bu nedenle, farklı materyaller için optimum ekstraksiyon sıcaklığının deneysel olarak belirlenmesi gerekmektedir (Roman-Benn vd., 2023).

Subkritik su ile ekstraksiyonda sıcaklık ve uygulanan basınç farklı kaynaklardan elde edilen pektinlerin molekül ağırlıklarını, galakturonik asit içeriklerini değiştirmekle birlikte uygun koşullar elde edilen materyale göre değişmektedir (Wang vd., 2014; Liew vd., 2018). Sıcaklığın yanı sıra, ekstraksiyon süresi ve sıvı/katı oranı da subkritik su ekstraksiyon yönteminde kritik öneme sahip olurken herhangi birinin değiştirilmesi verimin değişmesine sebebiyet vermektedir (Li vd., 2019). Subkritik su ekstraksiyonu, avantajlarını artırmak için diğer ekstraksiyon teknikleriyle de kombine edilebilmekte olup ultrases yöntemiyle birleşiminin pektin verimini oldukça arttırdığı belirtilmiştir (Chen vd., 2015).

1.9.7. Enzim destekli pektin ekstraksiyon

Pektinin enzim yoluyla ekstraksiyonunun verimliliği, reaksiyonun yeterli seçicilik ve özgüllikle yürütülmesinden sorumlu oldukları için büyük ölçüde enzimlerin potansiyeline bağlıdır. Enzimatik ekstraksiyonda, enzimlerin hücre bileşenleri üzerindeki etkisinin hücre parçalanmasına neden olması ve böylece pektinin serbest kalmasıyla ekstraksiyon süresi azalmaktadır (Yang vd., 2018). Enzimatik ekstraksiyonun diğer ekstraksiyon tekniklerine göre başlıca avantajları arasında ekipmanın güçlü asitlerin neden olduğu korozyona sebebiyet vermemesi, enzimlerin

özgüllüğü nedeniyle daha yüksek kaliteli pektin eldesi ve düşük sıcaklıkta işleme nedeniyle düşük enerji girdisi yer almaktadır (Marić vd., 2018).

Pektin ekstraksiyonu için yaygın olarak kullanılan enzimler selülaazlar, hemiselülaazlar, ksilanazlar, proteazlar ve protopektinazlardır. Bu enzimlerin maliyetli olması sebebiyle diğer teknikler arasında önemli bir dezavantaja sahiptir. Ayrıca yöntemde kullanılan enzimler pH'a duyarlı olduğu için çözücü olarak güçlü asitler yerine tamponlar kullanılabilir (Picot-Allain vd., 2022). Enzimatik ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen pektin veriminin geleneksel yöntemle elde edilen pektin verimine göre farklılık göstermemesine rağmen enzimatik yöntemle kıyasla daha kaliteli özelliklere sahip pektin eldesinin gerçekleştiği vurgulanmıştır (Dominiak vd., 2014; Liew vd., 2016).

1.10. Pektin Ekstraksiyonu ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Rahmani vd. (2020) tatlı limon kabuğundan mikrodalga destekli pektin ekstraksiyonunu Box-Behnken tasarımı kullanılarak optimize etmiş ve en yüksek pektin verimini (%25,31) 700 W mikrodalga gücü, 3 dakika ısınlama süresi ve 1,5 pH çalışma koşullarında elde edildiğini belirlemişlerdir.

Sucheta vd. (2020) siyah havuç posasından pektin üretimi optimizasyonunda, optimum pektin üretim koşullarını mikrodalga destekli ekstraksiyon için 110°C/5dk, ultrason destekli ekstraksiyon için 70°C/30 dk ve geleneksel ekstraksiyon yöntemi ile 110°C'de 90dk (2,5 pH) olarak belirlemişlerdir. En yüksek verimi geleneksel yöntem (0,22 kg / kg posa) ile elde etmişler, ardından etki olarak mikrodalga destekli ve sonrasında ultrason destekli ekstraksiyonların etkili olduğunu bildirmişlerdir.

Rodsamran ve Sothornvit (2019) tarafından, mikrodalga ve geleneksel ısıtma yöntemleri ile lime posalarından farklı asit (hidroklorik veya sitrik asit) ve katı-sıvı oranları (1/20 veya 1/40) kullanılarak pektini özütleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Ekstraktant olarak hidroklorik asit, her iki yöntemde de yüksek pektin verimi sağlanmakla birlikte, mikrodalga ile yapılan ekstraksiyon işleminin çok daha hızlı ve etkin olduğu vurgulanmıştır.

Su ve ark. (2019) portakal kabuğundan pektin ekstraksiyonu için yüzey aktif madde ve mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemini kullanmışlardır. Mikrodalga destekli ekstraksiyon koşulları olan, işlem süresi, sıvı-katı oranı ve pH' nın pektin verimi,

galakturonik asit içeriği ve esterleşme derecesi üzerine etkisini Box-Behnken tasarımı kullanarak incelemiştir. Mikrodalga ile ekstraksiyon için optimal koşullar altında (pH 1,2, 7,0 dk ve 21,5 sıvı/katı) verimi $28,0 \pm 0,5$ olarak belirlemiştir. Sürfektant olarak Tween-80 kullanılarak geliştirilen mikrodalga destekli ekstraksiyonla elde edilen pektinin geleneksel çözücü ekstraksiyonu elde edilen pektine nazaran daha yüksek verim (%32,8), galakturonik asit içeriği (%78,1), dekstroz eşdeğerliği (%69,8) ve molekül ağırlığına (286,3 kDa) sahip olduğunu belirlemiştir.

Yang ve ark. (2019) patates posalarından HCl ile ultrason-mikrodalga destekli ekstraksiyonunu yüzey yanıt metodolojisi kullanılarak pektin ekstraksiyon yöntemini optimize etmiştir. Ekstraksiyon sıcaklığı, pH ve ekstraksiyon süresinin verim üzerindeki etkileri değerlendirilmiş ve optimal koşullarda ekstrakte edilen pektinin yapısal özellikleri incelenmiştir. Verimin, 93°C , pH 2 ve 50 dakika süreyle optimum koşullar altında $22,86 \pm 1,29$ olduğu rapor edilmiştir. Elde edilen pektinin, dallı ramnogalakturonan I bakımından zengin (%61,54 mol), düşük metoksil (%32,58), ancak yüksek oranda asetillenmiş (%17,84) ve moleküler ağırlığı $1,537 \times 10^5$ g/mol olarak belirlenmiştir.

Wang vd. (2007) tarafından, kurutulmuş elma posasından pektin ekstraksiyonu için mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemini uygulanmışlar ve ekstraksiyon işlem parametrelerinin pektin verimi üzerindeki etkilerini optimize etmek için yüzey yanıt metodolojisini (RSM) kullanmışlardır. Ekstraksiyon süresi (dakika), HCl çözeltisinin pH'ı, katı: sıvı oranı ve mikrodalga gücü (W) gibi dört bağımsız değişken kullanılarak, bu değişkenlerin verimlilik, enerji tasarrufu ve deneyin fizibilitesi üzerine etkisi göz önüne alındığında, pektin ekstraksiyonunun optimum koşulların; 20,8 dk ekstraksiyon süresi, pH 1,01, katı: sıvı oranı 0,069, mikrodalga gücü 499,4 W olduğu belirlenmiştir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon yönteminin belirgin bir şekilde çok daha hızlı ve daha verimli olduğu belirlenmiştir.

Sengar ve ark. (2020) endüstriyel domates artıklarından pektin ekstraksiyonu beş farklı ekstraksiyon tekniği (ultrason destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon, ohmik ısıtma destekli ekstraksiyon, ultrason destekli mikrodalga ekstraksiyonu ve ultrason destekli ohmik ısıtma ekstraksiyonu) kullanarak farklı güç seviyelerinde ekstraksiyon ve bozulma kinetiğini incelemiş ve ekstraksiyon sürecini optimize etmiştir. Pektin verimi için en düşük verimin %9.30 ile ohmik ısıtma destekli

ekstraksiyon yönteminde, en yüksek verimin ise %25,42 ile mikrodalga destekli ekstraksiyon yönteminde elde edildiği bildirilmiştir. Ayrıca, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve ultrason destekli mikrodalga ekstraksiyonu ile ekstrakte edilen pektin veriminde çok az fark olmasına rağmen esterleşme derecesinin sırasıyla $59,76 \pm 0,70$ ve $73,33 \pm 1,76$ bulunarak bir birbirinden çok farklı olduğunu bildirmişlerdir. Optimize edilmiş koşullar altında ekstrakte edilen tüm pektinler kabul edilebilir saflığa sahip olduğu ve galakturonik asit içeriklerinin $675,8 \pm 11,31$ ile $913,3 \pm 20,50$ g/kg pektin aralığında olduğunu belirlemişler. Ultrason destekli mikrodalga ekstraksiyonunun, kullanılan diğer işlemlere kıyasla pektin kalitesinin yanı sıra ekstraksiyon verimi açısından da daha iyi bir yeşil ekstraksiyon teknolojisi olarak kabul edilebileceğini vurgulamışlardır.

Hou vd. (2021) çeşitli pH değerlerinde (2,0, 8,0 ve 12,0) yüksek basınç işleminin turuncgil pektik polisakkaritin makromoleküler, yapısal, antioksidan kapasitesi, reolojik özellikleri ve jel özellikleri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Basınç ve pH'ın pektin verimini ve ramnogalakturonan I (RG-I) yapısını önemli ölçüde etkilediğini ifade etmişlerdir. Yüksek basınç ekstraksiyonunun (500 MPa/10 dk) pH 12'deki verimi (%28,13-%33,95) pH 2 (%14,85-%16,11) ve pH 8'deki verimden (%8,75-%9,65) önemli ölçüde daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Yüksek basınçlı alkali ekstraksiyon ile elde edilen pektinin pektik polisakkaritin RG-I oranının (%74,51), geleneksel pektininkinden (41,83 %) önemli ölçüde daha yüksek olduğu bildirilmiştir. Sonuçlar, alkali şartlarda yüksek basınç destekli yöntemin potansiyel bir pektik polisakkarit ekstraksiyon teknolojisi olduğunu göstermiştir.

Lal vd. (2021) jak meyvesi artıklarından pektin ekstraksiyonu için darbeli elektrik alanları ve mikrodalga destekli ekstraksiyon kombinasyonunu içeren üretim şartlarını Box-Behnken tasarımı kullanarak optimize etmişlerdir. Pektin üretimi için en uygun optimize edilmiş çalışma koşullarının, darbeli elektrik alan için işlem gücü 11,99 kV/cm, işlem süresi 5,47 dk olurken, mikrodalga destekli ekstraksiyon için güç yoğunluğu 647,30 W/g ve işlem süresi 5 dk olarak belirlenmiştir. Darbeli elektrik alan ve mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde edilen pektinin esterleşme derecesi ve metoksil yüzdesinin geleneksel yöntem ile elde edilen pektinden daha düşük olduğunu tespit etmişlerdir. Taramalı Elektron görüntüleri incelendiğinde, ekstraksiyon veriminin artmasına bağlı olarak parankimal hücreler de kopma ve parçalanmanın arttığını

gözlemlemişlerdir. Dolayısıyla, darbeli elektrik alan işleminin ardından mikrodalga destekli ekstraksiyonun, geleneksel yöntemle göre gelişmiş fonksiyonel özelliklere sahip daha yüksek pektin ekstraksiyonu ile sonuçlandığı sonucuna varmışlardır.

Zheng ve ark. (2021) yapılan bir çalışmada, yanıt yüzey metodolojisi ile elma posasından pektin elde etmek için radyo frekans destekli ekstraksiyon yöntemini kullanmışlardır. Radyo frekans destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve geleneksel ekstraksiyon tarafından kullanılan pektinin kinetiği, fizikokimyasal ve yapısal özellikleri aynı çalışma koşulları altında karşılaştırılmıştır. Optimize edilmiş radyo frekans destekli ekstraksiyon koşulları, 2,2 çözücü pH'ı (sitrik asit), 88°C ısıtma sıcaklığı ve 19 dakika bekletme süresi olarak belirlenmiştir. Pektin verimi, radyo frekans destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve geleneksel ekstraksiyon için sırasıyla $11,24 \pm 0,69$, $10,58 \pm 0,59$ ve $7,46 \pm 0,92$ olarak elde edilmiştir. Ekstrakte edilen üç pektin örneği arasında, radyo frekans destekli ekstraksiyon ile elde edilen pektinin en yüksek esterleşme derecesine, galakturonik asit içeriğine ve ABTS süpürme kapasitesine ve en açık renk görünümüne sahip olduğu ifade edilmiştir. FTIR, XRD ve ^1H NMR analizlerin de her üç yöntemle ekstrakte edilen örneklerin pektinde doğal olarak bulunan karakteristik fonksiyonel grupları içerdiğini doğrulamıştır, ancak bunlar arasında ana kimyasal yapılarda önemli bir fark gözlemlenmemiştir. Hem radyo frekans destekli ekstraksiyon hem de mikrodalga destekli ekstraksiyon ile elde edilen pektinin yüzey morfolojisi, geleneksel ekstraksiyon ile elde edilen pektine kıyasla daha fazla çatlak ile daha pürüzlü olduğu görülmüştür. Genel olarak, radyo frekans destekli ekstraksiyon yönteminin kalite açısından umut verici bir ekstraksiyon teknolojisi olarak kabul edilebileceği bildirilmiştir.

Mao ve ark. (2019) farklı çözücüler kullanılarak atmosferik basınçta mikrodalga destekli ekstraksiyon ve geleneksel çözücü ekstraksiyonu, basınç altında mikrodalga destekli hidrotermal ekstraksiyon yöntemlerini kullanarak potansiyel bir prebiyotik kaynağı olan ramnogalakturonan-I bakımından zengin şeker pancarından pektin ekstraksiyonu gerçekleştirmişlerdir. Optimum koşullar dikkate alındığında işlem süresi (120dk) ve sıcaklığı (90°C) bakımından mikrodalga destekli ekstraksiyon ve geleneksel ekstraksiyon arasında belirli bir fark gözlemlenmezken mikrodalga destekli hidrotermal ekstraksiyonun sıcaklığının (130°C) yüksek olduğu sürenin (10dk) oldukça düşük olduğunu belirlemişlerdir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon (pH:13) ile elde edilen

ekstraktların en yüksek verim (%25,3) ve en yüksek ramnogalakturonan-I içeriğine (260,2 mg/g) sahip olmasına karşı %7,5 pektin verimi ve 166,7 mg/g ramnogalakturonan-I içeriğine sahip mikrodalga destekli hidrotermal ekstraksiyon (su) ile elde edilen ekstraktlar takip etmiştir.

Karbuz ve Tugrul (2021) artık limon, mandalina ve kivi kabuğundan hidroklorik asit ve nitrik asit ekstraksiyon ajanlarını kullanarak ultrason ve mikrodalga destekli ekstraksiyon yöntemleriyle pektin ekstrakte edilmiştir. Her iki ekstraksiyon yöntemi ile tüm kabuk örneklerinden pektin ekstraksiyonu için optimum koşullar belirlenmiştir. Çözücü olarak hidroklorik asit kullanıldığında kivi kabuğu, 75 C'de 45 dakika ultrason destekli ekstraksiyon ile %17,30 ve 360 W'da 3 dakika mikrodalga destekli ekstraksiyon ile %17,97 verimle en yüksek pektin verimini elde edilmiştir. Limon, mandalina ve kivi kabuklarının ekstraksiyon verimleri incelendiğinde mikrodalga destekli ekstraksiyonun ultrason destekli ekstraksiyondan daha iyi bir verime neden olduğu ve bu nedenle kabuklardan pektin ekstraksiyonu için etkili ve hızlı bir teknik olarak kullanılabileceği sonucuna ulaşılmıştır. İki farklı ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen pektinin kimyasal yapılarının benzer olduğu ve yüksek metoksil derecesine sahip olduğu belirtilmiştir.

Calvete Torre ve ark. (2021) elma şarabı üretiminden elde edilen mineraller, lifler (%35-52,9) ve polifenoller bakımından zengin dokuz değişik elma posasından pektin ekstraksiyonu için geleneksel asit ısıtma işlemi ve ultrason destekli yöntem ile gerçekleştirerek kimyasal karakterizasyonlarını tanımlamışlardır. Ekstrakte edilen pektinlerin, monomer bileşiminde yüksek değişkenlik göstermiş, metilesterifikasyon dereceleri %58-88 arasında değişiklik gösterirken, bu durum pektinlerin fonksiyonel özellikleriyle güçlü bir şekilde ilişkilendirilmiştir. Optimum işlem koşullarında (pH: 2,5, 60°C, 30dk, 1/50 K/S) işlem süresinde üretilen pektinin veriminin %7,9, galakturonik asit içeriğinin %66,7, moleküler ağırlığının 612,0 kDa olduğunu tespit edilmiştir. Ultrason destekli ekstraksiyon pektin verimini artırmamasına rağmen, düşük glukoz/mannoz gibi "pektin olmayan" bileşenlerin seviyelerini en aza indirerek yüksek saflıkta pektin elde edildiğini bildirmişlerdir. Ekstrakte edilmiş pektinlerin büyük ölçüde yapısal özelliklerine bağlı olan potansiyel gıda uygulamalarını (jelleştirici/koyulaştırıcı maddeler veya prebiyotikler) kolaylaştırmak için elma çeşidinin seçiminin oynadığı kilit rolü vurgulanmıştır.

Ezzati vd. (2020) ultrason destekli ekstraksiyon tekniği kullanılarak ayçiçeği yan ürününden pektin elde etmişlerdir. Pektin üretimi için optimum koşulda (30 dk, 33 °C ve 400 W) %11,15 verimi elde etmişlerdir. Bu koşul altında, ayçiçeği pektininin düşük esterleşmiş galakturonik asit içeriği (%72,94) bakımından zengindi ve ortalama 175,353 kDa moleküler ağırlığa sahip uzun galaktan, arabinogalaktan ve arabinan yan dallarına sahip olduğunu bildirmişlerdir. Elde edilen pektinin yapısal özellikleri FTIR, NMR, XRD spektroskopileri kullanılarak karakterize edilmiştir. DSC ve TGA ile yapılan termal analizler ayçiçeği pektini için uygun termal stabiliteyi göstermiştir. Çözünürlük, su ve yağ tutma kapasiteleri, emülsifiye etme kapasitesi, emülsifiye etme stabilitesi, köpük stabilitesi, DPPH ve ABTS inhibisyonları deneyi sonucu ayçiçeği pektininin bir gıda bileşeni olarak değerlendirilme potansiyelini yüksek olduğu yargısına ulaşmışlardır.

Shivamathi ve ark. (2022)'nin çalışmasında ultrason destekli ekstraksiyon tekniği kullanılarak ananas kabuğu atıklarından pektin ekstraksiyonu incelemişlerdir. Ultrasonikasyon süresi (15-30 dk), sıvı-katı oranı (10-20 mL/g), sıcaklık (50-80 °C) ve pH (1-2) gibi bağımsız değişkenler aracılığıyla maksimum pektin ekstraksiyonu için optimum koşulları belirlemek üzere yanıt yüzey metodolojisi (RSM) kullanmışlardır. Maksimum pektin verimi (%16,24) 15,20 mL/g sıvı-katı oranı, 21,88 dakika ultrasonikasyon, 70,83°C ve pH 1,0'de elde edilmiştir. Ekstrakte edilen pektin, anyon değişim kromatografisi kullanılarak saflaştırılmış ve saflık indeksi %89,5-90 olmuştur. Saflaştırılan pektin fraksiyonları ince tabaka kromatografisi ile analiz edilmiş ve SEM, FTIR, TGA, XRD, 1D ve 2D NMR ile karakterize edilerek, yağ ve su tutma kapasitesi gibi diğer fonksiyonel özellikleri de belirlenmiştir. Ayrıca, antinutrisyonel ve antioksidan özelliklere belirlenerek, ekstrakte edilen pektinin toksik içermeyen bir bileşik olduğu doğrulanmıştır. Ananas kabuğu atıklarından elde edilen pektinin iyi kalitede olduğunu ve ilaç endüstrisinde katma değerli bir ürün olarak kullanılabileceğini vurgulamışlardır.

Riveros-Gomez vd. (2022) hidrolitik ajan olarak sitrik asit kullanarak endüstriyel ayva atığından pektin ultrason destekli ekstraksiyon koşullarını optimize etmişlerdir. Pektin verimi, proses maliyeti ve CO₂ emisyonu farklı koşullar altında hesaplamışlar ve her bağımlı değişken için bir polinom fonksiyonu belirlemişlerdir. Pektin verimini maksimize ve proses maliyetini minimize edecek uygun ekstraksiyon koşullarını

bulmak için "Genetik algoritmalar" olarak bilinen çok amaçlı bir optimizasyon tekniği kullanmışlardır. Elde edilen optimum ekstraksiyon koşulları pH:2,12, sıvı-katı oranı 25:1, 48.98 dk süre ve 85,2 °C sıcaklık olarak belirlemişlerdir. Elde edilen pektinin proses verimi %12,78, maliyeti 1,501 dolar/kg pektin ve CO² emisyonunu 0,565 kg CO²/kg pektin olarak hesaplamışlardır.

Naik ve ark. (2020)'in yapmış olduğu çalışma, radyo frekansı destekli ekstraksiyon kullanarak Jak meyvesi artığından (kabuğundan) pektin ekstraksiyonunu incelemişlerdir. Optimum radyo frekansı destekli ekstraksiyon koşulları 61,50 dk radyo frekansı süresi, 20,63:1 (mL/g) sıvı-katı oranı ve pH:2,61 olarak bulunmuştur. Bu koşullar altında, ekstraksiyon verimi ve esterleşme derecesi sırasıyla %29,40 ve %65,07 olarak belirlenmiştir. Esterleşme derecesi Jackfruit pektininin yüksek metoksil pektin olarak kategorize edildiğini göstermektedir. Geleneksel ekstraksiyon yöntemiyle (%12,37) karşılaştırıldığında, radyo frekansı destekli ekstraksiyonun pektin verimi (%29,40) çok daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, pektin çözeltilerinin psödoplastik akış davranış indeksi gösterdiğini ortaya koymuşlardır. Dolayısıyla, radyo frekansı destekli ekstraksiyonun Jak meyvesi kabuğundan pektin ekstraksiyonu için etkili, zaman kazandıran ve çevre dostu bir yöntem olduğu vurgulanmıştır.

Thu Dao ve ark. (2021) kırmızı etli (*Hylocereus polyrhizus*) ejder meyvesi, beyaz etli ejder meyvesi (*Hylocereus undatus*) ve çarkıfelek meyvesi (*Passiflora edulis*) kabuklarından pektin ekstraksiyonu için maksimum verim elde etmek üzere geleneksel ve mikrodalga destekli ısıtmanın optimum parametrelerini belirlemişlerdir. Geleneksel yöntemde ekstraksiyon süreleri ve sıcaklıklar Minitab tarafından tasarlanan yanıt yüzey metodu kullanılarak optimize edilirken, mikrodalga destekli ısıtma için değişkenler mikrodalga gücü, pH, ekstraksiyon süresi ve sıvı/katı oranı seçilmiştir. Ekstraksiyon koşulları ve kabuk türünün verim üzerinde önemli etkilerinin olduğu; geleneksel ısıtma kullanıldığında pektin verimi beyaz etli ejder meyvesi için %5,81-13,11, kırmızı etli ejder meyvesi için %8,99-15,12 ve çarkıfelek meyvesi için %8,56-13,95 arasında değiştiğini gözlemlemişlerdir. Mikrodalga destekli ekstraksiyon kullanıldığında, kırmızı etli ejder meyvesinin pektin verimi zaman, mikrodalga gücü ve sıvı-katı oranından etkilenirken, dört değişken de beyaz etli beyaz ejder meyvesinin pektin verimi üzerine etkili olduğu tespit edilmiştir. Mikrodalga gücü, pH ve sıvı:katı oranının çarkıfelek meyvesinden elde edilen pektin verimi için belirleyici faktörleri olduğu belirtilirken,

%18,73 ile bildirilen en yüksek verime sahip olduğu ve aynı zamanda esterleşme derecesinin değişkenlik gösterdiği tespit edilmiştir. FTIR ile yapılan yapısal değerlendirme, izole edilen pektinin ticari olarak temin edilen narenciye pektinine çok benzediğini doğrulamıştır. Bu sonuçlar neticesinde, artık olarak atılacak olan bu meyve kabuklarının, mevcut ticari kaynaklara benzer kaliteyi korurken, hızlı ve basit yöntemlerle ekstrakt edilebilen değerli pektin kaynakları olma potansiyeline sahip olduğunu belirtmiştir.

Han vd. (2022) yapmış oldukları çalışmada indüklenmiş voltajı, elma posasından pektin ekstraksiyonunda uygulamışlardır. Optimum 1200 V voltajda, 55°C'de 20 dakika içinde 20 kHz frekansta elde edilen pektin verimi (%32,5) 90°C'de 2 saat boyunca geleneksel ısı ekstraksiyonuna (%16,6) kıyasla daha yüksek olduğu belirtilmiştir. İndüklenmiş voltaj destekli ekstraksiyon ile üretilen pektin, geleneksel ısı ekstraksiyonuyla elde edilen pektinden daha yüksek dektroz eşdeğerliği, galakturonik asit içeriği, asetil değeri ve daha iyi renk değeri göstermesine karşı daha düşük moleküler ağırlığa sahip olduğu vurgulanmıştır. Ayrıca, su tutma kapasitesi ve yağ tutma kapasitesi gibi fonksiyonel özellikleri geleneksel teknik ile üretilen pektine göre daha iyi performans göstermiştir. Bu iki ekstraksiyon yöntemi karşılaştırıldığında, indüklenmiş voltaj destekli ekstraksiyon yönteminin zaman kazandıran ve çevre dostu bir yöntem olduğu kanıtlanmıştır.

1.11. Taguchi Yöntemi

Taguchi yöntemi Genichi Taguchi tarafından 1950'lerde geliştirilmiş üretilen ürünlerin kalitesini iyileştirmeyi amaçlayan istatistiksel bir yöntemdir. Bu üretilen ürünlerin ve üretim süreçlerinin iyileştirilmesi, bir ürünün üretim kalitesinin gürültüler veya kontrol edilemeyen değişkenler olarak da bilinen dış etkilerden etkilendiğinin farkına varılmasından kaynaklanmaktadır. Taguchi yöntemi, bu tür gürültüleri tanımlamak ve hangi parametrelerin veya kontrol edilebilir değişkenlerin amaç fonksiyonu üzerinde en fazla gürültüye ve etkiye sahip olduğunu değerlendirmek için bir süreci tanımlamaktadır. Hedef ise proseslerin, optimize edilmesi, maksimize edilmesi ya da minimize edilmesini amaçlayan sistem çıktısını elde etmektir (Chen vd., 2022).

Sistem değerlendirmesi, Taguchi yöntemi yaklaşımları olan sistem tasarımı, parametre tasarımı ve tolerans tasarımı birini seçerek başlamaktadır (Karna ve Sahai, 2012).

Sistem parametrelerini optimize etmek için bir parametre tasarımı yaklaşımı kullanılır. Öncelikle ve en önemlisi, bir amaç fonksiyonunun ve amaç fonksiyonunu etkileyen parametrelerin tanımlanması gerekmektedir. Bu parametrelerin her biri için farklı seviyeler atanacak ve farklı seviyelerinde seçilen parametrelerden bir ortogonal dizi seçilmektedir. Seçilen bu ortogonal dizi, deneylerin nasıl yürütüleceğine rehberlik etmektedir. Deney sonuçları daha sonra şu üç durumdan biri açısından analiz edilmektedir: "ne kadar büyükse o kadar iyi", "ne kadar küçükse o kadar iyi" ve "hedefte" veya minimum varyasyon olarak da bilinen "nominal o kadar iyi" (Chen vd., 2013; Babayigit vd., 2016). Bu durumların her biri sinyal-gürültü (S/N) oranı olarak adlandırılan logaritmik bir fonksiyonla tanımlanmaktadır. Amaç, hangi parametrenin hedef fonksiyon üzerinde en fazla etkiye sahip olduğunu değerlendirmek için her parametrenin ortalama S/N oranının karşılaştırılabilmesi için belirli sayıda deney yapmaktır. Tüm deneyler yapıldıktan ve S/N oranları değerlendirildikten sonra, bir sonraki adım parametrelerin belirli seviyelerdeki ortalama S/N oranlarını değerlendirmektir. Ardından, en yüksek ortalama S/N oranı değeri ile en düşük ortalama S/N oranı değeri arasındaki en büyük aritmetik farka sahip parametre, bulgu üzerinde en fazla etkiye sahip parametre olarak belirlenmektedir (Güneş vd., 2011; Chen vd., 2022). Dikkate alınan her parametre için, en yüksek ortalama S/N oranlarını veren deneysel değerler, o parametrenin optimum çalışma değeri olarak kabul edilmektedir (Kopac vd., 2002).

2. BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal

2.1.1. Elma Posası

Yapılan tez çalışmasında pektin üretimi için hammadde olarak kullanılan elma posaları (Şekil 2.1) Göknur Gıda Maddeleri Enerji İmalat İthalat İhracat Ticaret ve Sanayi A.Ş.' den temin edilmiştir. Temin edilen elma posaları ayıklama ve yıkama işleminden geçirilerek 35-40°C' de tepsili fırında (Eksis TK-Lab, Türkiye) kurutulmuştur. Pektin ekstraksiyonları için parçacık boyutuna düşürülerek (<500µm) toz haline getirilmiştir.



Şekil 2. 1. Elma Posası

Çalışma kapsamında analitik saflığa sahip olan kimyasallar kullanılmıştır. Kullanılan kimyasallar: Borik Asit (Merck 100165), DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) (Sigma-D9132), Etil Alkol (Merck 100971), Folin ve Ciocalteu's Phenol Reagent (Merck 109001), Hidroklorik Asit (Merck 100314), Asetik asit (Merck 100063), Sitrik asit (Merck 100244), Fosforik asit (Merck 100573), Laktik asit (Merck 100366),

Metanol (Merck 106007), Sodyum Hidroksit (Merck 106462), Sodyum Karbonat (Merck 106392), Sülfirik Asit (Merck 100713), ABTS (2,2'-Azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonicacid) (Sigma A1888), D(+)Ksiloz (Merck 108689), D(+) Galakturonik asit (Sigma CN: 91510-62-2), Sodyum tetra borat (Merck 106303), m-fenil fenol (Sigma 262250), Fenol ftalein (Sigma 33518), L-Ramnoz (Sigma CN: 10030-85-0), D(+) Galaktoz (Sigma CN: 59-23-4), L(+) Arabinoz (Merck 101492), 1-Fenil-3-Metil-5-Pirazolon (Sigma CN: 89-25-8), PBS Tablet (Sigma P4417).

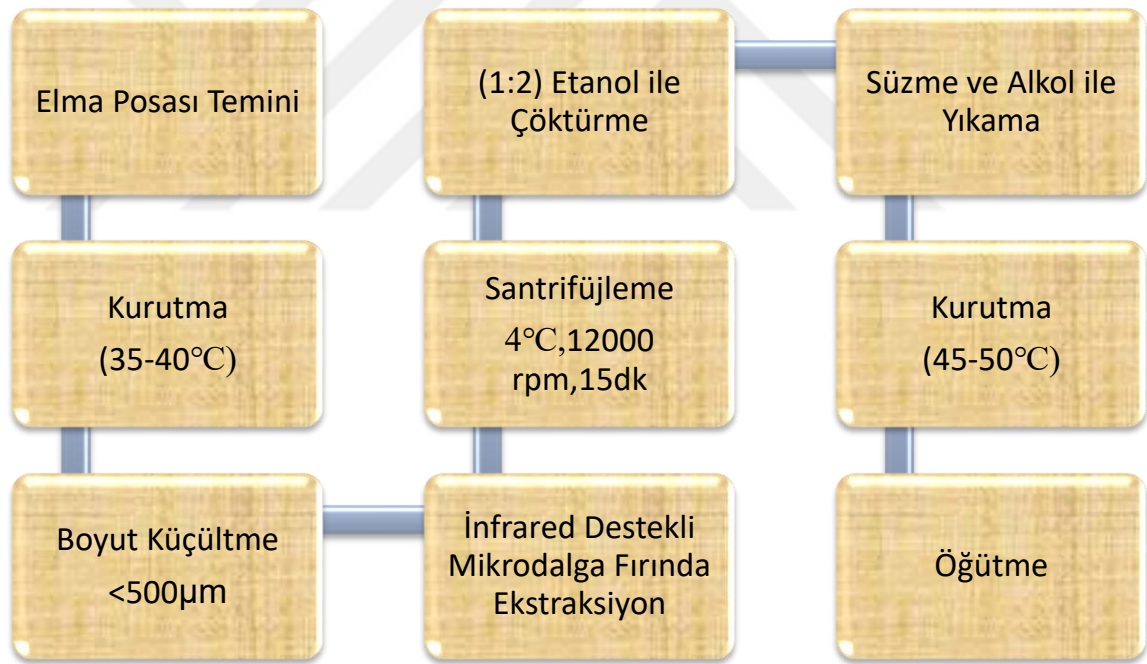
2.2. Yöntem

Bu tez çalışması temel olarak 4 aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamada (1. aşama), hammadde standardizasyonu ve pektin üretim yöntemi için kalite parametreleri belirlenmiştir. İkinci aşamada, belirlenen kalite parametreleri referans alınarak farklı organik ve inorganik asitler ile farklı üretim yöntemlerini içeren deneme desenleri oluşturulmuştur. Üçüncü aşamada, gerçekleştirilen optimizasyon çalışmaları sonucu elma pektini üretimi için en uygun ekstraksiyon koşulları belirlenip test edilerek doğrulanmıştır. Son ve dördüncü aşamada ise; ekstrakte edilen pektinler üzerinde uygulanan yöntemlerin ve farklı asidik ortam koşullarının elma pektinin fizikokimyasal, reolojik ve yapısal özelliklerine olan etkilerinin tespiti sonrası üretilen elma pektinleri karakterize edilmiştir. Tez çalışması kapsamında uygulanan işlemler çeşitli analizler ve protokolleri aşağıda verilen bölümlerde detaylıca açıklanmıştır.

2.2.1. İnfrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemi uygulamaları ile pektin ekstraksiyonu

Elma posasından pektin üretimi için ilk olarak elma posaları fenolik bileşenlerinin olumsuz etkilenmemesi için 35-40°C' de bir tepsili fırında (Eksis TK-Lab, Türkiye) kurutulmuştur. Kurutulan elma posaları öğütülerek parçacık boyutu küçültülmüş ve 500µm gözenek çapına sahip elekten geçirilerek boyutları standardize edilmiştir. Toz elma posasından 10g tartılarak cam hazneye aktarılmıştır. Üzerine farklı inorganik (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) ve farklı organik asit (asetik asit, laktik asit, sitrik asit) ile hazırlanmış olan solüsyonlar eklenerek katı-sıvı oranları ve pH'ları ayarlanmıştır. Cam haznenin kapağı kapatılarak, 90-900W mikrodalga gücü uygulamasına olanak sağlayabilen ve 90-360W mikrodalga gücü aralığında eş zamanlı

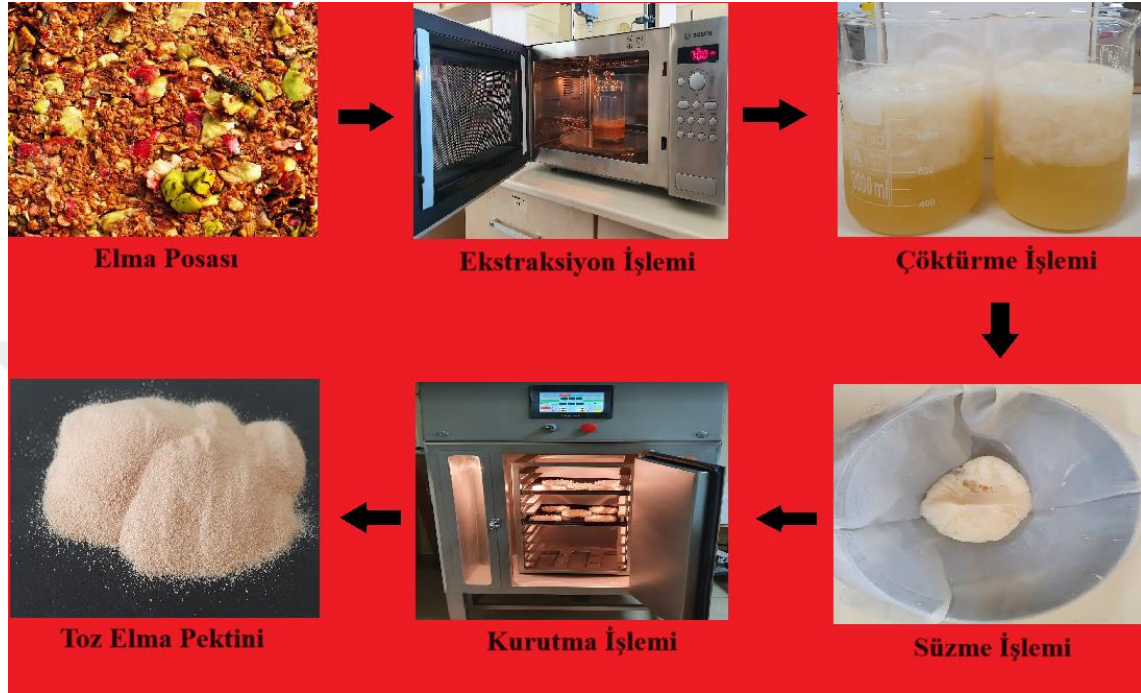
1200W sabit infrared gücü üretebilen mikrodalga fırına (Bosch HMT84G451, Almanya) yerleştirilmiş ve 3-7dk aralığında ekstraksiyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon sonrası 4°C’ de 12000 rpm de 15 dk santrifüjlenmiş ve katı kısım uzaklaştırılmıştır. Elde edilen ekstraktlardan bir miktar alınmış ve biyoaktif madde analizleri ekstraktlar üzerinde gerçekleştirilmiştir. Pektin ekstraktları 1/2 oranında üzerlerine analitik saflıkta etanol eklenerek çöktürme işlemi uygulanmıştır. Buz dolabı koşullarında 24 saat çöktürme işlemini tamamlamış ve çöktürme işlemi sonrası pektinler süzülerek iki kez etanol ile yıkanmıştır. Yıkama işlemi sonrası bir cendere bezi yardımıyla süzülen elma pektinleri cam petri kaplarına yerleştirilerek 45-50°C sıcaklıkta tepsili fırında kurutulmuştur. Kurutulmuş pektin örneklerinin boyutları küçültülerek toz pektin analizleri için kullanıma hazırlanmış ve nem almayan kaplar içerisine konularak muhafaza edilmiştir.



Şekil 2. 2. Elma posasından infrared destekli mikrodalga yöntemi ile pektin üretimi akış şeması

Pektin ekstraktlarının gallik asit eşdeğeri toplam fenolik madde miktarı, troloks eşdeğeri antioksidan madde miktarı, β-karoten ağartma testi ile antioksidan aktivite değerleri, pektin örneklerinin ise verimleri ve dekstroza eşdeğerliğine bağlı olarak optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Belirlenen optimum koşullarda farklı yöntem uygulamalarının (infrared destekli mikrodalga, mikrodalga, klasik yöntem) ve farklı

organik (asetik asit, laktik asit, sitrik asit) ile farklı inorganik (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) kullanımlarının pektinlerin karakteristiği üzerine etkileri incelenmiştir.



Şekil 2. 3. Elma posasından infrared destekli mikrodalga yöntemiyle pektin üretimi görsel akış şeması

2.2.2. Klasik yöntem ile pektin ekstraksiyonu

Toz elma posasından 10g tartılarak cam hazneye aktarılmıştır. Üzerine pektin üretimi optimizasyonunda uygun bulunan inorganik (fosforik asit) ve organik asit (sitrik asit) ile hazırlanmış olan solüsyonlar eklenerek 1/20 katı-sıvı oranında ve pH 2’de karışımlar elde edilmiştir. Manyetik tablalı ısıtıcıda (IKA, RCT Klasik) 90°C’ de 1 saat ekstraksiyon işlemi uygulanmıştır (Rodsamran & Sothornvit, 2019). Bundan sonraki işlemler yukarıda infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemleri ile pektin ekstraksiyonu bölümünde ifade edildiği şekilde gerçekleştirilmiştir.

2.2.3. Optimizasyon yöntemi

Elma pektini için uygun üretim yöntemi ve koşullarının belirlenebilmesi için Taguchi matematiksel modellemesi kullanılarak L18 ($6^1 \times 3^4$) toplam 5 faktörden oluşan karışık seviye deneme deseni oluşturulmuştur. Organik asitlerin kullanıldığı ve inorganik asitlerin kullanıldığı farklı yöntemler ve kalite parametreleri içeren iki farklı deneme deseni oluşturulmuştur. Taguchi karışık seviye ortogonal tasarımı L18 ($6^1 \times 3^4$) ile oluşturulan deneysel modellemenin faktör ve seviyeleri aşağıda verilmiştir.

A Faktörü (Güç)

A₁: 90W gücünde mikrodalga uygulaması (M90W)

A₂: 180W gücünde mikrodalga uygulaması (M180W)

A₃: 360W gücünde mikrodalga uygulaması (M360W)

A₄: 90W gücünde infrared destekli mikrodalga uygulaması (İDM90W)

A₅: 180W gücünde infrared destekli mikrodalga uygulaması (İDM180W)

A₆: 360W gücünde infrared destekli mikrodalga uygulaması (İDM360W)

B Faktörü (Asit)

B₁: Hidroklorik Asit (İnorganik), Sitrik Asit (Organik)

B₂: Sülfirik Asit (İnorganik), Laktik Asit (Organik)

B₃: Fosforik Asit (İnorganik), Asetik Asit (Organik)

C Faktörü (pH)

C₁: pH:2

C₂: pH:2,5

C₃: pH:3

D Faktörü (Katı/Sıvı Oranı)D₁: 1/20D₂: 1/25D₃: 1/30**E Faktörü (Ekstraksiyon Süresi)**E₁: 3 dakikaE₂: 5 dakikaE₃: 7 dakika

Bu bağlamda elma posasından pektin üretiminde optimal koşulların tespiti için yapılan deney cevapları olarak belirlenen verim (%), toplam fenolik madde (mg GAE/g EP), ABTS (mg TE/g EP), β -karoten ağartma (%AA) ve dekstroz eşdeğerliği (DE) için daha büyük olan daha iyidir, kalite parametresi seçilmiştir. Sinyal/Gürültü oranları ve ortalamaların etki düzeylerine göre optimum pektin üretim koşulları belirlenmiştir. Taguchi karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni Şekil 2.3'te verilmiştir.

Tablo 2. 2. Taguchi matematiksel modelleme karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney tasarımı

A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)
1	1	1	1	1
1	2	2	2	2
1	3	3	3	3
2	1	1	2	2
2	2	2	3	3
2	3	3	1	1
3	1	2	1	3
3	2	3	2	1
3	3	1	3	2
4	1	3	3	2
4	2	1	1	3
4	3	2	2	1
5	1	2	3	1
5	2	3	1	2
5	3	1	2	3
6	1	3	2	3
6	2	1	3	1
6	3	2	1	2

2.3. Analizler

2.3.1. Pektin ekstraktlarının analizleri

2.3.1.1. Toplam fenolik madde analizi

Elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarları Folin-Ciocalteu reaktifi kullanılarak spektrofotometrik yöntemle belirlenmiş olup, sonuçlar gallik asit eşdeğeri (GAE) olarak verilmiştir. Singleton ve ark. (1999) tarafından geliştirilmiş olan yöntem modifiye edilerek analizler gerçekleştirilmiştir.

Deney tüplerine 0,4 mL belirli oranda saf su ile seyreltilmiş pektin ekstraktlarından eklenerek deneye başlanmıştır. Üzerlerine saf su ile 1/10 oranında seyreltilen Folin ve Ciocalteu reaktifinden 2mL deney tüplerine aktarıldıktan sonra 1,6 mL hacminde %7,5 (m/v) Na_2CO_3 çözeltisinden eklenmiştir. Renk dönüşümü gözlemlenen tüpler vortekslenerek 1 saat boyunca karanlıkta ve oda şartlarında bekletilmiştir. Kör çözelti de aynı şekilde hazırlanmış ve kör çözeltiye örnek yerine saf su kullanılmıştır. 1 saat sonunda örneklerin 765 nm dalga boyundaki absorbans değerleri spektrofotometre (Shimadzu UV 1800, Japonya) yardımıyla belirlenmiştir. Kalibrasyon eğrisi denklemi kullanılarak absorbans değerlerine karşı konsantrasyonlar belirlenmiştir. Sonuçlar gallik asit eşdeğeri (mg GAE/g elma posası) cinsinden verilmiştir.

$$y=110,93x-4,8265 \text{ (R}^2=0,9957\text{)} \quad (2.1)$$

2.3.1.2. ABTS ile antioksidan kapasite analizi

ABTS (2,2'-azinobis (3-etilbenzothiazolin 6-sulfonik asit) radikali yardımıyla belirli oranda seyreltilmiş olan pektin ekstraktlarının antioksidan kapasite analizi gerçekleştirilmiştir. Pektin ekstraktlarına ait sonuçlar troloks eşdeğeri antioksidan kapasite (ABTS) türünden verilmiştir.

30 mg tartılan ve cam tüpe aktarılan ABTS reaktifi üzerine daha önceden hazırlanmış olan 7,8 mL 2,46mM'lık potasyum persülfat çözeltisi eklenerek 12-16 saat oda şartlarında karanlıkta bekletilmiştir. PBS tamponu tabletleri 1000 mL saf suda çözündürülmüş ve son pH:7,4'e ayarlanmıştır. 734 nm dalga boyunda ABTS radikali

fosfat tamponuyla seyreltilerek absorbansı 0,720-0,680 aralığına gelecek şekilde ayarlanmıştır. Belirli oranda fosfat tamponuyla seyreltilen pektin ekstraktlarından 50 µL alınarak 2mL hacme sahip plastik küvetlere aktarılmıştır. Üzerlerine 1950 µL ayarlanmış ABTS çözeltisi eklendikten sonra 6 dakika karanlık ortamda bekletilmiş ve 734 nm de absorbansları tespit edilmiştir. Örneklerin troloks eşdeğeri antioksidan kapasitesi %inhibisyon değerlerine göre konsantrasyonu veren kalibrasyon eğrisi yardımıyla hesaplanarak mg TE/g elma posası türünden ifade edilmiştir (RE vd., 1999).

$$y=0,1137x-0,587 \text{ (R}^2=0,9948\text{)} \quad (2.2)$$

2.3.1.3. β-karoten ağartma testi ile antioksidan aktivite analizi

Pektin ekstraktlarının beta karoten ağartma antioksidan aktivite analizleri Singh ve ark., (2002)'nin kullandığı yöntem modifiye edilerek gerçekleştirilmiş ve sonuçlar %AA cinsinden ifade edilmiştir.

Modifikasyon olarak β-karoten miktarı artırılmıştır. β-karoten/linoleik asit çözeltisi elde etmek için 5 mg β-karoten, 200 mg tween-40 emülgatörü ve 20 mg linoleik asit tartıldıktan sonra 0,2 mL kloroform eklenerek çözündürülmüştür. Kloroformun uzaklaştırılması için azot gazı kullanılmış ve tamamen uzaklaştırıldıktan sonra 10 mL saf su ve 30 mL oksijenli su eklenerek çözelti hazırlanmıştır. Kör çözeltisi hazırlarken beta karoten olmadığı için kloroform miktarınca saf su eklenmiştir. Kontrol (saf su) ve pektin ekstraktlarından 0,2 mL deney tüplerine aktarıldıktan sonra beta karoten çözeltisinden 4'er mL eklenmiştir. Pektin ekstraktlarının ve kontrollerin spektrofotometre yardımıyla 470 nm de kör çözeltiye karşı başlangıç (0. dk) absorbansları tespit edilmiştir. Başlangıç okumasından sonra 50 °C'ye ayarlanarak su banyosunda 90 dk bekletilmiş ve süre sonundaki absorbansları kaydedilmiştir.

A_0 =Örneğin başlangıç absorbansı

A_{90} =Örneğin 90 dakika inkübasyon sonundaki absorbansı

A_{k0} =Kontrolün başlangıç absorbansı

A_{k90} =Kontrolün 90 dakika inkübasyon sonundaki absorbansı

$$\%AA=100[1-((A_0-A_{90})/(A_{k0}-A_{k90}))] \quad (2.3)$$

2.3.1.4. DPPH ile antioksidan kapasite analizi

Elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının antioksidan kapasitelerini belirlemek, Brand-Williams ve ark., (1995) tarafından geliştirilmiş olan antioksidan kapasitenin farklı bir ifadesi olarak DPPH radikalının indirgenme aktivitesi yöntemi kullanılmıştır.

Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan DPPH çözeltileriyle kalibrasyon eğrisi hazırlanmış ve sonuçlar troloks eşdeğeri (TE mg/g) olarak ifade edilmiştir. Tartılan 6,25 mg DPPH radikali metanolde çözündürülerek son hacmi 250 mL'ye tamamlanmıştır. Deney tüplerine 0,1 mL seyreltilmiş pektin ekstraktlarından eklenmiş ve üzerlerine hazırlanmış olan DPPH çözeltisinden 3,9 mL eklenmiştir. Vorteks (IKA 3, Almanya) ile homojen görünüme kavuşan örnekler 30dk karanlık ortamda bekletilmiştir. Kör saf metanol ile hazırlanırken kontrol çözeltisinde 0,1 mL saf su eklenmiştir. 30 dakika reaksiyon sonucunda renk dönümü gözlemlenen örneklerin spektrofotometre (Shimadzu UV 1800, Japonya) yardımıyla 515 nm dalga boyundaki absorban değerleri belirlenmiştir. Pektin ekstraktlarının DPPH antioksidan kapasitesi %inhibisyon değerine karşı konsantrasyon veren denklem kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar mg troloks eşdeğerliği olarak verilmiştir.

$$y=3,6852x-4,9334 (R^2=0,9922) \quad (2.4)$$

2.3.1.5. Toplam flavonoid miktarı analizi

Pektin ekstraktlarının toplam flavonoid madde analizi, spektrofotometrik yöntem ile gerçekleştirilmiş ve flavonoid madde miktarı kuersetin eşdeğeri cinsinden ifade edilmiştir (Zhishen vd., 1999).

1 mL pektin ekstraktından deney tüplerine aktarılması sonrası üzerine %5 (m/v)'lik NaNO₂ çözeltisinden 0,3 mL eklemiştir. Tüplere 5 dakika bekleme sonrası %10 (m/v)'luk AlCl₃ eklenerek 1 dakika daha bekletilmiş ve toplam reaksiyon süresi 6 dakika da gerçekleşmiştir. Reaksiyon sonrası tüplere 1M NaOH çözeltisinden 2 mL eklenerek son hacmi saf su ile 10 mL' ye tamamlanmıştır. Kör çözeltide ise ekstrakt yerine saf su kullanılmıştır. Spektrofotometre yardımıyla (Shimadzu UV 1800, Japonya)

510 nm dalga boyunda absorbans deęerleri belirlenmiřtir. Pektin ekstraktlarının toplam flavonoid miktarı absorbans deęerine karřı konsantrasyon veren denklem kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar kuersetin eřdeęerlięi olarak verilmiřtir.

$$y=255,99x-0,5073 \text{ (R}^2=0,9997\text{)} \quad (2.5)$$

2.3.2. Toz pektin örneklerinin analizleri

2.3.2.1. Dekstroz eřdeęerlięi (DE) analizi

Elde edilen elma pektinlerinin DE (%) analizi Zheng ve ark., (2021) tarafından kullanılmış yöntemin Dranca vd., (2021) belirtilen bilgiler doęrultusunda iyileřtirilmesi ile titrimetrik yöntem kullanılarak belirlenmiřtir. Kısaca, 50 mg numune 25 mL kaynar saf suda çözülmüřtür. Tamamen çözündükten sonra numune, son nokta indikatörü olarak fenolftalein kullanılarak 0,1 mol/L NaOH (V_1) ile titre edilmiřtir. Ardından, 5 mL 0,1 mol/L NaOH eklenmiş, kuvvetlice çalkalanmış ve 20 dakika bekletilmiřtir. Süre sonunda 5 mL 0,25 mol/L HCl eklenmiş ve 0,1 mol/L NaOH (V_2) ile titre edilerek çalkalandıktan sonra da devam eden soluk pembe renk elde edildięinde titrasyon sonlandırılmıştır. DE yüzdesi ařaęıdaki eřitlik ile hesaplanmıştır.

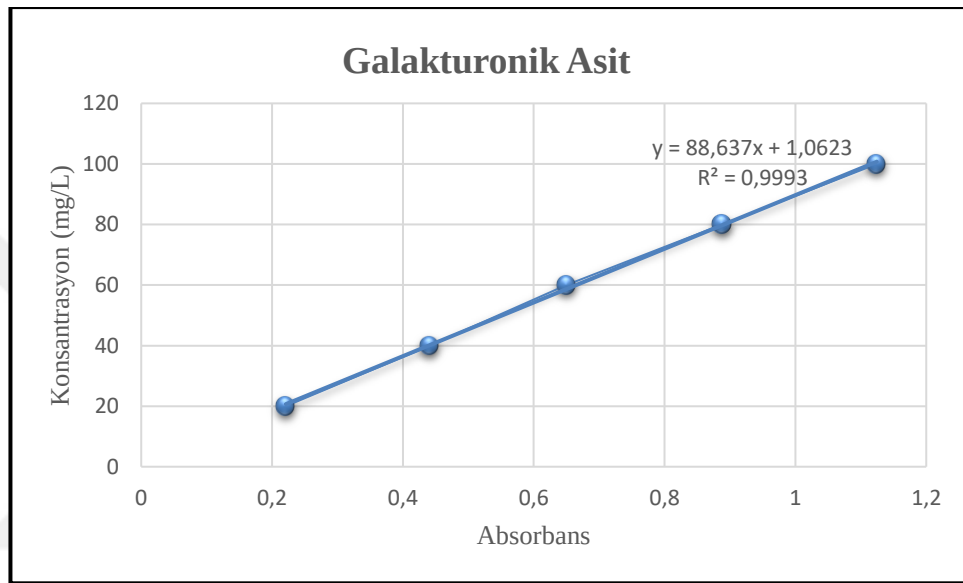
$$\%DE = [(V_2)/(V_1+V_2)]100 \quad (2.6)$$

2.3.2.2. Galakturonik asit tayini

Elma pektinlerinin galakturonik asit miktarları Blumenkrantz ve Asboe-Hansen, (1973) tarafından geliřtirilmiş olan yöntem temel alınarak analizler gerekleřtirilmiřtir.

Deney tüplerine 100mg/L konsantrasyonda hazırlanan elma pektini örneklerinden 1,0 mL eklenir. Her bir örneęe 6,0 mL sülfirik asitle 0,125mM sodyum tetraborat çözeltisinden eklenmiřtir. Örnek ve reaktifin tam karışması için iyice vortekslenmiřtir. Karışan örnekler kaynar su banyosunda 6 dakika süre ile tutulmuřtur. 6 dakika sonrası tüpler buz banyosuna alınmış ve soęumaya bırakılmıştır. Renk oluřumunun saęlanması için 0,1 mL %0,015 (m/v) m-hidroksidifenil (%0,5 (m/v) NaOH ile hazırlanmış) eklenmiřtir. Kör çözelti için örnek yerine 1 mL saf su ilave edilerek aynı işlemler tekrarlanmış ve m-hidroksidifenil çözeltisi yerine %0,5 (m/v) NaOH çözeltisinden 0,1 mL eklenmiřtir. Reaksiyon sonucu oluřan kabarcıkların giderilmesi ve renk

stabilizasyonu için 15-20 dakika beklenmiştir. Spektrofotometre yardımıyla (Shimadzu UV 1800, Japonya) 520 nm dalga boyunda örneklerin absorbansları belirlenmiştir. Bütün işlemler galakturonik asit standardı ile hazırlanan 20-100mg/L konsantrasyondaki 5 farklı noktada gerçekleştirilerek kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur (Şekil 2.3). Kalibrasyon eğrisi denklemleri kullanılarak pektin örneklerinin galakturonik asit miktarları belirlenmiştir.



Şekil 2. 4. Galakturonik asit kalibrasyon eğrisi

2.3.2.3. Verim, nem ve su aktivitesi analizleri

Kurutma sonrası elde edilen elma pektinlerinin başlangıçtaki ekstrakte edilen elma posası miktarına oranlaması sonucu % pektin verimi elde edilmiştir.

$$\text{Pektin Verimi (\%)} = \frac{\text{Kurutma sonrasında elde edilen pektin miktarı (g)}}{\text{Elma posası miktarı (g)}} \times 100 \quad (2.7)$$

Elma pektini örneklerinin nem miktarlarının belirlenebilmesi için, önceden sabit tartıma getirilen cam petrilere yaklaşık 1 g örnek tartılmıştır. 105°C’de etüvde (Nüve FN500, Türkiye) 2-3 saat bekletilmiştir. Sabit tartıma gelen cam petrilere kap ağırlıkları tartılarak elma pektinlerinin nem oranları hesaplanmıştır (AOAC, 1990).

Otomatik su aktivitesi belirleme cihazı kullanılarak elma pektinlerinin su aktivitesi değerleri (Aqua Lab 2.0, ABD) gerçekleştirilmiştir (Bhat et al., 2024).

2.3.2.4. Protein analizi

Elde edilen elma pektinlerinin protein tayini AOAC 2000’de belirtilen Kjeldahl metoduyla belirlenmiştir. Protein miktarlarının hesaplanmasında $N \times 6,25$ dikkate alınmıştır. Protein tayini işlem basamakları şu şekilde özetlenmiştir:

Yakma: Elma pektini örneklerinden 1g tartılarak yakma tüpüne aktarılmıştır. Üzerine hazır yakma tuzu tableti ve derişik (%96-98) H_2SO_4 ’ ten 25 mL ilave edilmiştir. Çeşitli kademelerdeki yanma seviyeleri üç kademeli olacak şekilde yarım saat ara ile yükseltilmiştir. Yakma işleminin tamamlanması için 90-120 dakika işlem uygulanmış ve karışımın homojen şekilde berrak olması sağlanmıştır. Tüpler soğutulduktan sonra üzerlerine 50 mL saf su eklenmiş ve distilasyon ünitesine cam yakma tüpleri yerleştirilmiştir.

Damıtma: Distilasyon ünitesinde bulunan hazneye %35 (m/v) NaOH çözeltisi eklenmiş ve cihazın örnek üzerine NaOH eklemesi otomatik olarak gerçekleştirilmiştir. Renk dönümünün gözlemlenmesi ile NaOH çözeltisi eklemesi durdurulmuş ve distilasyon cihazının birikim haznesine erlende bulunan %3(m/v)’ lük 60 mL borik asit çözeltisi yerleştirilmiştir. Destilasyon aşamasında uçucu olan amonyak gazının borik asit çözeltisi içinde tutundurulması sağlanmıştır. Otomatik olarak distilasyon işlemi bitirilmiş ve birikim haznesinde 150 mL çözelti toplanmıştır.

Titrasyon: Son çözelti 0,01 M HCl çözeltisi ile pH:4,65’e kadar titre edilmiştir.

Hesaplama:

V_1 = Şahit numune için 0,01 N HCl sarfiyatı

V_2 =Örnek için 0,01 N HCl sarfiyatı

M =Örnek kütlesi

N = HCl çözeltisinin gerçek normalitesi

$$\% \text{ Azot} = [(V_2 - V_1) \times N \times 0,014 \times 100] / M \quad (2.8)$$

$$\% \text{ Protein} = \% \text{ Azot} \times 6,25 \quad (2.9)$$

2.3.2.5. HPLC-DAD ile pektik monosakkaritlerin belirlenmesi analizi

Üretilen elma pektin örneklerinin pektik monosakkarit bileşenlerinin HPLC yöntemi ile analizleri Vojvodić Cebin ve ark., (2022)'nin yapmış olduğu çalışmaya göre gerçekleştirilmiştir.

Yaklaşık 25 mg elma pektini örneği bir cam vidalı kapaklı tüpte dikkatlice tartılmış, 0,25 mL %72 (V/V) sülfürik asit eklenmiş ve bir cam çubuk kullanılarak oda sıcaklığında 30 dakika bekletilmiş ve ara ara cam çubukla karıştırılmıştır. 2,75 mL su eklenen tüpler 2 saat boyunca 100 °C'lik etüvde bekletilmiştir. Soğutulduktan sonra, hidrolizatlar santrifüjlenmiştir ve 1 mL'lik bir süpernatant farklı bir tüpe alınmıştır.

Türevlendirme öncesinde, 1 mL'lik asidik hidrolizatların nötralize edilmesi (pH 6.5-7.0) için katı sodyum karbonat kademeli olarak eklenmiştir. Elde edilen karışım yavaşça santrifüjlenmiş ve berrak süpernatant türevlendirme için toplanmıştır. Türevlendirme, Sun vd., (2014)'nin geliştirmiş olduğu yönteme göre yapılmıştır.

Hidrolizatlardan 50 µL deney tüpüne aktarılmış ve aynı hacimde 0,6 M NaOH ile karıştırılmıştır. Bu karışıma 100 µL 0,5 M (m/v) metanolik 1-Fenil-3-Metil-5-Pirazolon (PMP) çözeltisi eklenmiş ve vorteks karıştırıcı ile iyice karıştırıldıktan sonra 70 °C etüvde 100 dakika bekletilmiştir. Etüvden alınan türevlenmiş karışım soğutulduktan sonra 120 µL 0,3 M hidroklorik asit ile nötralize edilmiş ve su ile 1 mL'ye son hacim tamamlanmıştır. Daha sonra 1 mL kloroform eklenerek kuvvetli bir şekilde çalkalanmış ve faz ayrımı tamamlandıktan sonra organik faz alınmıştır. Kloroform ile yıkama işlemi 3 kere tekrar edilmiştir. Son olarak çözelti HPLC analizi için 0,45 µm'lik bir şırınga filtresinden geçirilmiştir. Yukarıda belirtildiği gibi pektik monosakkaritler olan ramnoz, arabinoz, ksiloz, galaktoz (0,33 mg/mL) içeren standart çözelti karışımı aynı işlemlere tabii tutulmuştur.

HPLC-DAD (Agilent 1200, ABD) analizi için optimize edilmiş koşullar (A) pH 8,0'de 100 mM sodyum fosfat tamponu ve (B) asetonitrilden oluşan iki bileşenli bir mobil fazdan oluşmuştur. Elüsyon aşağıdaki gibi gradyan şeklinde gerçekleştirilmiştir: 0 dk-%12 B, 35 dk-%17 B, 36 dk-%20 B, 45 dk-%20 B, 46 dk-%12 B, 65 dk-%12 B.

Analizde C₁₈ kullanılmış ve kolon sıcaklığı 25 °C olarak analiz gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar aşağıda verilen kalibrasyon denklemleri ile belirlenip yüzdesel olarak ifade edilmiştir.

$$\text{Ramnoz için kalibrasyon denklemi: } y=2,02437x-163,87677 \text{ (R}^2=0,9972) \quad (2.10)$$

$$\text{Ksiloz için kalibrasyon denklemi : } y=1,93245x+14,90329 \text{ (R}^2=0,9961) \quad (2.11)$$

$$\text{Galaktoz için kalibrasyon denklemi: } y=1,9273x-12,73353 \text{ (R}^2=0,9971) \quad (2.12)$$

$$\text{Arabinoz için kalibrasyon denklemi: } y=3,38432x-263,38339 \text{ (R}^2=0,9987) \quad (2.13)$$

Monosakkarit kompozisyonu ile ilgili hesaplamalar Yang ve ark., (2019)' nın çalışmasındaki belirtilen M'sakni vd., (2006)'nin hesaplama kriterleri dikkate alınarak yapılmıştır.

2.3.2.6. Su ve yağ tutma analizi

Elma pektini örnekleri su ve yağ tutma analizleri Fuentes-Alventosa ve ark., (2009)' nın yaptığı çalışmaya göre, örnek miktarı 100 mg olarak değiştirilmiş ve analiz gerçekleştirilmiştir.

Darası alınmış olan falkon tüplerine elma pektin örneklerinden 100 mg tartılmıştır. Pektinlerin su tutma kapasitesinin belirlenebilmesi için falkon tüplerine 10 mL saf su ilave edilmiştir. Yağ tutma kapasitesinin belirlenebilmesi için ise falkon tüpüne 10 mL ayçiçeği yağı eklenmiştir.

Karıştırılarak örneklerin tamamen ıslandığından emin olunduktan sonra 24 saat oda sıcaklığında bekletilmiştir. Sonrasında santrifüj cihazına yerleştirilen falkon tüplerine 5000rpm dönme hızında 10 dakika santrifüjleme işlemi uygulanmıştır. Üst kısımda kalan serbest su ve yağ uzaklaştırılmıştır. Falkon tüpü dibinde şişmiş olarak kalan kısımla birlikte tekrar tartılmıştır. Son tartımdan elde edilen değer başlangıçtaki belirlenen dara ağırlığından çıkarılarak absorplanmış olan yağ ve su miktarı belirlenmiştir. Sonuçlar g /g pektin olarak ifade edilmiştir.

$$\text{Formül} = \frac{S-(D+M)}{M} \quad (2.14)$$

D: Falkon tüpünün ağırlığı

M: Örnek miktarı (g)

S: Son tartım

2.3.2.7. Renk analizleri

Farklı elma pektini örneklerinin renk analizi renk tayin cihazı (Konica Minolta CR5, Japonya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Renk değerleri olarak L (parlaklık) değeri, beyazdan (100) siyaha (0) kadar numunenin koyuluk-parlaklık özelliğini belirtirken; yeşillik ($-a^*$), kırmızılık ($+a^*$) renk özelliğini; sarılık ($+b^*$), mavilik ($-b^*$) renk değerlerini temsil etmektedir.

2.3.2.8. FT-IR analizi

10 mg elma pektini örneklerinin FT-IR analizleri Erciyes Üniversitesi bünyesinde bulunan Teknolojik Araştırma ve Uygulama Merkezinde gerçekleştirilmiştir. Pektin örneklerine ait spektrumlar FT-IR cihazı (Perkin Elmer 400, ABD) kullanılarak 4000-400 cm^{-1} aralığında spektrum taraması yapılarak gerçekleştirilmiştir (Huang vd., (2021).

2.3.2.9. XRD Analizi

Elma pektin örneklerinin yapısal özellikleri XRD yöntemiyle belirlenmiştir. Yapısal karakterizasyon $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ($\lambda=0,150595$ nm) temelli X ışını difraktometresi (D8 Advanced, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Almanya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Tian vd., 2020).

2.3.2.10. Termal gravimetrik analiz (TGA)

Elma pektini örneklerinin TGA analizleri Erciyes Üniversitesi, Teknolojik Araştırma ve Uygulama Merkezinde (TAUM) gerçekleştirilmiştir. Örneklerin ait spektrum değerleri TGA cihazı (Perkin Elmer Diamond, ABD) tarafından ölçülmüştür. 30-600 °C sıcaklık aralığında, argon ortamında 10 °C/dak ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada her bir numuneden yaklaşık 2,5 mg kullanılmıştır (Tian vd., 2020).

2.3.2.11. ^{13}C ve ^1H nükleik manyetik rezonans (NMR) analizi

Elma pektin örneklerinin yapısal özellikleri için NMR spektrumları, çözücü olarak D_2O yardımıyla bir NMR (Bruker 400, İsviçre) kullanılarak elde edilmiştir. NMR analizleri

Erciyes Üniversitesi, Teknolojik Araştırma ve Uygulama Merkezinde (TAUM) gerçekleştirilmiştir. Bu analiz ile pektinin hidrojen ve karbon konfigürasyonunu belirlenmiş ^{13}C NMR analizi 24 saat süresince gerçekleştirilmiştir (Zhang vd., 2015).

2.3.2.12. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi

Elma pektin örneklerinin morfolojik karakterizasyonu için taramalı elektron mikroskobu (Zeiss, Gemini 500, Almanya) ile görüntüler elde edilmiştir. İletkenliğin sağlanabilmesi amacıyla öncelikle kapsüller altın paladyum ile kaplanarak SEM cihazıyla 25 kV'de farklı 500x ve 30.000x kat büyütülerek görüntüler alınmıştır.

2.3.2.13. Reolojik analizler

%2 (m/v) konsantrasyondaki elma pektini örneklerinin reolojik karakterizasyonu kesme kontrollü ve peltier sistemli reometre cihazı (ThermoHAAKE, Mars III, Karlsruhe, Almanya) ile belirlenmiştir. Reolojik analizler plaka-plaka konfigürasyonunda P35TiL kodlu prob yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Pektin solüsyonlarından pipetleme ile 1 mL alınmış ve cihazda bulunan prob plaka (plaka aralığı: 1mm) arasına yerleştirilmiştir. 1-100 s^{-1} frekans aralığında 25°C sıcaklık koşullarında solüsyon kesme kuvvetine tabi tutulmuştur. Uygulanan her frekanstaki kesme hızında meydana gelen görünür viskozite ölçümleri (η_{50}), kesme hızı ve kesme gerilimi verileri belirlenmiştir. Yapılan analizin farklı bir çıktısı olan kıvam katsayısı (K) ve akış davranış indeksi Ostwald de Waele (Üssel Akış Modeli) eşitliğine göre belirlenmiştir. Farklı kesme hızlarında elde edilen veriler RheoWin Data Manager da anlamlandırılarak 25 adet veri elde edilmiştir.

$$\sigma = K \cdot (\dot{\gamma})^n \quad (2.15)$$

σ : kayma gerilimi (mPa), K : kıvam katsayısı ($\text{mPa} \cdot \text{s}^n$), $\dot{\gamma}$: kayma hızı (s^{-1}), n : akış davranış indeksi (boyutsuz).

Benzer şekilde örnek mikropipetleme miktarı ve prob özellikleri sabit bırakılarak, pektin solüsyonlarının viskoelastik karakteristiklerinin belirlenmesi amacıyla Frequency Sweep (frekans süpürmesi) analiz modülü seçilerek cihaz kalibre edilmiştir. 0,2 Pa basınç altında ve 0,1-10 Hz frekans aralığında pektin örneklerinin depo modülü (G') ve kayıp modülü (G'') değerleri tespit edilmiştir. Elde edilen 19 noktadaki veri RheoWin Data Manager ile anlamlandırılmıştır (Qi vd., 2023).

2.3.2.13. α -Glukozidaz inhibisyon analizi

Optimum üretim koşullarında elde edilen elma pektini örneklerinin α - Glukozidaz inhibisyon analizi McDougall ve ark., (2005) kullandığı yöntemle göre gerçekleştirilmiştir.

Çeşitli konsantrasyondaki %0,25-2 (m/v) pektin solüsyonlarının α -glukozidaz enzimini inhibe etme özellikleri spektrofotometrik yöntem ile belirlenmiştir. Solüsyonların α -eş değer olabilmesi açısından 37 °C sıcaklıkta ve pH 6.8 asitlikte gerçekleştirilmiştir. Soğuk ultra saf su ile hazırlanan enzim çözeltisinin (0,4 ünite/mL) saf suda çözündürülmüş 10 mM konsantrasyondaki substratı (p-Nitrophenyl α -D-glucoside) hidroliz ederek indirgeme düzeyi incelenmiştir. Hidrolizle birlikte indirgenme sonucu renk dönüşümü gözlemlenen örneklerin 400 nm dalga boyunda kör çözelti referans alınarak okunmuştur. Enzim inhibisyon seviyesi % inhibisyon olarak ifade edilmiştir.

A_{kontrol} =Kontrolün absorbansı

$A_{\text{örnek}}$ =Örneğin absorbansı

$$\% \text{İnhibisyon} = (A_{\text{kontrol}} - A_{\text{örnek}}) / A_{\text{kontrol}} \quad (2.16)$$

2.3.2.14. Pankreatik lipaz inhibisyon analizi

Optimum üretim koşullarında elde edilen elma pektini örneklerinin Lipaz inhibisyon analizi Y. Tan ve ark., (2017) kullandığı yöntem referans alınarak gerçekleştirilmiştir.

Çeşitli konsantrasyondaki %0,25-2 (m/v) pektin solüsyonlarının lipaz enzimini inhibe etme özellikleri spektrofotometrik yöntem ile belirlenmiştir. Solüsyonların lipaz enzimi inhibe etme özelliklerini belirlemek için analizler fizyolojik ortama eş değer olabilmesi açısından 37 °C sıcaklıkta ve pH 7,6 asitlikte gerçekleştirilmiştir. Soğuk ultra saf su ile hazırlanan enzim çözeltisinin (5mg /mL) saf suda hazırlanmış substratı (4-Nitrophenyl palmitate) 30 dakika süresince hidroliz etme ve indirgeme düzeyi incelenmiştir. Hidrolizle birlikte indirgenme sonucu renk dönüşümü gözlemlenen örneklerin 410 nm dalga boyunda kör çözelti referans alınarak absorbans değerleri okunmuştur. Enzim inhibisyon seviyesi % inhibisyon olarak ifade edilmiştir.

A_{kontrol} =Kontrolün absorbansı

$A_{\text{örnek}} = \text{Örneğin absorbansı}$

$$\% \text{İnhibisyon} = (A_{\text{kontrol}} - A_{\text{örnek}}) / A_{\text{kontrol}} \quad (2.17)$$

2.3.2.15. Pankreatik α -amilaz inhibisyon analizi

Optimum üretim koşullarında elde edilen elma pektini örneklerinin α -Amilaz inhibisyon analizi McDougall ve ark., (2005) kullandığı yöntem referans alınarak gerçekleştirilmiştir.

Çeşitli konsantrasyondaki %0,25-2 (m/v) pektin solüsyonlarının lipaz enzimini inhibe etme özellikleri spektrofotometrik yöntem ile belirlenmiştir. Solüsyonların lipaz enzimi inhibe etme özelliklerini belirlemek için analizler fizyolojik ortama eş değer olabilmesi açısından 37 °C sıcaklıkta ve pH 6,9 asitlikte gerçekleştirilmiştir. Soğuk ultra saf su ile hazırlanan enzim çözeltisinin (1 ünite/ml) saf suda hazırlanmış substratı (%1 nişasta) hidroliz etme ve indirgeme düzeyi incelenmiştir. Hidrolizle birlikte indirgenme sonucu renk dönüşümü gözlemlenen örneklerin 540 nm dalga boyunda kör çözelti referans alınarak absorbans değerleri okunmuştur. Enzim inhibisyon seviyesi % inhibisyon olarak ifade edilmiştir.

$A_{\text{kontrol}} = \text{Kontrolün absaorbansı}$

$A_{\text{örnek}} = \text{Örneğin absorbansı}$

$$\% \text{İnhibisyon} = (A_{\text{kontrol}} - A_{\text{örnek}}) / A_{\text{kontrol}} \quad (2.18)$$

2.3.2.16. İstatistiksel analiz

Çalışma süresince, elde edilen optimizasyon sonuçlarının ve pektin karakterizasyon analizlerinin sonuçları Minitab 18.1.0.0 programı yardımıyla değerlendirilmiştir. %95 güven seviyesi dikkate alınarak tekli varyans analizi (ANOVA) kullanılmış ve Tukey çoklu karşılaştırma testi ile önemli farklar tespit edilmiştir ($p < 0,05$) (Reichembach et al., 2024).

3. BÖLÜM

BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Optimizasyon Bulgularının Değerlendirilmesi

3.1.1. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemlerinin kullanıldığı optimizasyon bulguları

3.1.1.1. Pektin verimi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı inorganik asitler (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulanarak elde edilen elma pektini üretim metodu optimizasyonu için belirlenmiş olan karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve verim (%) ölçüm değerleri Tablo 3.1’ de verilmiştir. Verim (%) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla ‘daha büyük daha iyidir’ parametresi seçilmiş ve faktörlerin verim üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3.1 incelendiğinde elma pektini verim (%) değerlerinin %4,82-12,40 arasında değiştiği gözlemlenmektedir. En düşük pektin verimi 1 numaralı deneme de görülen 1/20 katı solvent oranına sahip pH 2’ de hidroklorik asit ile 3 dakika 90W mikrodalga gücü uygulamasıyla ekstrakte edilen elma pektini örneğinde, en yüksek pektin veriminin ise 9 numaralı denemede görülen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2’ de fosforik asit ile 7 dakika 360W mikrodalga gücü uygulamasıyla elde edilen elma pektini örneğinde olduğu görülmektedir. Genel olarak infrared destekli mikrodalga uygulamalarının aynı güçteki mikrodalga uygulamalarından pektin verimi üzerine nispeten daha yüksek değerler verdiği gözlemlenmiştir. Gerçekleştirilen Taguchi deney tasarımı sonucu farklı inorganik asitler, İDM ve M yöntemleriyle yapılan üretimde pektin verimi üzerine en etkili faktörler sırası ile A (Güç), C (pH), E (Süre), B (Asit) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörleri olarak belirlenmiştir.

Tablo 3. 1. Farklı inorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 (61x34) deneme deseni ve elma pektin verimi (%) sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					Gözlemler Verim (%)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	HCL	2	1/20	3dk	4,80	4,84	4,82	13,66
2	M90W	H ₂ SO ₄	2,5	1/25	5dk	6,20	6,00	6,10	15,70
3	M90W	H ₃ PO ₄	3	1/30	7dk	5,20	5,31	5,25	14,41
4	M180W	HCL	2	1/25	5dk	6,36	6,42	6,39	16,11
5	M180W	H ₂ SO ₄	2,5	1/30	7dk	6,33	6,31	6,32	16,02
6	M180W	H ₃ PO ₄	3	1/20	3dk	5,93	5,68	5,81	15,28
7	M360W	HCL	2,5	1/20	7dk	10,81	10,82	10,82	20,68
8	M360W	H ₂ SO ₄	3	1/25	3dk	5,91	5,92	5,92	15,44
9	M360W	H ₃ PO ₄	2	1/30	5dk	12,42	12,38	12,40	21,87
10	İDM90W	HCL	3	1/30	5dk	5,19	5,10	5,14	14,22
11	İDM90W	H ₂ SO ₄	2	1/20	7dk	8,56	9,39	8,97	19,06
12	İDM90W	H ₃ PO ₄	2,5	1/25	3dk	6,97	6,86	6,91	16,80
13	İDM180W	HCL	2,5	1/30	3dk	5,46	5,36	5,41	15,08
14	İDM180W	H ₂ SO ₄	3	1/20	5dk	6,08	6,00	6,04	15,62
15	İDM180W	H ₃ PO ₄	2	1/25	7dk	12,21	12,22	12,21	21,74
16	İDM360W	HCL	3	1/25	7dk	8,60	8,59	8,60	18,69
17	İDM360W	H ₂ SO ₄	2	1/30	3dk	9,95	9,93	9,94	19,95
18	İDM360W	H ₃ PO ₄	2,5	1/20	5dk	10,90	11,07	10,99	20,82

İDM:İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M:Mikrodalga uygulaması, W:Watt, dk: dakika, K:Katı, S:Sıvı

Tablo 3. 2 incelendiğinde SNR oranlarına göre A (Güç), C (pH) ve E (Süre) faktörlerinin pektin üretiminde verim üzerine önemli derecede etkili olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Pektin verimi üzerine B (Asit) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörlerinin istatistiksel olarak bir etkisinin görülmediği tespit edilmiştir ($p>0,05$).

Tablo 3. 2. İnorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) SNR için ANOVA sonuçları

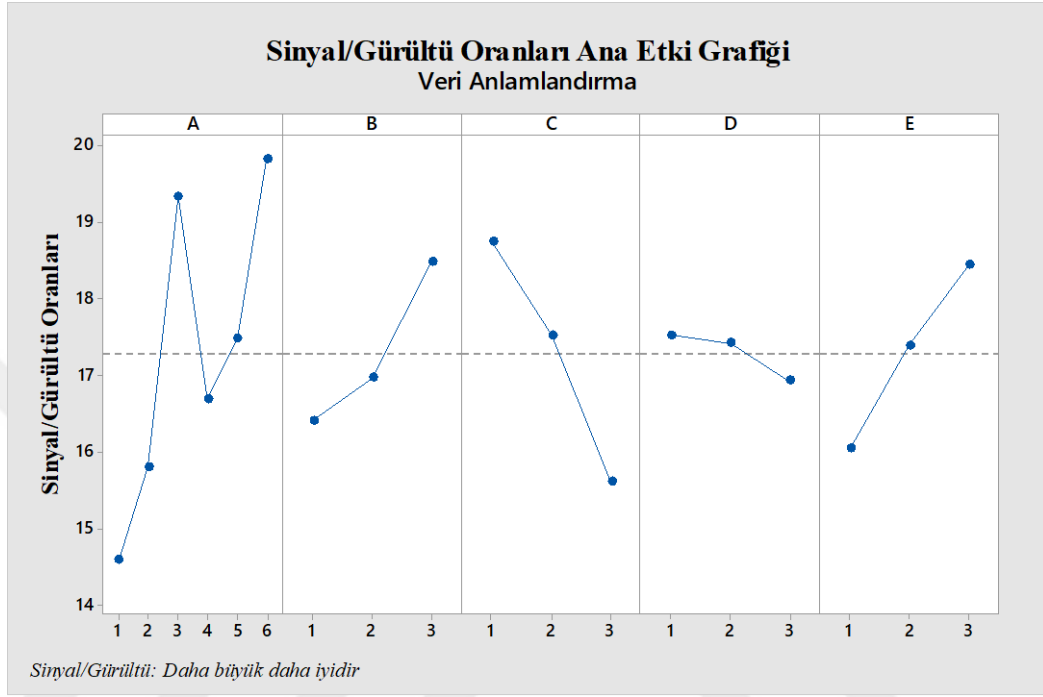
Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,137	%95,98	%82,91			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	61,30	12,26	9,48	0,02
B	2	13,85	6,92	5,36	0,07
C	2	29,70	14,85	11,49	0,02
D	2	1,21	0,60	0,47	0,66
E	2	17,33	8,67	6,70	0,05
Artık Hata	4	5,17	1,29		
Toplam	17	128,56			

Farklı asit kullanımları ve farklı güçlerde yöntem uygulamalarına bağlı olarak pektin veriminin ortalamalara göre etki düzeylerinin yer aldığı Tablo 3.3 incelendiğinde elde edilen sonuçlara göre istatistiksel olarak A (Güç) ve C (pH) faktörlerinin elma pektini üretiminde anlamlı düzeyde etkili olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$).

Tablo 3. 3. İnorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verim (%) ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,0791	%95,83	%82,26			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	50,51	10,10	8,68	0,03
B	2	14,23	7,12	6,11	0,06
C	2	27,07	13,53	11,62	0,02
D	2	0,61	0,31	0,26	0,78
E	2	14,53	7,26	6,24	0,06
Artık Hata	4	4,66	1,16		
Toplam	17	111,61			

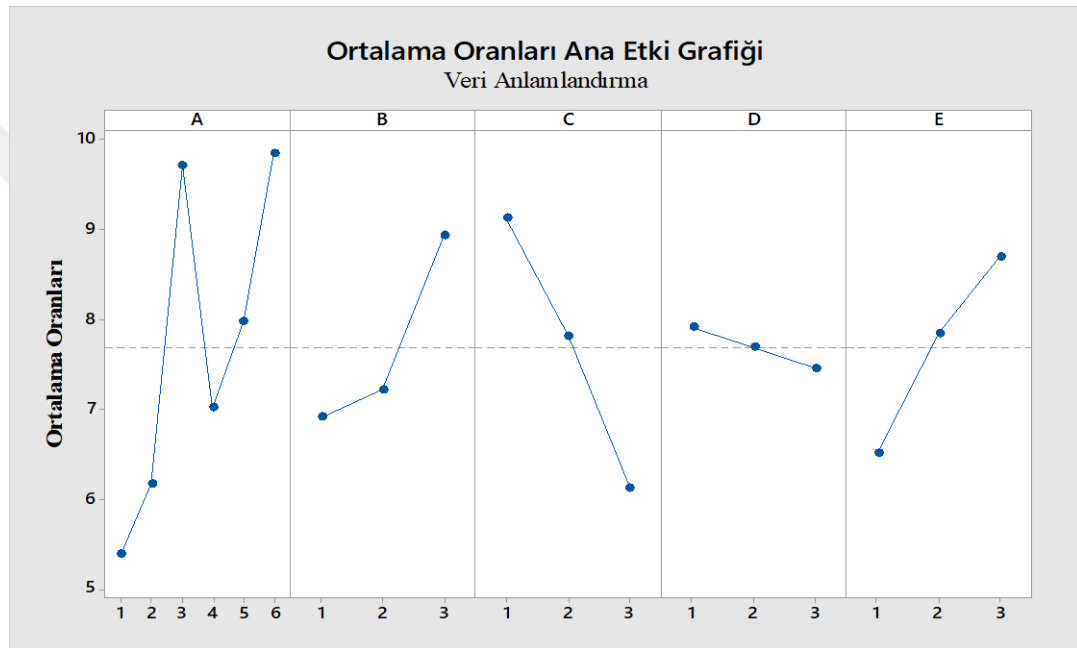
SNR ve ortalama ANOVA verilerine göre ortak olarak A (güç) faktörünün ve C (pH) faktörünün elma pektini üretiminde verim üzerine diğer faktörlere nazaran daha etkili olduğu belirlenmiştir.



Şekil 3. 1. İnorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerinde SNR ana etki grafiği

Pektin verimi üzerine SNR oranlarının (Şekil 3.1) ve ortalamaların ana etki (Şekil 3.2) grafikleri göz önüne alındığında elma posasından elma pektini üretimi için optimum nokta $A_6B_3C_1D_1E_3$ olarak belirlenmiştir. Yani en etkili faktörün güç faktörü olmasının yanında, elma posasından üretilen elma pektini verimi dikkate alındığında optimal ekstraksiyon şartları, deneme deseninde yer almayan pH 2' de 1/20 katı solvent oranına sahip fosforik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulamasının (İDM360W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak öne çıkmıştır. Mikrodalga yöntemiyle karşılaştırıldığında her 3 farklı güç uygulamasında infrared destekli mikrodalga yönteminin verimi aynı şartlar altında arttırdığı gözlemlenmiştir. Fosforik asidin yine aynı ekstraksiyon koşulları altında hidroklorik asit ve sülfirik aside oranla pektin verimini artırdığı da tespit edilmiştir. Daha uzun ekstraksiyon süresine ve pH'ın düşmesine bağlı olarak da pektin veriminin arttığı belirlenmiştir. Bulgularımız benzer şekilde Tovar vd. (2019) en yüksek pektin verimini fosforik asit kullanımında

bulurken pH'ın düşmesine bağlı olarak pektin veriminin arttığını bildirmişlerdir. Maran vd. (2013) mikrodalga uygulamalarının pektin verimi üzerine etkisini incelediği çalışmada ekstraksiyon süresinin artmasına pH'ın düşmesinde ve artan mikrodalga gücüne bağlı olarak pektin veriminin arttığını sonuçlarımızla benzer şekilde ifade etmişlerdir. Mikrodalga gücünün artması paralel olarak eş zamanlı uygulanan infrared gücünün pektin verimini arttırması, infrared uygulamasının ekstraksiyonda ne kadar etkili olduğunu göstermektedir.



Şekil 3. 2. İnorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerinde ortalamaların ana etki grafiği

3.1.1.2. Pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı inorganik asitler (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulamalarını içeren karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin ekstraktlarına ait toplam fenolik madde (mg GAE/g EP) ölçüm değerleri Tablo 3.4'te verilmiştir. TFM (mg GAE/g EP) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla 'daha büyük daha iyidir' parametresi seçilerek faktörlerin ve faktör seviyelerinin pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde bileşenleri üzerine etkileri tespit edilmiştir.

Tablo 3. 4. Farklı inorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elma pektini ekstraktlarına ait toplam fenolik madde (mg GAE/g EP) sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					TFM (mgGAE/gEP)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	HCL	2	1/20	3dk	1,65	1,65	1,65	4,34
2	M90W	H ₂ SO ₄	2,5	1/25	5dk	1,71	1,70	1,71	4,64
3	M90W	H ₃ PO ₄	3	1/30	7dk	1,87	1,87	1,87	5,44
4	M180W	HCL	2	1/25	5dk	2,06	2,06	2,06	6,26
5	M180W	H ₂ SO ₄	2,5	1/30	7dk	1,90	1,91	1,90	5,58
6	M180W	H ₃ PO ₄	3	1/20	3dk	1,59	1,57	1,58	3,97
7	M360W	HCL	2,5	1/20	7dk	2,19	2,19	2,19	6,79
8	M360W	H ₂ SO ₄	3	1/25	3dk	1,81	1,80	1,80	5,12
9	M360W	H ₃ PO ₄	2	1/30	5dk	2,38	2,39	2,39	7,56
10	İDM90W	HCL	3	1/30	5dk	1,39	1,39	1,39	2,84
11	İDM90W	H ₂ SO ₄	2	1/20	7dk	1,74	1,73	1,73	4,78
12	İDM90W	H ₃ PO ₄	2,5	1/25	3dk	1,23	1,23	1,23	1,79
13	İDM180W	HCL	2,5	1/30	3dk	1,36	1,35	1,35	2,63
14	İDM180W	H ₂ SO ₄	3	1/20	5dk	1,57	1,59	1,58	3,98
15	İDM180W	H ₃ PO ₄	2	1/25	7dk	2,45	2,46	2,45	7,80
16	İDM360W	HCL	3	1/25	7dk	2,46	2,44	2,45	7,78
17	İDM360W	H ₂ SO ₄	2	1/30	3dk	2,06	2,06	2,06	6,29
18	İDM360W	H ₃ PO ₄	2,5	1/20	5dk	2,00	2,01	2,00	6,03

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Katı, S: Sıvı, TFM: Toplam fenolik madde, GAE: Gallik asit eşdeğeri EP: Elma Posası

Tablo 3.4'te görüldüğü üzere elma pektini ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) değerlerinin 1,23-2,45 mg GAE/g EP arasında değiştiği görülmektedir. En düşük toplam

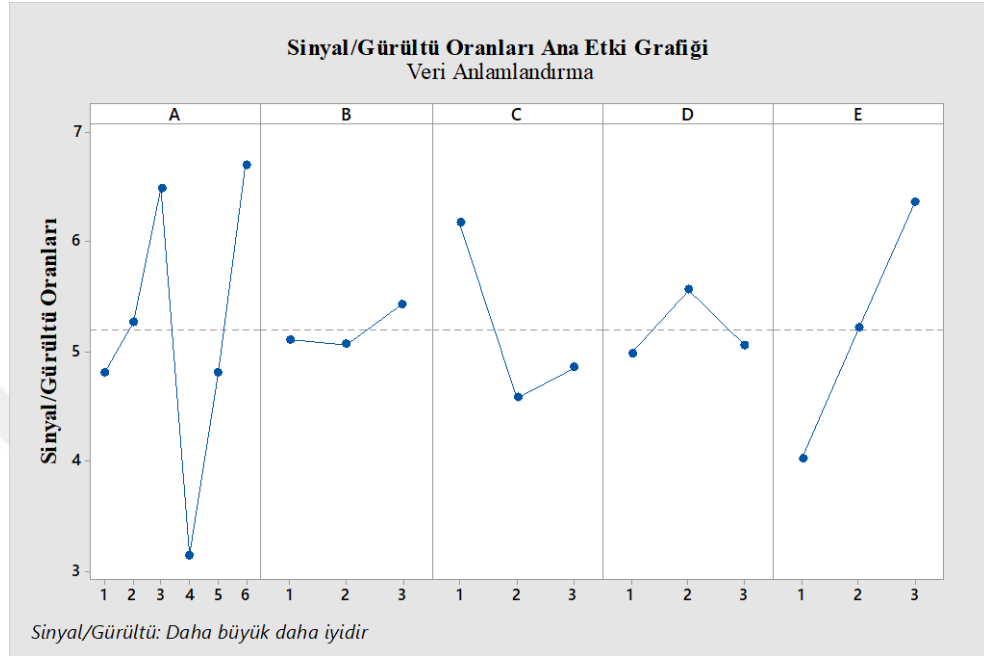
fenolik madde içeriği 12 numaralı deneme de görülen 1/25 katı solvent oranına sahip pH 2,5' de fosforik asit ile 3 dakika infrared destekli 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla elde edilen elma pektini ekstraktında, en yüksek toplam fenolik madde içeriği ise 15 numaralı denemede görülen 1/25 katı solvent oranına sahip pH 2' de fosforik asit ile 7 dakika infrared destekli 180W gücünde mikrodalga uygulamasıyla elde edilen elma pektini ekstraktında olduğu belirlenmiştir. Baltacıoğlu vd., (2021) mikrodalga uygulamalarının fenolik madde geri kazanımında iyi sonuçlar verdiğini vurgulamıştır. Garcia-Mendoza vd. (2017) fenolik madde geri kazanımında pH'nın önemli bir faktör olduğunu vurgulayarak pH 2-2,5 aralığında sonuçlarımızla benzer şekilde en yüksek fenolik madde geri kazanımının elde edilebileceğini bildirmişlerdir. Mikrodalga ile eş zamanlı infrared uygulaması fenolik madde geri kazanımı olumlu yönde etkilemekle birlikte Hoseinifar vd. (2021) çalışmasında ifade ettikleri gibi infrared destekli mikrodalga yönteminde pektin veriminin artışının da bunda etkili olduğu düşünülmektedir.

Tablo 3.5'te verilen farklı inorganik asitlerin kullanımı ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini ekstraktlarının gallik asit eş değeri toplam fenolik madde içeriklerine ait SNR ve ortalamalar dikkate alındığında en etkili faktörler sırası ile E (Süre), A (Güç), C (pH), D (Katı/Sıvı Oranı) ve B (Asit) faktörleri olarak belirlenmiştir.

Tablo 3. 5. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde (mg GAE/g EP) bileşimine ait SNR için ANOVA sonuçları

Sapma	R²	R² (Düzeltilmiş)			
0,3470	%99,09	%96,12			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	25,48	5,10	42,32	0,00
B	2	0,48	0,24	1,98	0,25
C	2	8,70	4,35	36,11	0,00
D	2	1,20	0,60	4,99	0,08
E	2	16,45	8,23	68,31	0,00
Artık Hata	4	0,48	0,12		
Toplam	17	52,78			

Tablo 3.5 ve Tablo 3.6 incelendiğinde istatistiksel olarak A (güç), C (pH) ve E (süre) faktörlerinin elma pektini ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarı üzerinde etkili olduğu gözlemlenmiştir ($p < 0,05$).



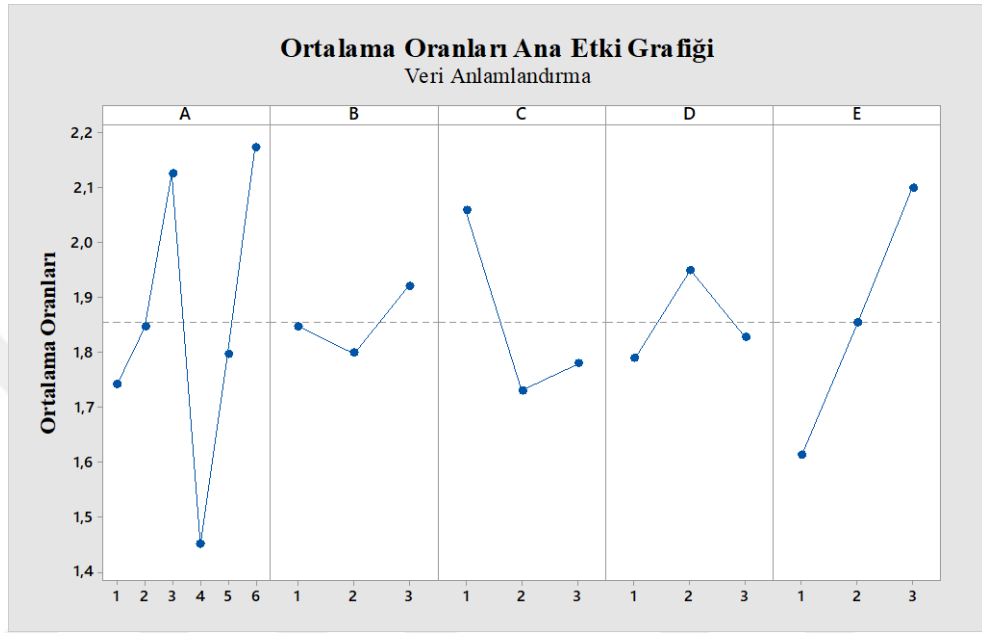
Şekil 3.3. İnorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g) üzerinde SNR ana etki grafiği

Tablo 3.6. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarının TFM (mg GAE/g EP) bileşimine ait ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
0,0895	%98,61	%94,10			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	1,06	0,21	26,49	0,00
B	2	0,05	0,02	2,83	0,17
C	2	0,37	0,19	23,35	0,01
D	2	0,08	0,04	5,28	0,08
E	2	0,71	0,36	44,39	0,00
Artık Hata	4	0,03	0,01		
Toplam	17	2,31			

Ortalamaların (Şekil 3.4) ve SNR oranların etki (Şekil 3.3) grafikleri göz önüne alındığında elma pektini ekstraktlarının toplam fenolik madde içerikleri için belirlenen optimum nokta A₆B₃C₁D₂E₃ olarak öne çıkmıştır. SNR oranları için en etkili faktör süre

olmakla birlikte (Tablo 3.6 ve Tablo 3.5) TFM içerikleri için optimum koşullar pH 2' de 1/25 katı solvent oranına sahip fosforik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulamasının (İDM360W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak belirlenmiştir.



Şekil 3. 4. İnorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g) üzerinde ortalamalar için ana etki grafiği

Elma pektini ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarları için SNR ve ortalama etki grafikleri incelendiğinde, 90W ve 180W mikrodalga gücü uygulamasının aynı güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga uygulamasına nazaran daha yüksek etki ettiği (Şekil 3.3), fakat 360W mikrodalga gücü uygulamasında infrared destekli mikrodalga yönteminin toplam fenolik madde kazanımını arttırdığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.4). Fosforik asidin yine aynı koşullar altında hidroklorik asit ve sülfirik asit ile yapılan ekstraksiyona oranla toplam fenolik madde miktarını artırdığı da tespit edilmiştir. Diğer taraftan ekstraksiyon süresinin artmasına ve pH'ın düşmesine bağlı olarak da elma pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarının arttığı belirlenmiştir.

3.1.1.3. Troloks eşdeğeri antioksidan bileşen analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı inorganik asit (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulamalarını içeren karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) ölçüm değerleri Tablo 3.6'da görülmektedir. Pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla 'daha büyük daha iyidir' parametresi seçilmiş ve faktörlerin troloks eşdeğeri ABTS (mg TE/g EP) antioksidan kapasitesi üzerine etkileri belirlenmiştir.

Elma pektini ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) değerlerinin 2,45-4,08 mg TE/g EP arasında değiştiği Tablo 3.7'de görülmektedir. En düşük troloks eşdeğeri antioksidan madde içeriği 11 numaralı deneme de görülen 1/20 katı solvent oranına sahip pH 2' de sülfirik asit ile 7 dakika infrared destekli 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (İDM90W) elde edilen elma pektini ekstraktında, en yüksek troloks eşdeğeri antioksidan madde içeriği ise 16 numaralı denemede görülen 1/25 katı solvent oranına sahip pH 3' de hidroklorik asit ile 7 dakika infrared destekli 360W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (İDM360W) elde edilen elma pektini ekstraktında olduğu belirlenmiştir. Genel olarak 90W ve 180W güç uygulamalarında mikrodalga yönteminin infrared destekli mikrodalga yöntemine göre nispeten daha yüksek, 360W güç uygulamalarında ise infrared destekli mikrodalga yönteminin mikrodalga yöntemine nazaran daha yüksek sonuçlar verdiği tespit edilmiştir. Yue vd., (2024) farklı tekniklerin ve farklı asit kullanımlarının pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşenlerini etkilediğini vurgulayarak hidroklorik asit kullanımlarında biyoaktif bileşenlerin arttığını bunun ise asidin iyonlaşma gücünden kaynaklı olabileceğini ifade etmişlerdir. Albarri & Şahin, (2024) artan mikrodalga gücüne bağlı olarak biyoaktif bileşen miktarının arttığını ve mikrodalga yönteminin biyoaktif bileşenlerin geri kazanımında daha iyi sonuçlar verdiğini ifade etmiştir. Mikrodalga eş zamanlı infrared uygulamalarının mikrodalga yönteminin etkinliğini artırdığı ve iyi sonuçlar verdiğini gözlenmiştir.

Tablo 3. 7. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elde edilen elma pektini ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					ABTS (mgTE/gEP)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	HCL	2	1/20	3dk	2,53	2,55	2,54	8,11
2	M90W	H ₂ SO ₄	2,5	1/25	5dk	3,05	3,04	3,05	9,68
3	M90W	H ₃ PO ₄	3	1/30	7dk	3,54	3,55	3,55	10,99
4	M180W	HCL	2	1/25	5dk	3,59	3,62	3,60	11,13
5	M180W	H ₂ SO ₄	2,5	1/30	7dk	3,65	3,63	3,64	11,23
6	M180W	H ₃ PO ₄	3	1/20	3dk	2,66	2,66	2,66	8,50
7	M360W	HCL	2,5	1/20	7dk	3,43	3,43	3,43	10,71
8	M360W	H ₂ SO ₄	3	1/25	3dk	2,76	2,76	2,76	8,82
9	M360W	H ₃ PO ₄	2	1/30	5dk	3,24	3,23	3,24	10,21
10	İDM90W	HCL	3	1/30	5dk	3,37	3,37	3,37	10,54
11	İDM90W	H ₂ SO ₄	2	1/20	7dk	2,44	2,45	2,45	7,77
12	İDM90W	H ₃ PO ₄	2,5	1/25	3dk	2,68	2,70	2,69	8,59
13	İDM180W	HCL	2,5	1/30	3dk	3,12	3,12	3,12	9,88
14	İDM180W	H ₂ SO ₄	3	1/20	5dk	2,95	2,96	2,95	9,41
15	İDM180W	H ₃ PO ₄	2	1/25	7dk	2,80	2,78	2,75	8,78
16	İDM360W	HCL	3	1/25	7dk	4,07	4,09	4,08	12,21
17	İDM360W	H ₂ SO ₄	2	1/30	3dk	3,35	3,36	3,35	10,51
18	İDM360W	H ₃ PO ₄	2,5	1/20	5dk	3,38	3,38	3,38	10,58

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Kati, S: Sıvı, ABTS: 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), TE: Troloks eşdeğeri antioksidan kapasite

Farklı inorganik asit ve farklı yöntem uygulamaları ile gerçekleştirilen ekstraksiyonlardan elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/ g EP) cinsinden

antiradikal madde miktarının daha yüksek olabilmesi için en etkili faktörler sırası ile A (Güç), E (Süre), D (Katı/Sıvı Oranı), B (Asit) ve C (pH) faktörleri olarak belirlenmiştir. SNR oranları için ANOVA (Tablo 3.8) verileri incelendiğinde E (Süre) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörlerinin antioksidan kapasite üzerinde istatistiksel olarak etkili olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$).

Tablo 3. 8. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) cinsinden antioksidan madde miktarına ait SNR için ANOVA sonuçları

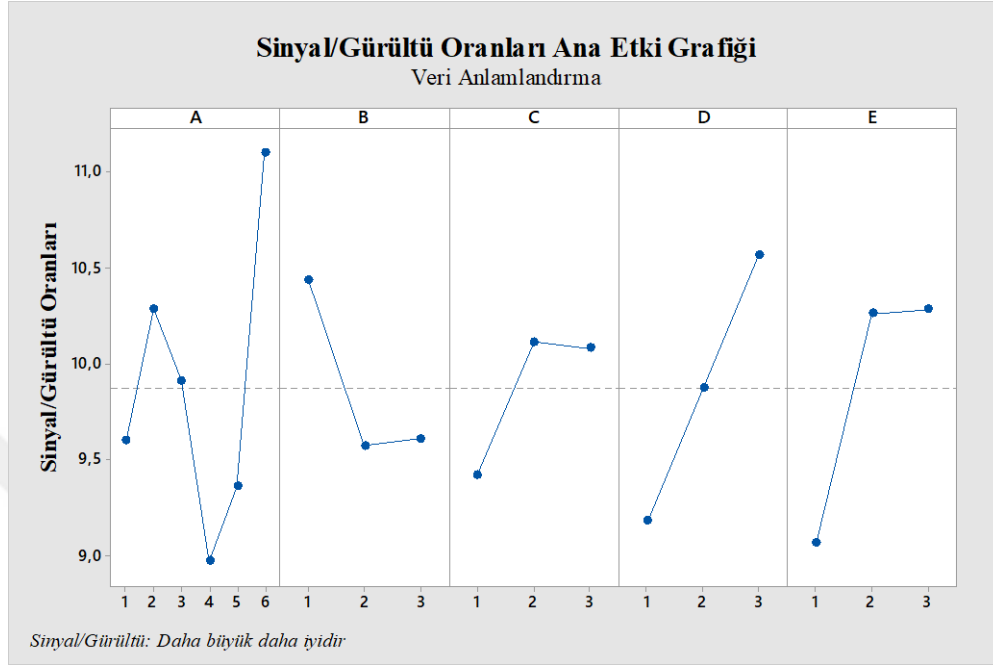
Sapma	R²	R² (Düzeltilmiş)				
0,5517	%95,31	%80,06				
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P	
A	5	8,51	1,70	5,59	0,06	
B	2	2,84	1,42	4,67	0,09	
C	2	1,84	0,92	3,02	0,16	
D	2	5,73	2,87	9,42	0,03	
E	2	5,80	2,90	9,53	0,03	
Artık Hata	4	1,22	0,30			
Toplam	17	25,95				

Tablo 3. 9. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) cinsinden antioksidan madde miktarına ait ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R²	R² (Düzeltilmiş)				
0,1938	%95,55	%81,08				
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P	
A	5	1,15	0,23	6,13	0,05	
B	2	0,41	0,20	5,40	0,07	
C	2	0,22	0,11	2,93	0,16	
D	2	0,68	0,34	9,04	0,03	
E	2	0,77	0,38	10,25	0,03	
Artık Hata	4	0,15	0,04			
Toplam	17	3,38				

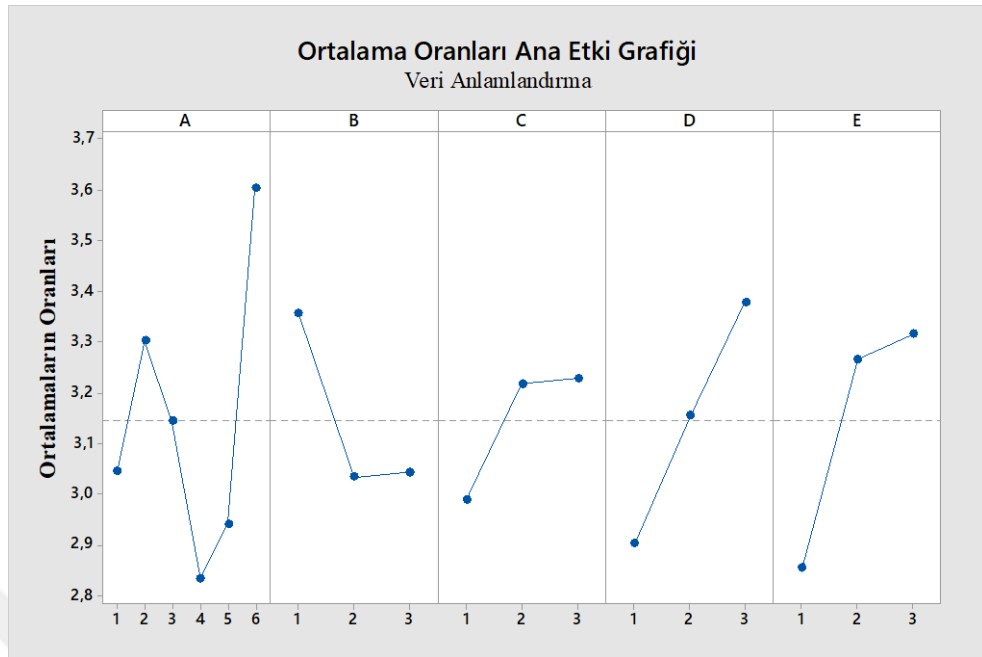
Ortalamalar için verilen ANOVA verilerine göre (Tablo 3.9), farklı inorganik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla gerçekleştirilen ekstraksiyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) cinsinden

antiradikal madde miktarının daha yüksek olabilmesi için A(Güç), E (Süre) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörlerinin istatistiksel olarak etkili olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).



Şekil 3. 5. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) miktarları için SNR ana etki grafiği

Ortalamaların (Şekil 3.6) ve SNR oranlarının ana etki (Şekil 3.5) grafikleri incelendiğinde ABTS cinsinden antiradikal madde miktarının daha yüksek olabilmesi için en uygun pektin ekstraksiyon koşulları $A_6B_1C_3D_3E_3$ ve $A_6B_1C_2D_3E_3$ olarak belirlenmiştir. ABTS cinsinden antiradikal madde miktarı yükselmesinde en etkili faktör E (Süre) olmakla birlikte optimal koşullar deneme deseninde yer almayan pH 2 veya pH 2,5'te 1/30 katı solvent oranına sahip hidroklorik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulamasının (İDM360W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak belirlenmiştir.



Şekil 3. 6. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) miktarları için ortalamalar ana etki grafiği

90W ve 180W güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga yönteminin ABTS cinsi antioksidan madde ekstraksiyonunda mikrodalga uygulamalarına göre daha yetersiz olduğu (Şekil 3.5), fakat 360W güç uygulamasında infrared destekli mikrodalga yöntemiyle ABTS cinsi antioksidan madde kazanımının daha fazla olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3.6). Hidroklorik asidin yine aynı koşullar altında fosforik ve sülfirik aside oranla pektin ekstraksiyonunda ABTS cinsinden antioksidan kapasiteye bağlı olarak biyoaktif madde miktarını artırdığı da gözlenmiştir. Ekstraksiyon süresinin, katı-sıvı oranının ve pH'ın artmasına bağlı olarak biyoaktif madde ekstraksiyonunun olumlu şekilde etkilendiği bulunmuştur.

3.1.1.4. Antioksidan aktivite (%AA) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı inorganik asitler (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) ile infrared destekli mikrodalga (İDM) ve mikrodalga (M) ekstraksiyon yöntemleri uygulamalarını içeren karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma testi ile antioksidan aktivite analizi %AA ölçüm değerleri Tablo 3.10'da verilmiştir. Pektin ekstraktlarının %AA sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla 'daha büyük daha

iyidir’ parametresi seçilmiş ve faktörlerin %AA antioksidan aktivite üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3. 10. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analiz sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					%AA		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	HCL	2	1/20	3dk	10,50	14,42	12,42	21,88
2	M90W	H ₂ SO ₄	2,5	1/25	5dk	5,54	7,67	6,65	16,46
3	M90W	H ₃ PO ₄	3	1/30	7dk	10,56	9,63	10,10	20,08
4	M180W	HCL	2	1/25	5dk	9,52	8,23	8,87	18,96
5	M180W	H ₂ SO ₄	2,5	1/30	7dk	3,74	3,63	3,68	11,33
6	M180W	H ₃ PO ₄	3	1/20	3dk	8,81	8,87	8,84	18,93
7	M360W	HCL	2,5	1/20	7dk	11,07	10,51	10,79	20,66
8	M360W	H ₂ SO ₄	3	1/25	3dk	8,42	8,57	8,49	18,58
9	M360W	H ₃ PO ₄	2	1/30	5dk	14,75	14,64	14,70	23,34
10	İDM90W	HCL	3	1/30	5dk	9,67	8,46	9,07	19,15
11	İDM90W	H ₂ SO ₄	2	1/20	7dk	10,46	10,45	10,45	20,39
12	İDM90W	H ₃ PO ₄	2,5	1/25	3dk	5,83	6,71	6,27	15,95
13	İDM180W	HCL	2,5	1/30	3dk	4,56	5,03	4,79	13,61
14	İDM180W	H ₂ SO ₄	3	1/20	5dk	7,04	6,99	7,02	16,92
15	İDM180W	H ₃ PO ₄	2	1/25	7dk	7,50	7,09	7,29	17,26
16	İDM360W	HCL	3	1/25	7dk	7,15	6,50	6,83	16,69
17	İDM360W	H ₂ SO ₄	2	1/30	3dk	7,42	7,55	7,49	17,49
18	İDM360W	H ₃ PO ₄	2,5	1/20	5dk	7,55	6,28	6,91	16,79

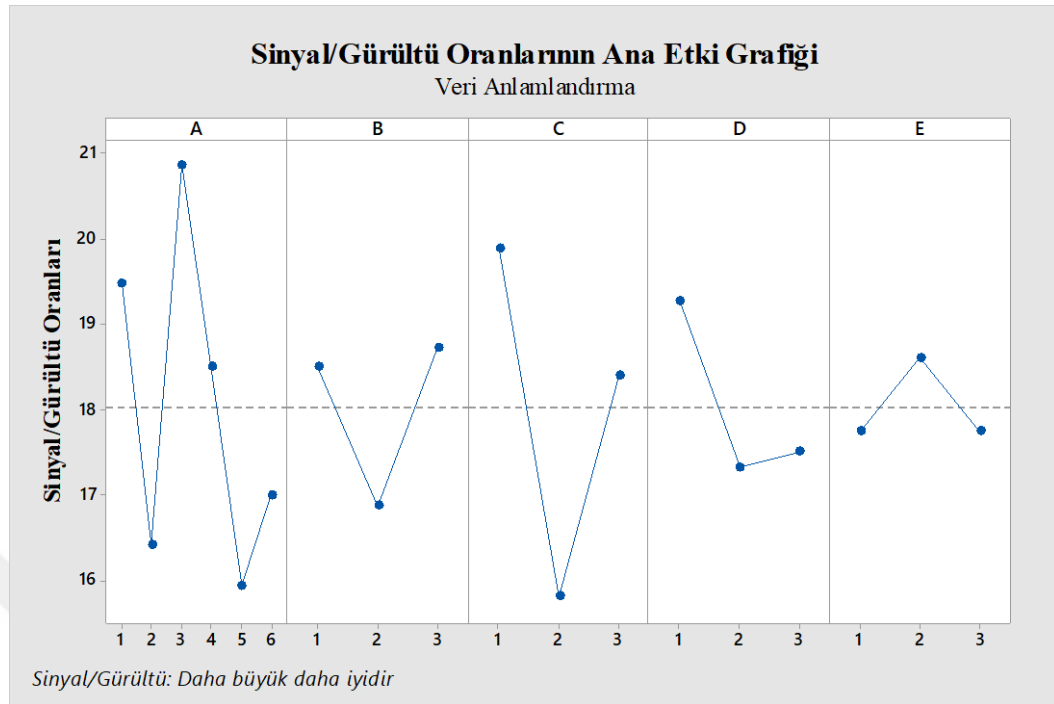
İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Kati, S: Sıvı, AA: Antioksidan Aktivite

Elma pektini ekstraktlarına ait %AA değerlerinin %3,68-14,70 arasında değiştiği Tablo 3.10'da görülmektedir. En düşük antioksidan aktivite değeri 5 numaralı deneyde gözlemlenen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2,5'te sülfirik asit ile 7 dakika 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M90W) elde edilen elma pektini ekstraktında, en yüksek antioksidan aktivitesi ise 9 numaralı deneyde gözlemlenen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2'de hidroklorik asit ile 5 dakika 360W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M360W) elde edilen elma pektini ekstraktında olduğu belirlenmiştir. Genel olarak farklı güç uygulamalarında mikrodalga yönteminin infrared destekli mikrodalga yöntemine göre pektin ekstraktlarının antioksidan aktivite değerlerini daha olumlu etkilediği belirlenmiştir.

Tablo 3. 11. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının β -karoten ağartma (%AA) analizinde SNR için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
0,9719	%97,30	%88,51			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	55,33	11,07	11,72	0,02
B	2	12,40	6,20	6,57	0,06
C	2	51,30	25,65	27,16	0,01
D	2	13,86	6,93	7,33	0,05
E	2	3,02	1,51	1,60	0,31
Artık Hata	4	3,78	0,94		
Toplam	17	139,69			

Farklı inorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla gerçekleştirilen ekstraksiyon işleminde β -karoten ağartma %AA değeri açısından faktörlerin etkileri sırası ile A (Güç), C (pH), D (Katı/Sıvı Oranı), B (Asit) ve E (süre) faktörleri tespit edilmiştir. Tablo 3.11'de SNR oranlarına ait ANOVA verileri incelendiğinde istatistiksel olarak A(güç), C (pH) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörlerinin pektin ekstraktlarının antioksidan aktivite değerleri üzerine etkili olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).



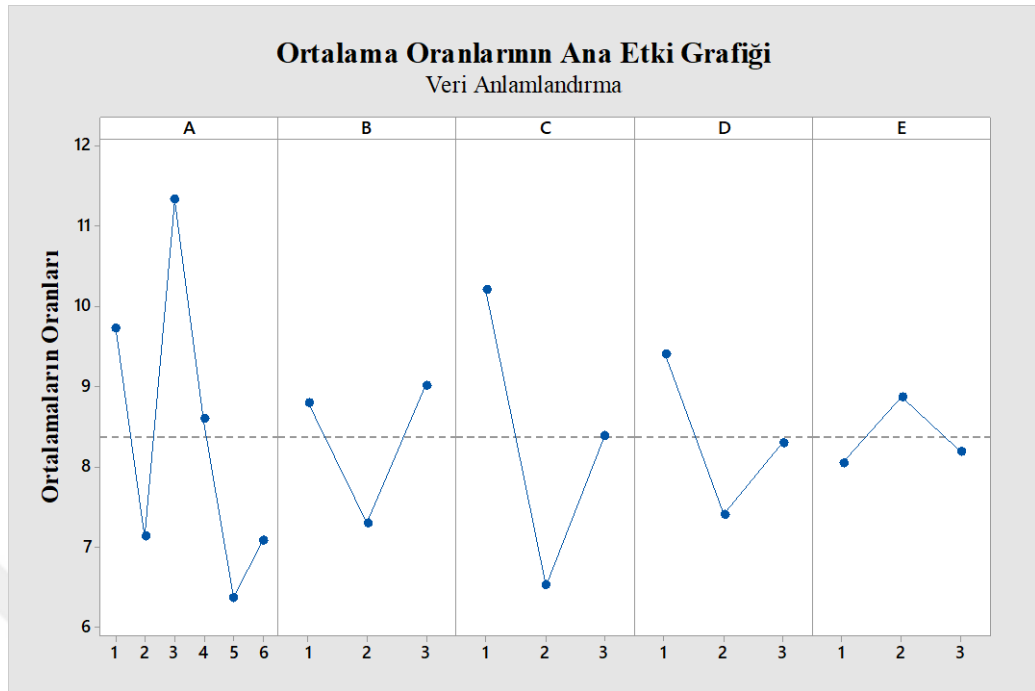
Şekil 3. 7. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elma pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analizi SNR ana etki grafiği

Tablo 3. 12. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda β -karoten ağartma (%AA) ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)
0,9719	%97,30	%88,51

Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	53,49	10,70	24,13	0,00
B	2	10,51	5,26	11,85	0,02
C	2	40,78	20,39	45,99	0,00
D	2	12,09	6,04	13,63	0,02
E	2	2,31	1,15	2,60	0,19
Artık Hata	4	1,77	0,44		
Toplam	17	120,96			

Ortalamalara ait ANOVA verileri incelendiğinde ise A (Güç), B (Asit), C (pH) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörlerinin %AA antioksidan kapasite üzerinde anlamlı düzeyde etkili olduğu (Tablo 3.12) tespit edilmiştir ($p < 0,05$).



Şekil 3. 8. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analizinde ortalamalar için ana etki grafiği

Pektin ekstraktlarının %AA değerleri baz alınarak ortalamaların (Şekil 3.8) ve SNR oranlarının ana etki grafikleri (Şekil 3.7) incelendiğinde optimum ekstraksiyon koşulları $A_3B_3C_1D_1E_2$ olarak belirlenmiştir. %AA bulguları için en etkili faktör C (pH) olmakla birlikte en uygun ekstraksiyon koşulları deneme deseninde pH 2’de 1/20 katı solvent oranına sahip fosforik asit ile hazırlanmış ve 5 dakika 360W mikrodalga gücü uygulaması (M360W) ile ekstraksiyon işlemi olarak tespit edilmiştir.

Şekil 3.7 ve Şekil 3.8 incelendiğinde fosforik asidin aynı koşullar altında hidroklorik ve sülfirik aside oranla pektin ekstraksiyonunda %AA antioksidan kapasiteye bağlı olarak biyoaktif madde miktarını artırdığı gözlemlenmiştir. Aynı zamanda, katı-sıvı oranının ve pH’ın azalmasına bağlı olarak antioksidan kapasitesinin olumlu etkilendiği görülmektedir. Mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga yöntemleri farklı güç uygulamalarında benzer eğilim göstermiş, 180W güç uygulamalarında 90W ve 360W güç uygulamalarına göre pektin ekstraktları daha düşük antioksidan kapasite sergilemiştir. Dawidowicz ve Olszowy (2015) farklı pH ve asit kullanımlarında gerçekleştirdikleri ekstraksiyonlarda pH’ın beta karoten ağartma antioksidan aktivite değerlerini etkilediğini, pH’ın artmasına bağlı olarak sonuçlarımızla benzer şekilde

%AA değerinin düştüğünü en iyi sonuçların ise pH 2’de gerçekleştirilen ekstraktlarda gözlemlendiğini bildirmişlerdir. %AA değerinin asitlerin iyonlaşma gücünden etkilendiğini inorganik asitlerde bulunan metal iyonlarının indirgemedi önemli rol oynadığını ifade etmişlerdir. Méndez vd. (2022) benzer şekilde pH’ın düşmesine bağlı antioksidan değerinin arttığının yanı sıra toplam fenolik madde içerikleri ile antioksidan aktivite arasında pozitif ilişki olduğunu belirtmişlerdir. Toplam fenolik sonuçlarına göre fosforik asit ile ekstrakte edilen örneklerin fenolik içeriklerinin yüksek olmasından dolayı %AA değerlerinin yüksek olduğu düşünülmektedir.

3.1.1.5. Dekstroz eşdeğerliği (DE) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı inorganik asitler (hidroklorik asit, sülfirik asit, fosforik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulanarak elde edilen elma pektini üretim metodu optimizasyonu için belirlenmiş olan karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin örneklerinin dekstroz eşdeğerliği (DE) ölçüm değerleri Tablo 3.13’te sunulmuştur. DE (%) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla ‘daha büyük daha iyidir’ parametresi seçilmiş ve faktörlerin dekstroz eşdeğerliği üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3.13’te verilen elma pektini örneklerine ait DE değerlerinin %85,42-94,48 arasında değiştiği gözlemlenmiştir. En düşük DE değerinin 9 numaralı denemede gözlemlenen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2’de fosforik asit ile 5 dakika 360W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M360W) elde edilen elma pektini örneğinde, en yüksek DE değerinin ise 16 numaralı deneyde gözlemlenen 1/25 katı solvent oranına sahip pH 3’te hidroklorik asit ile 7 dakika infrared destekli 360W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (İDM360W) elde edilen elma pektini örneğinde olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 3. 13. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseninde pektin örneklerine ait dekstroz eşdeğerliği (DE) analiz sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					DE (%)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	HCL	2	1/20	3dk	89,04	89,48	89,26	39,01
2	M90W	H ₂ SO ₄	2,5	1/25	5dk	90,05	90,05	90,05	39,09
3	M90W	H ₃ PO ₄	3	1/30	7dk	92,39	92,36	92,37	39,31
4	M180W	HCL	2	1/25	5dk	89,92	89,69	89,81	39,07
5	M180W	H ₂ SO ₄	2,5	1/30	7dk	91,86	92,61	92,23	39,30
6	M180W	H ₃ PO ₄	3	1/20	3dk	93,17	92,98	93,07	39,38
7	M360W	HCL	2,5	1/20	7dk	93,10	92,44	92,77	39,35
8	M360W	H ₂ SO ₄	3	1/25	3dk	93,74	93,75	93,74	39,44
9	M360W	H ₃ PO ₄	2	1/30	5dk	86,44	84,41	85,42	38,63
10	İDM90W	HCL	3	1/30	5dk	93,24	93,87	93,55	39,42
11	İDM90W	H ₂ SO ₄	2	1/20	7dk	87,82	89,62	88,72	38,96
12	İDM90W	H ₃ PO ₄	2,5	1/25	3dk	91,07	92,47	91,77	39,25
13	İDM180W	HCL	2,5	1/30	3dk	91,68	92,11	91,89	39,27
14	İDM180W	H ₂ SO ₄	3	1/20	5dk	94,36	93,54	93,95	39,46
15	İDM180W	H ₃ PO ₄	2	1/25	7dk	86,54	85,99	86,27	38,72
16	İDM360W	HCL	3	1/25	7dk	94,28	94,68	94,48	39,51
17	İDM360W	H ₂ SO ₄	2	1/30	3dk	89,87	89,60	89,73	39,06
18	İDM360W	H ₃ PO ₄	2,5	1/20	5dk	92,63	91,57	89,26	39,29

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Katı, S: Sıvı, DE: Dekstroz eşdeğerliği

Genel olarak farklı güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga yönteminin mikrodalga yöntemine göre pektin örneklerinin DE değerlerini nispeten daha olumlu etkilediği gözlemlenmiştir. Aynı zamanda, farklı pH'lardaki asidik koşullarında elma pektinlerinin DE değerleri üzerine etkili olduğu pH 3'te gerçekleştirilen ekstraksiyonlardan elde edilen elma pektinlerinin daha yüksek DE değerlerine sahip olduğu görülmektedir.

Tablo 3. 14. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin örneklerine ait DE (%) analizinde SNR için ANOVA sonuçları

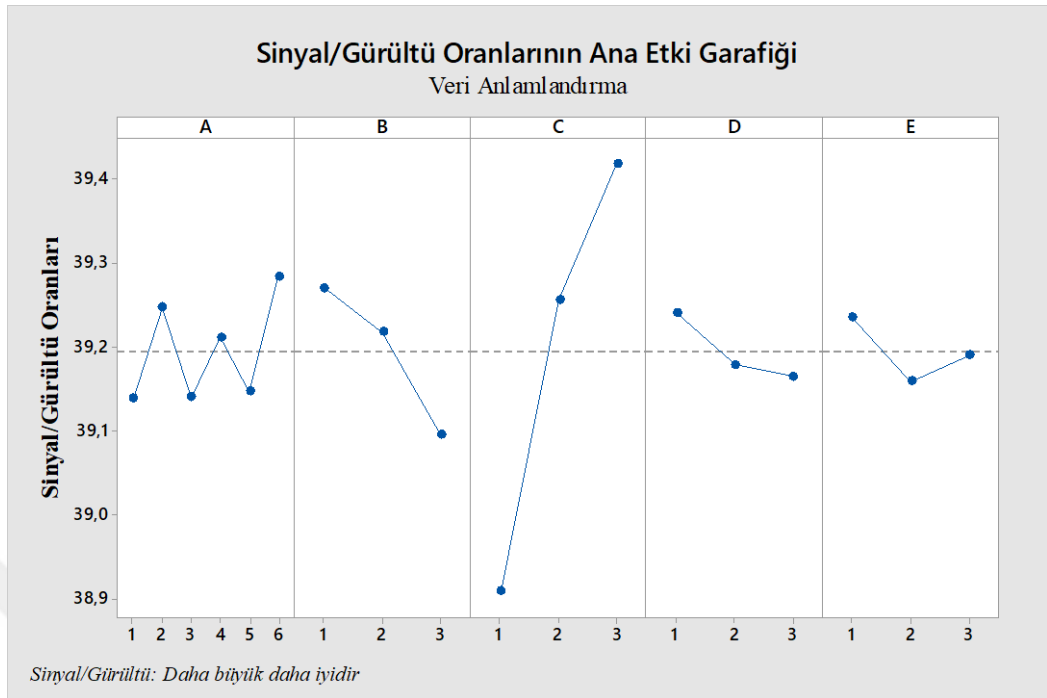
Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
0,1064	%95,71	%81,76			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	0,06	0,01	1,03	0,50
B	2	0,10	0,05	4,23	0,10
C	2	0,82	0,41	36,14	0,00
D	2	0,02	0,01	0,86	0,49
E	2	0,02	0,01	0,77	0,52
Artık Hata	4	0,05	0,01		
Toplam	17	1,05			

Farklı inorganik asitler, infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamaları ile gerçekleştirilen üretimlerde pektinin dekstroz eşdeğerliği (DE) üzerine en etkili faktörlerin sırası ile C (pH), B (Asit), A (Güç), D (Katı/Sıvı Oranı) ve E (Süre) faktörleri belirlenmiştir.

Tablo 3. 15. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin DE (%) değeri ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,0796	%95,89	%82,52			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	6,16	1,23	1,06	0,49
B	2	10,10	5,05	4,33	0,10
C	2	88,64	44,32	38,03	0,00
D	2	2,04	1,02	0,87	0,48
E	2	1,77	0,88	0,76	0,53
Artık Hata	4	4,66	1,17		
Toplam	17	113,36			

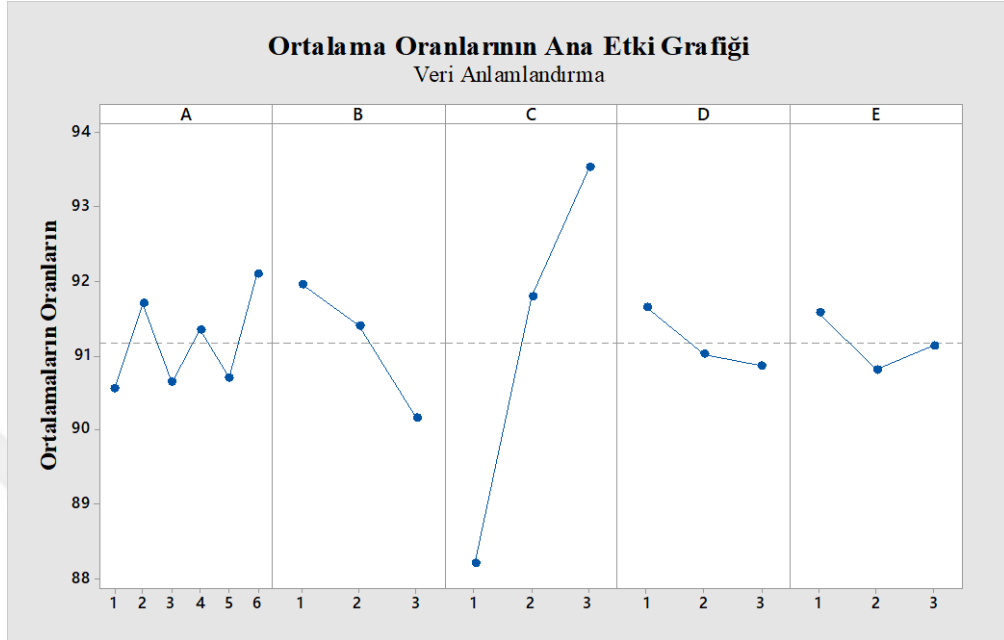
Tablo 3.13 ve Tablo 3.15 incelendiğinde inorganik asit ve farklı yöntemlerin kullanıldığı pektin üretiminde, pektinin dekstroz eşdeğerliği üzerine C (pH) faktörünün istatistiksel olarak etkili olduğu belirlenmiştir ($p < 0,05$).



Şekil 3. 9. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde SNR ana etki grafiği

Elma pektinlerinin DE değerleri üzerine ortalamaların (Şekil 3.10) ve SNR oranlarının ana etki grafikleri (Şekil 3.9) incelendiğinde farklı inorganik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla ekstrakte edilen pektinlerin dekstroz eşdeğerliği baz alındığında optimum üretim koşulları $A_6B_1C_3D_1E_1$ olarak belirlenmiştir. Elma pektinlerinin ekstraksiyonunda dekstroz eşdeğerliği üzerine en etkili faktör C (pH) olmakla birlikte pH'ın artmasına ve katı/sıvı oranının azalmasına bağlı olarak dekstroz eşdeğerliğinin olumlu etkilendiği tespit edilmiştir. Aynı zamanda ekstraksiyonda hidroklorik asit kullanımı, sülfirik ve fosforik kullanımına oranla dekstroz eşdeğerliğini olumlu etkilediği görülmüştür. 360W güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga ile üretim yönteminin mikrodalga üretim yöntemine göre dekstroz eşdeğerli üzerine daha olumlu etki gösterdiği tespit edilmiştir. Artan süreye bağlı olarak dekstroz eşdeğerliğinin olumsuz etkilendiği de görülmektedir. Panwar vd. (2024) yapmış oldukları çalışmada pektinlere ait DE değerlerinin yüksek sıcaklık, uzun ekstraksiyon süresi ve düşük pH seviyelerinde olumsuz etkilenebileceğini belirtirken, sonuçlarımızla benzer şekilde ekstraksiyon süresinin artması ve pH değerinin düşmesi pektinlerin DE değerlerini düşürmüştür. Ayrıca artan ekstraksiyon süresine bağlı olarak reaksiyon sıcaklığının artmasına bağlı olarak da DE değerlerinin düştüğü tahmin edilmektedir.

Benzer bir yaklaşım Abid vd. (2016) pH'ın artmasına ve yüksek sıcaklığa bağlı olarak DE değerlerinin arttığını ifade etmişlerdir.



Şekil 3. 10. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde ortalamalar ana etki grafiği

İnorganik asit ve farklı yöntemlerin uygulandığı pektin üretiminde dekstroz eşdeğerliği üzerine optimal üretim koşulları deneme deseninde yer almayan pH 3'te 1/20 katı solvent oranına sahip hidroklorik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulamasının (İDM360W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak belirlenmiştir. Genel olarak veriler değerlendirildiğinde üretilen elma pektinlerinin >%50 DE sahip olması yüksek metoksil derecesine sahip elma pektini üretildiğini göstermektedir.

3.1.2. Farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının kullanıldığı optimizasyon bulguları

3.1.2.1. Pektin verim sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı organik asitler (sitrik asit, laktik asit, asetik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulanarak elde edilen elma pektini üretim metodu optimizasyonu için belirlenmiş

olan karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve verim (%) ölçüm değerleri Tablo 3.16’da verilmiştir.

Tablo 3. 16. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elma pektini verim (%) sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					Verim (%)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	Sitrik	2	1/20	3dk	12,91	13,21	13,06	22,32
2	M90W	Laktik	2,5	1/25	5dk	8,28	8,66	8,47	18,56
3	M90W	Asetik	3	1/30	7dk	7,68	7,81	7,75	17,78
4	M180W	Sitrik	2	1/25	5dk	13,37	13,44	13,40	22,54
5	M180W	Laktik	2,5	1/30	7dk	10,27	10,29	10,28	20,24
6	M180W	Asetik	3	1/20	3dk	6,32	6,49	6,40	16,13
7	M360W	Sitrik	2,5	1/20	7dk	14,05	14,31	14,18	23,03
8	M360W	Laktik	3	1/25	3dk	7,03	7,09	7,06	16,98
9	M360W	Asetik	2	1/30	5dk	9,86	9,92	9,89	19,90
10	İDM90W	Sitrik	3	1/30	5dk	8,19	8,29	8,24	18,32
11	İDM90W	Laktik	2	1/20	7dk	13,35	13,66	13,50	22,61
12	İDM90W	Asetik	2,5	1/25	3dk	7,39	7,62	7,50	17,51
13	İDM180W	Sitrik	2,5	1/30	3dk	11,67	11,80	11,73	21,39
14	İDM180W	Laktik	3	1/20	5dk	8,51	8,73	8,62	18,71
15	İDM180W	Asetik	2	1/25	7dk	9,55	10,93	10,24	20,21
16	İDM360W	Sitrik	3	1/25	7dk	11,99	12,48	12,23	21,75
17	İDM360W	Laktik	2	1/30	3dk	14,93	15,26	15,10	23,58
18	İDM360W	Asetik	2,5	1/20	5dk	11,49	11,67	11,58	21,28

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, dk: dakika, K: Katı, S: Sıvı

Verim (%) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla ‘daha büyük daha iyidir’ parametresi seçilmiş ve faktörlerin verim üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3.16 incelendiğinde elma pektini verim (%) değerlerinin %6,40-15,10 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük pektin verimi 6 numaralı deneme de görülen 1/20 katı solvent oranına sahip pH 3’ de asetik asit ile 3 dakika 180W mikrodalga gücü (M180W) uygulamasıyla ekstrakte edilen elma pektini örneğinde, en yüksek pektin

veriminin ise 17 numaralı denemede görülen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2' de laktik asit ile 3 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü (İDM360W) uygulamasıyla elde edilen elma pektini örneğinde olduğu gözlenmiştir. Genel olarak infrared destekli mikrodalga uygulamalarının aynı güçteki mikrodalga uygulamalarına nazaran pektin verimi üzerine nispeten daha yüksek değerler verdiği tespit edilmiştir. Tamamlanmış deney tasarımı sonucu farklı organik asitlerin kullanımında infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla gerçekleştirilen üretimlerde verim üzerine en etkili faktörler sırası ile C (pH), B (Asit), A (Güç), E (Süre) ve D (Katı/Sıvı Oranı) faktörleri belirlenmiştir.

Tablo 3. 17. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) SNR için ANOVA sonuçları

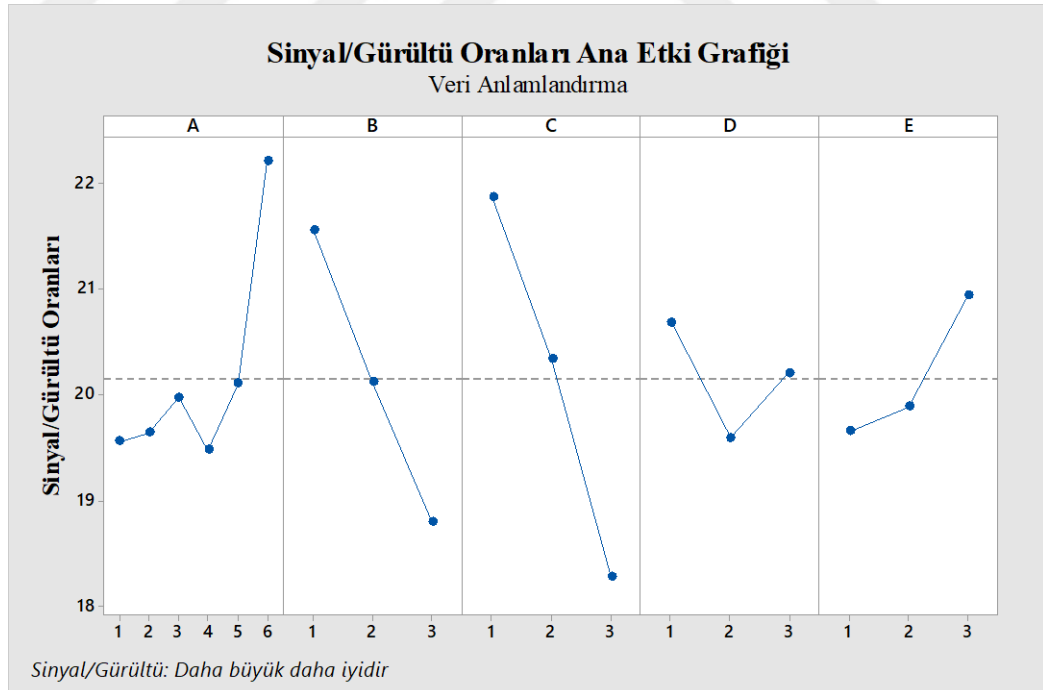
Sapma	R²	R² (Düzeltilmiş)				
0,7074	%97,74	%90,41				
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P	
A	5	15,93	3,19	6,37	0,05	
B	2	22,83	11,41	22,81	0,01	
C	2	38,75	19,37	38,72	0,00	
D	2	3,57	1,79	3,57	0,13	
E	2	5,63	2,82	5,63	0,07	
Artık Hata	4	2,00	0,50			
Toplam	17	88,71				

Tablo 3.17'de yer alan pektin verimleri baz alınarak faktörlerin etkinliğini ölçmede SNR oranlarına ait ANOVA verileri göz önüne alındığında C (pH), B(asit) ve A (Güç) faktörlerinin istatistiksel olarak pektin verimi üzerinde etkili olduğu belirlenmiştir ($p < 0,05$).

Tablo 3. 18. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) ortalamalar için ANOVA sonuçları

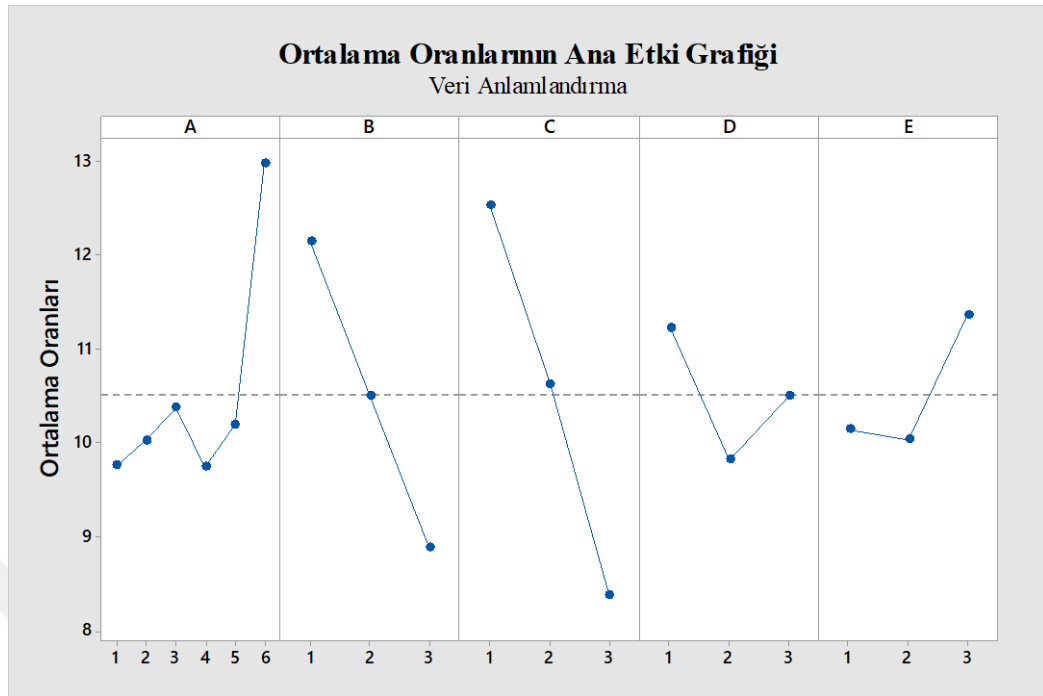
Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,0373	%96,49	%85,09			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	22,62	4,52	4,20	0,09
B	2	31,60	15,80	14,68	0,01
C	2	51,69	25,85	24,02	0,01
D	2	5,94	2,97	2,76	0,18
E	2	6,53	3,27	3,04	0,16
Artık Hata	4	4,30	1,08		
Toplam	17	122,68			

Tablo 3.18 de verilen elma pektin örneklerinin verim ortalamalarına göre faktörlerin etkinliği incelendiğinde C (pH) ve B (asit) faktörlerinin pektin verimi üzerinde istatistiksel olarak etkili olduğu belirlenmiştir ($p < 0,05$).



Şekil 3. 11. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerine SNR ana etki grafiği

Pektin örneklerine ait ortalamaların (Şekil 3.12) ve SNR oranlarının pektin verimi üzerindeki ana etki grafikleri (Şekil 3.11) incelendiğinde organik asit kullanımının yanı sıra infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının pektin verimi üzerine etkili olduğu, pektin üretiminde en yüksek verim için optimal ekstraksiyon koşullarının $A_6B_1C_1D_1E_3$ noktasında olduğu belirlenmiştir. Pektin verimi üzerine en etkili faktör C (pH) olmakla birlikte pH'ın ve katı/sıvı oranının azalmasına bağlı olarak pektin veriminin olumlu etkilendiği tespit edilmiştir. Farklı güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga yönteminin mikrodalga yöntemine kıyasla pektin verimi üzerine daha etkili olduğu ve güç uygulamasını artmasına bağlı olarak her iki yöntemde pektin verimini iyileştirdiği gözlemlenmiştir. Güç uygulamasının yanı sıra ekstraksiyon süresinin artması da pektin verimini pozitif yönde etkilemiştir. Sitrik asidin aynı koşullar altında laktik ve asetik aside nazaran pektin veriminde daha etkili olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak, farklı organik asit kullanımı ve yöntem uygulamalarını içeren optimizasyon çalışmasında pektin verimi için optimal ekstraksiyon koşulları deneme deseninde yer almayan pH 2 de 1/20 katı solvent oranına sahip sitrik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulaması (İDM360W) ile ekstraksiyon işlemi olarak tespit edilmiştir. Venzon vd. (2015) diğer asitlere oranla sitrik asit kullanımına ve pH'ın düşmesine bağlı olarak pektin veriminin arttığını bulgulamamızla benzer şekilde ifade etmişlerdir. Dranca et al. (2020) mikrodalga uygulamalarının sitrik asit kullanımında pektin veriminin arttığını ve mikrodalga uygulamasının pektin veriminde etkili olduğunu bildirmişlerdir. Mikrodalga dalga uygulamasıyla oluşan iç sıcaklığın yanı sıra eş zamanlı infrared uygulamasının ortam dış sıcaklığını arttırarak pektin verimi üzerine etkili olduğu ve pektinin difüzivitesini arttığı tahmin edilmektedir.



Şekil 3. 12. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin verimi (%) üzerine SNR ana etki grafiği

3.1.2.2. Pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı organik asit (sitrik asit, laktik asit, asetik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulamalarını içeren karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) ölçüm değerleri Tablo 3.19’da verilmiştir. Toplam fenolik madde (mg GAE/g EP) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla ‘daha büyük daha iyidir’ parametresi seçilerek faktörlerin ve faktör seviyelerinin pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde bileşenleri üzerine etkileri tespit edilmiştir.

Elma pektini ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) değerlerinin 1,51-4,01 mg GAE/g EP arasında değiştiği Tablo 3.19’da görülmektedir. En düşük toplam fenolik madde içeriği 14 numaralı deneme de görülen 1/20 katı solvent oranına sahip pH 3’te laktik asit ile 5 dakika infrared destekli 180W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (İDM180W) elde edilen elma pektini ekstraktında, en yüksek toplam fenolik madde içeriği ise 9 numaralı denemede görülen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2’ de asetik

asit ile 5 dakika 360W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M360W) elde edilen elma pektini ekstraktında olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3. 19. Farklı inorganik asitler ile farklı yöntem uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elde edilen elma pektini ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					TFM (mgGAE/gEP)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	Sitrik	2	1/20	3dk	1,78	1,78	1,78	5,02
2	M90W	Laktik	2,5	1/25	5dk	1,63	1,63	1,63	4,26
3	M90W	Asetik	3	1/30	7dk	1,82	1,81	1,82	5,19
4	M180W	Sitrik	2	1/25	5dk	2,44	2,45	2,45	7,77
5	M180W	Laktik	2,5	1/30	7dk	1,74	1,71	1,73	4,74
6	M180W	Asetik	3	1/20	3dk	1,65	1,64	1,64	4,31
7	M360W	Sitrik	2,5	1/20	7dk	2,28	2,28	2,28	7,15
8	M360W	Laktik	3	1/25	3dk	1,56	1,57	1,56	3,89
9	M360W	Asetik	2	1/30	5dk	4,00	4,03	4,01	12,07
10	İDM90W	Sitrik	3	1/30	5dk	1,51	1,49	1,50	3,52
11	İDM90W	Laktik	2	1/20	7dk	2,23	2,22	2,22	6,93
12	İDM90W	Asetik	2,5	1/25	3dk	2,23	2,21	2,22	6,92
13	İDM180W	Sitrik	2,5	1/30	3dk	1,68	1,69	1,68	4,52
14	İDM180W	Laktik	3	1/20	5dk	1,51	1,51	1,51	3,57
15	İDM180W	Asetik	2	1/25	7dk	3,93	3,99	3,96	11,95
16	İDM360W	Sitrik	3	1/25	7dk	2,32	2,32	2,32	7,30
17	İDM360W	Laktik	2	1/30	3dk	2,38	2,36	2,37	7,50
18	İDM360W	Asetik	2,5	1/20	5dk	2,80	2,81	2,80	8,95

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Katı, S: Sıvı, TFM: Toplam fenolik madde, GAE: Gallik asit eşdeğeri, EP: Elma Posası

Genel bağlamda farklı yöntem uygulamalarından bağımsız olarak pH 2 ve pH 2,5'te asetik asidin elma pektini ekstraktlarının toplam fenolik madde bileşenlerini artırdığı görülmektedir. Azman vd. (2020) ve Zannou vd. (2024) yapmış oldukları çalışmalarda bulgularımızla benzer şekilde organik asit olarak asetik asit kullanımının fenolik geri kazanımını artırdığını ve yüksek fenolik madde içerikli ekstraksiyonlar için uygun olduğunu ifade etmişlerdir. İnorganik asitlerin fenoliklerin bileşimini olumsuz etkilemesinden kaynaklı organik asitlerin daha iyi sonuç verdiği Salamon vd. (2015) tarafından vurgulanmıştır. Aynı zamanda bulgularımızı destekler nitelikte olan Pereira

vd. (2019) pH 2-2,5 arasındaki asitlik düzeyinin fenoliklerin geri kazanımında iyi sonuçlar verdiğini belirtmişlerdir.

Tablo 3. 20. Farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g EP) SNR oranları için ANOVA sonuçları

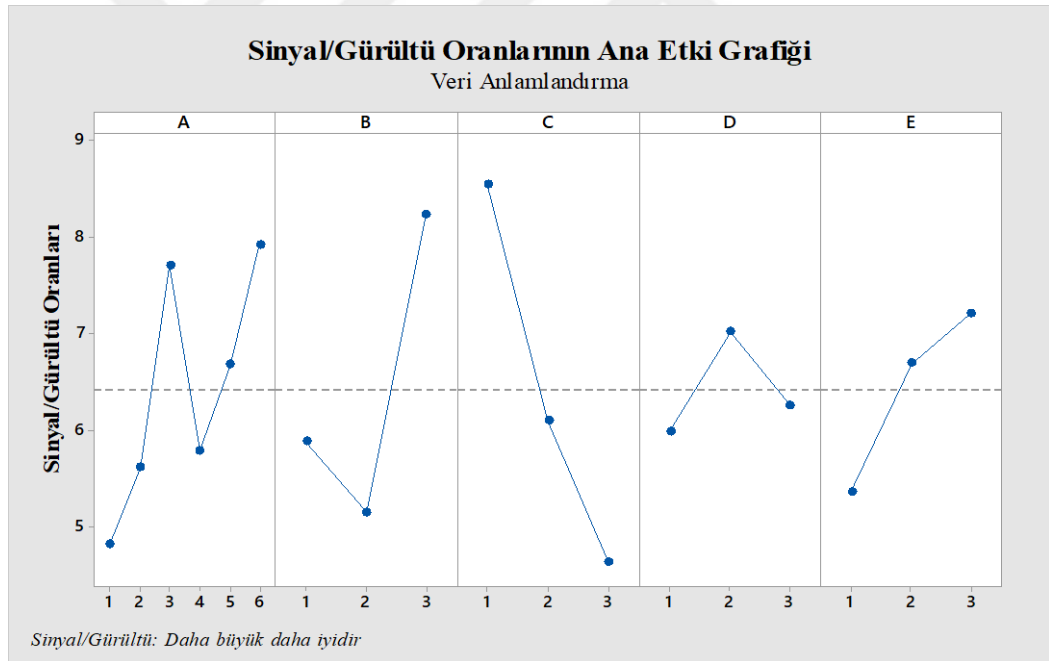
Sapma	R²	R² (Düzeltilmiş)				
0,4078	%99,43	%97,56				
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P	
A	5	22,66	4,53	27,25	0,00	
B	2	31,17	15,58	93,72	0,00	
C	2	46,94	23,47	141,16	0,00	
D	2	3,39	1,69	10,19	0,03	
E	2	10,92	5,46	32,83	0,00	
Artık Hata	4	0,67	0,17			
Toplam	17	115,74				

Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının uygulamalarında gerçekleştirilen pektin ekstraksiyonunda toplam fenolik madde üzerinde faktörlerin etkileri sırasıyla C (pH), A (Güç), B (Asit), D (Katı/Sıvı Oranı) ve E (Süre) olarak belirlenmiştir. Tablo 3. 20’de verilen pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarına göre SNR sonuçlarına göre ANOVA verileri incelendiğinde tüm faktörlerinin istatistiksel olarak pektin ekstraksiyonunda eş zamanlı toplam fenolik madde kazanımı üzerine etkili olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.21’de verilen pektin ekstraktlarının fenolik bileşen miktarına ait ortalama sonuçlarına göre ANOVA verileri incelendiğinde C (pH), B (asit), A (güç) ve E (Süre) faktörlerinin pektin ekstraksiyonunda eş zamanlı toplam fenolik madde kazanımı üzerine anlamlı düzeyde etkili olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3. 21. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin ekstraktlarına ait TFM (mg GAE/g) ortalamaları için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
0,4078	%99,43	%97,56			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	1,86	0,37	8,70	0,03
B	2	2,79	1,40	32,56	0,00
C	2	3,63	1,82	42,41	0,00
D	2	0,30	0,15	3,53	0,13
E	2	0,92	0,46	10,68	0,03
Artık Hata	4	0,17	0,04		
Toplam	17	9,68			

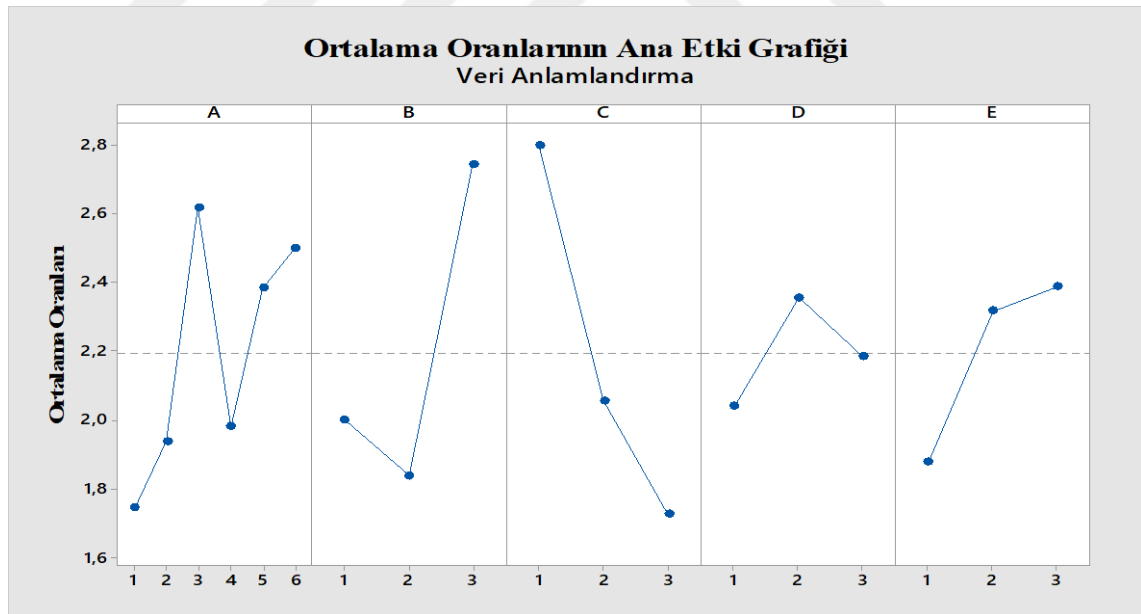


Şekil 3. 13. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g EP) üzerine SNR ana etki grafiği

SNR oranların ana etki grafiği (Şekil 3.13) incelendiğinde farklı organik asit ve farklı yöntem kullanılarak gerçekleştirilen pektin ekstraksiyonunda eş zamanlı toplam fenolik madde geri kazanımı için optimal noktalar sırası ile A₆B₃C₁D₂E₃ olarak tespit edilmiştir. SNR oranlarına göre aynı güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga uygulamasının, pektin ekstraksiyonunda eş zamanlı toplam fenolik madde kazanımında

daha etkili olduğu belirlenmiştir. Asetik asidin, sitrik ve laktik aside nazaran toplam fenolik madde geri kazanımında daha etkili olduğu, aynı koşullar altında pH'ın düşmesine ve ekstraksiyon süresinin artmasına bağlı olarak fenolik madde kazanımını arttırdığı gözlemlenmiştir. SNR oranları dikkate alındığında toplam fenolik madde miktarına bağlı olarak belirlenen optimal ekstraksiyon koşulları pH 2 de 1/25 katı solvent oranına sahip asetik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulaması (İDM360W) ile ekstraksiyon işlemi olarak tespit edilmiştir.

Ortalamaların ana etki grafiği (Şekil 3.14) incelendiğinde pektin üretiminde eş zamanlı fenolik madde kazanımında optimal ekstraksiyon koşulları $A_3B_3C_1D_2E_3$ olarak belirlenmiştir. Daha açık ifade ile pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde bileşenleri baz alındığında ortalamalara göre optimum ekstraksiyon koşulları pH 2 de 1/25 katı solvent oranına sahip asetik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika 360W mikrodalga gücü uygulaması (M360W) ile ekstraksiyon işlemi olarak tespit edilmiştir.



Şekil 3. 14. Farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda TFM (mg GAE/g EP) üzerine ortalamaların ana etki grafiği

3.1.2.3. Troloks eşdeğeri antioksidan bileşen analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı organik asitler (sitrik asit, laktik asit, asetik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM))

uygulamalarını içeren Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) ölçüm değerleri Tablo 3.22’de verilmiştir. Pektin ekstraktlarının ABTS (mg TE/g EP) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla ‘daha büyük daha iyidir’ parametresi seçilmiş ve faktörlerin troloks eşdeğeri ABTS (mg TE/g EP) antioksidan kapasitesi üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3. 22. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseni ve elde edilen elma pektini ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					ABTS (mgTE/gEP)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	Sitrik	2	1/20	3dk	0,83	0,83	0,83	-1,62
2	M90W	Laktik	2,5	1/25	5dk	2,39	2,39	2,39	7,55
3	M90W	Asetik	3	1/30	7dk	2,09	2,09	2,09	6,39
4	M180W	Sitrik	2	1/25	5dk	2,05	2,06	2,06	6,26
5	M180W	Laktik	2,5	1/30	7dk	2,47	2,46	2,46	7,84
6	M180W	Asetik	3	1/20	3dk	0,75	0,77	0,76	-2,40
7	M360W	Sitrik	2,5	1/20	7dk	2,59	2,57	2,58	8,23
8	M360W	Laktik	3	1/25	3dk	2,50	2,51	2,50	7,97
9	M360W	Asetik	2	1/30	5dk	2,77	2,79	2,78	8,88
10	İDM90W	Sitrik	3	1/30	5dk	2,94	2,93	2,93	9,34
11	İDM90W	Laktik	2	1/20	7dk	0,65	0,65	0,65	-3,69
12	İDM90W	Asetik	2,5	1/25	3dk	0,93	0,94	0,93	-0,59
13	İDM180W	Sitrik	2,5	1/30	3dk	2,37	2,36	2,36	7,47
14	İDM180W	Laktik	3	1/20	5dk	2,51	2,51	2,51	8,00
15	İDM180W	Asetik	2	1/25	7dk	2,95	2,96	2,95	9,40
16	İDM360W	Sitrik	3	1/25	7dk	3,86	3,86	3,86	11,73
17	İDM360W	Laktik	2	1/30	3dk	1,04	1,05	1,05	0,39
18	İDM360W	Asetik	2,5	1/20	5dk	2,16	2,16	2,16	6,70

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Katı, S: Sıvı, ABTS: 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), TE: Troloks eşdeğeri antioksidan kapasite

Tablo 3.22’de elma pektini ekstraktlarına ait ABTS (mg TE/g EP) değerlerinin 0,65-3,86 mg TE/g EP arasında değiştiği görülmektedir. En düşük troloks eşdeğeri antioksidan madde içeriği 11 numaralı deneme de görülen 1/20 katı solvent oranına

sahip pH 2' de laktik asit ile 7 dakika infrared destekli 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (İDM90W) elde edilen elma pektini ekstraktında, en yüksek troloks eşdeğeri antioksidan madde içeriği ise 16 numaralı denemede görülen 1/25 katı solvent oranına sahip pH 3' de sitrik asit ile 7 dakika infrared destekli 360W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (İDM360W) elde edilen elma pektini ekstraktında olduğu belirlenmiştir.

Genel olarak 360W mikrodalga gücü uygulamaları (M360W) ve infrared destekli 180W mikrodalga uygulamalarıyla elde edilen elma pektini ekstraktlarının diğer yöntem uygulamalarıyla elde edilen pektin ekstraktlarına nazaran daha yüksek sonuçlar verdiği tespit edilmiştir.

Tablo 3. 23. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mgTE/gEP) değerlerine ait SNR oranları için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,8158	%96,50	%85,13			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	106,82	21,36	6,48	0,05
B	2	19,36	9,68	2,94	0,16
C	2	43,49	21,75	6,60	0,05
D	2	75,88	37,94	11,51	0,02
E	2	118,31	59,15	17,94	0,01
Artık Hata	4	13,19	3,30		
Toplam	17	377,05			

Farklı organik asitlerin kullanımında infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla gerçekleştirilen ekstraksiyonlarda troloks eşdeğeri antioksidan madde miktarlarına göre ekstraksiyon üzerinde en etkili faktörler sırası ile E (Süre), A (Güç), D (Katı/Sıvı Oranı), C (pH) ve B (Asit) faktörleri olarak belirlenmiştir. Farklı organik asitlerin kullanımıyla infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının pektin ekstraksiyonunda antioksidan madde kazanımında istatistiksel olarak A (güç), C (pH), D (katı/sıvı oranı) ve E (süre) faktörlerinin etkili olduğu gözlenmiştir ($p < 0,05$). Troloks eşdeğeri antioksidan madde miktarı ortalamalarına ait ANOVA verilerinin verildiği Tablo 3.24 incelendiğinde istatistiksel olarak E (Süre) faktörünü ekstraksiyon üzerine anlamlı etkisi olduğu görülmektedir ($p < 0,05$).

ABTS (mg TE/g EP) değeri antioksidan madde miktarlarına göre ortalamaların (Şekil 3.16) ve SNR oranlarının ana etki grafikleri (Şekil 3.15) incelendiğinde farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarını içeren modellemelerde optimum ekstraksiyon noktası $A_3B_1C_3D_2E_2$ olarak belirlenmiştir. Mikrodalga yönteminin en yüksek güç uygulamasında (M360W) aynı şartlarda infrared destekli mikrodalga yöntemine (İDM360W) nazaran pektin ekstraksiyonunda eş zamanlı olarak daha yüksek antioksidan madde kazanılmasında etkili olduğu gözlemlenmiştir.

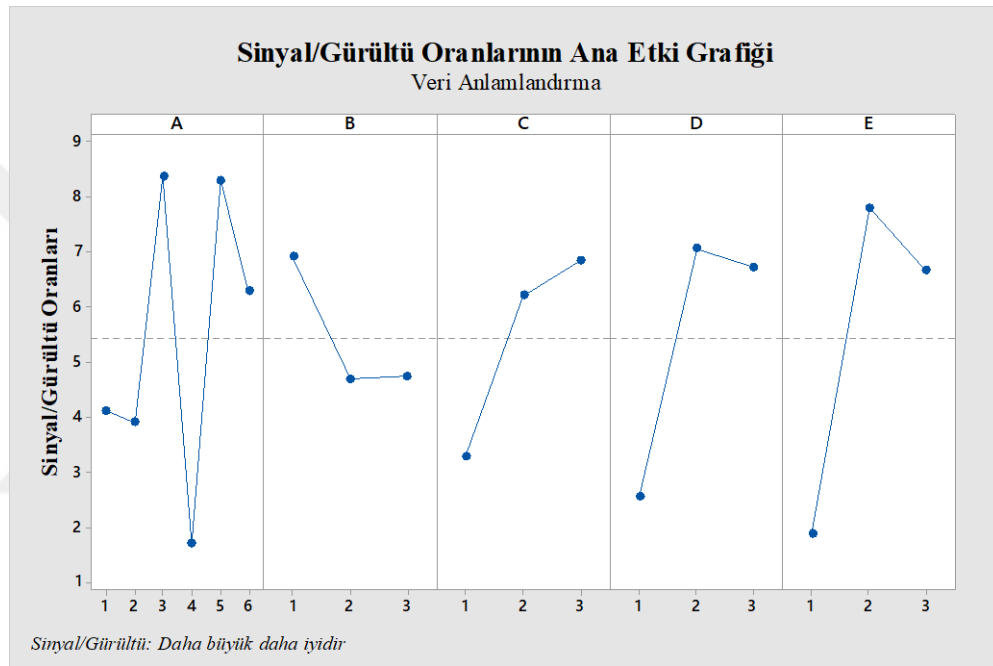
Tablo 3. 24. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mgTE/gEP) değerlerine ait ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,8158	%96,50	%85,13			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	3,53	0,71	3,59	0,12
B	2	1,00	0,50	2,55	0,19
C	2	1,59	0,79	4,04	0,11
D	2	2,52	1,26	6,42	0,06
E	2	4,38	2,19	11,15	0,02
Artık Hata	4	0,79	0,20		
Toplam	17	13,80			

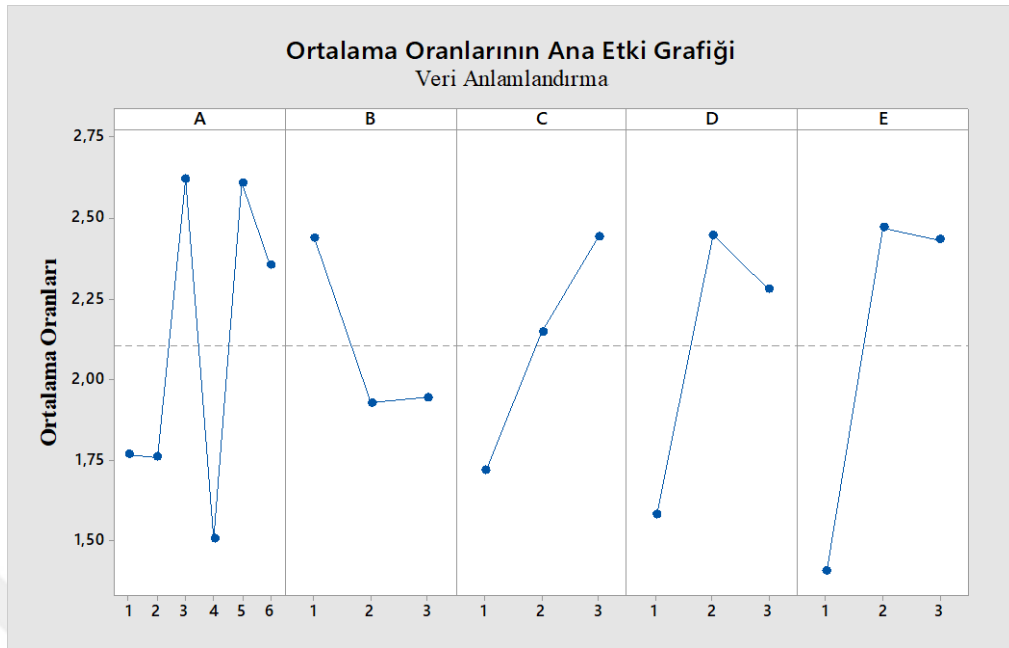
Sonuçlarımızla benzer şekilde Albarri ve Şahin (2024) mikrodalga yönteminin ultrases yöntemine nazaran biyoaktif bileşenlerin geri kazanımında daha efektif bir yöntem olduğunu belirterek artan mikrodalga gücüne bağlı olarak biyoaktif bileşen miktarının arttığını en yüksek biyoaktif bileşenlerin sitrik asit kullanımında elde ettiklerini bildirmişlerdir. İnfrared destekli mikrodalga yönteminin ise mikrodalga yöntemine nazaran daha düşük sonuç vermesi eş zamanlı infrared kullanımının biyoaktif bileşenlerin ABTS radikali indirgeyici bağları üzerine olumsuz etkisinden oluşturabileceği tahmin edilmektedir. Lee vd. (2024) bu durumu sıcaklığın aşırı yükselmesine bağlı olarak biyoaktif bileşenlerin etkisini yitirebileceğini öne sürerek açıklamışlardır.

Artan pH'ya bağlı olarak antioksidan madde geri kazanımının arttığı göze çarpmaktadır. Farklı organik asit kullanımlarıyla infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga

uygulamalarında pektin ekstraksiyonu ile eş zamanlı antioksidan madde geri kazanımı açısından optimal koşullar pH 3'te 1/25 katı solvent oranına sahip sitrik asit ile hazırlanmış ve 5 dakika 360W mikrodalga gücü uygulamasının (M360W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak belirlenmiştir. 5 dakika ekstraksiyon süresinin infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında 3 ve 7 dakika sürelerinde gerçekleştirilen ekstraksiyonlara nazaran troloks eşdeğeri antioksidan madde kazanımında daha pozitif etki gösterdiği gözlemlenmiştir.



Şekil 3. 15. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mg TE/g EP) üzerine SNR oranlarının ana etki grafiği



Şekil 3. 16. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda ABTS (mg TE/g EP) üzerine ortalamaların ana etki grafiği

3.1.2.4. Antioksidan aktivite (%AA) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı organik asitler (sitrik asit, laktik asit, asetik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM)) uygulanarak elde edilen elma pektini üretim metodu optimizasyonu için belirlenmiş olan karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma testi ile antioksidan aktivite analizi %AA ölçüm değerleri Tablo 3.25'te verilmiştir. Pektin ekstraktlarının %AA sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla 'daha büyük daha iyidir' parametresi seçilmiş ve faktörlerin %AA antioksidan aktivite üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3.25'te görüldüğü üzere elma pektini ekstraktlarına ait %AA değerlerinin %13,17-42,70 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük antioksidan aktivite değeri 5 numaralı deneyde gözlemlenen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 2,5' de laktik asit ile 7 dakika 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M90W) elde edilen elma pektini ekstraktında, en yüksek antioksidan aktivitesi ise 4 numaralı deneyde gözlemlenen 1/25 katı solvent oranına sahip pH 2' de sitrik asit ile 5 dakika 180W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M180W) elde edilen elma pektini ekstraktında olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3. 25. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseninde ve pektin ekstraktlarına ait β -karoten ağartma (%AA) analiz sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					%AA		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	Sitrik	2	1/20	3dk	42,98	39,91	41,44	32,35
2	M90W	Laktik	2,5	1/25	5dk	16,46	11,79	14,12	23,00
3	M90W	Asetik	3	1/30	7dk	12,74	13,61	13,17	22,39
4	M180W	Sitrik	2	1/25	5dk	42,67	42,73	42,70	32,61
5	M180W	Laktik	2,5	1/30	7dk	12,97	13,31	13,14	22,37
6	M180W	Asetik	3	1/20	3dk	15,01	14,38	14,69	23,34
7	M360W	Sitrik	2,5	1/20	7dk	35,76	35,35	35,55	31,02
8	M360W	Laktik	3	1/25	3dk	13,03	12,78	12,91	22,22
9	M360W	Asetik	2	1/30	5dk	37,29	36,18	36,73	31,30
10	İDM90W	Sitrik	3	1/30	5dk	37,20	34,72	35,96	31,12
11	İDM90W	Laktik	2	1/20	7dk	21,45	21,17	21,31	26,57
12	İDM90W	Asetik	2,5	1/25	3dk	18,38	20,00	19,19	25,66
13	İDM180W	Sitrik	2,5	1/30	3dk	32,54	34,76	33,65	30,54
14	İDM180W	Laktik	3	1/20	5dk	38,26	39,01	38,64	31,74
15	İDM180W	Asetik	2	1/25	7dk	32,64	33,12	32,88	30,34
16	İDM360W	Sitrik	3	1/25	7dk	25,42	27,00	26,21	28,37
17	İDM360W	Laktik	2	1/30	3dk	30,49	32,59	31,54	29,98
18	İDM360W	Asetik	2,5	1/20	5dk	34,72	32,39	33,55	30,52

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K: Katı, S: Sıvı, AA: Antioksidan Aktivite

Genel olarak farklı güçte yöntem uygulamalarından bağımsız olarak sitrik asit ile elde edilen pektin ekstraktlarının diğer asitlere nazaran daha yüksek antioksidan aktivite sergilediği tespit edilmiştir.

Tablo 3. 26. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının β -karoten ağartma (%AA) analizinde SNR için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,8158	%96,50	%85,13			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	56,55	11,31	3,51	0,12
B	2	81,69	40,85	12,67	0,02
C	2	55,07	27,53	8,54	0,04
D	2	14,98	7,49	2,32	0,21
E	2	35,59	17,80	5,52	0,07
Artık Hata	4	12,90	3,22		
Toplam	17	256,77			

Farklı organik asitler kullanımında infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla gerçekleştirilen pektin ekstraksiyon süresince elde edilen pektin ekstraktlarının %AA değerleri baz alındığında ekstraksiyona etki eden en etkili faktörler sırasıyla B (Asit), A (Güç), C (pH), D (Katı/Sıvı Oranı) ve E (Süre) olarak belirlenmiştir.

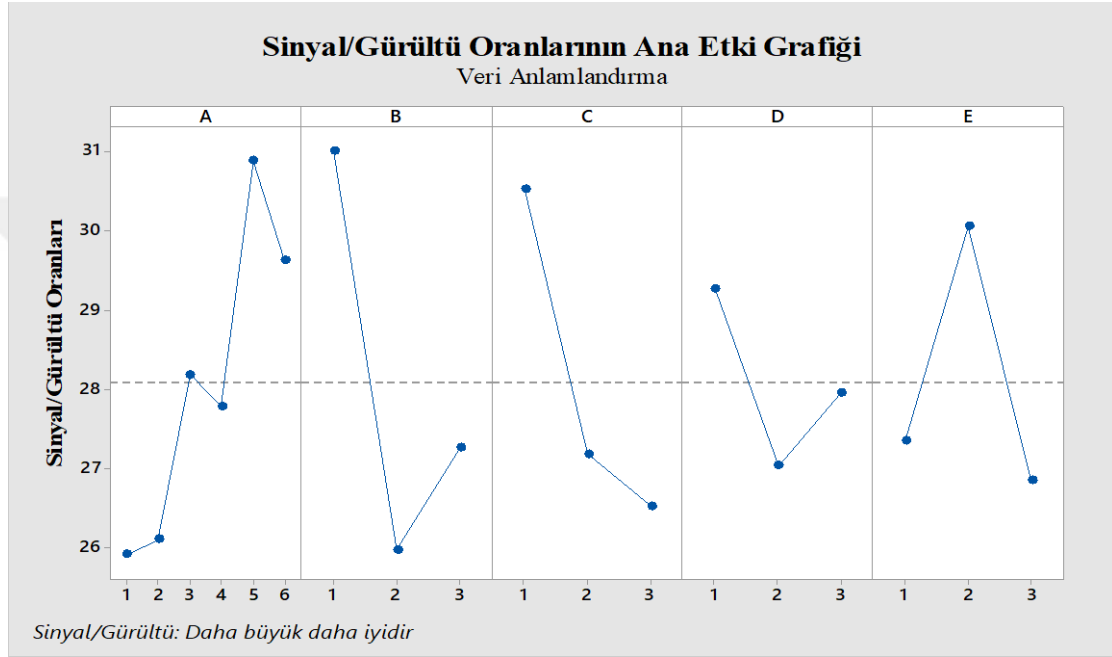
Tablo 3. 27. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda elde edilen pektin ekstraktlarının β -karoten ağartma (%AA) analizinde ortalamalar için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
1,8158	%96,50	%85,13			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	322,1	64,43	2,01	0,26
B	2	646,7	323,36	10,08	0,03
C	2	421	210,5	6,56	0,06
D	2	115,8	57,91	1,8	0,28
E	2	332,7	166,36	5,18	0,08
Artık Hata	4	128,4	32,09		
Toplam	17	1966,7			

Pektin ekstraktlarının %AA değerlerine bağlı olarak Tablo 3.25'te verilen SNR oranları incelendiğinde farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarıyla gerçekleşen pektin

ekstraksiyonu için B (asit) ve C (pH) faktörlerinin önemli düzeyde etkileri olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.26’da görüldüğü üzere pektin ekstraktlarına ait antioksidan aktivite değerlerine bağlı olarak ortalamaların etkileri incelendiğinde ise antioksidan aktivite açısından sadece B (Süre) faktörünün istatistiksel olarak anlam taşıdığı tespit edilmiştir ($p<0,05$).

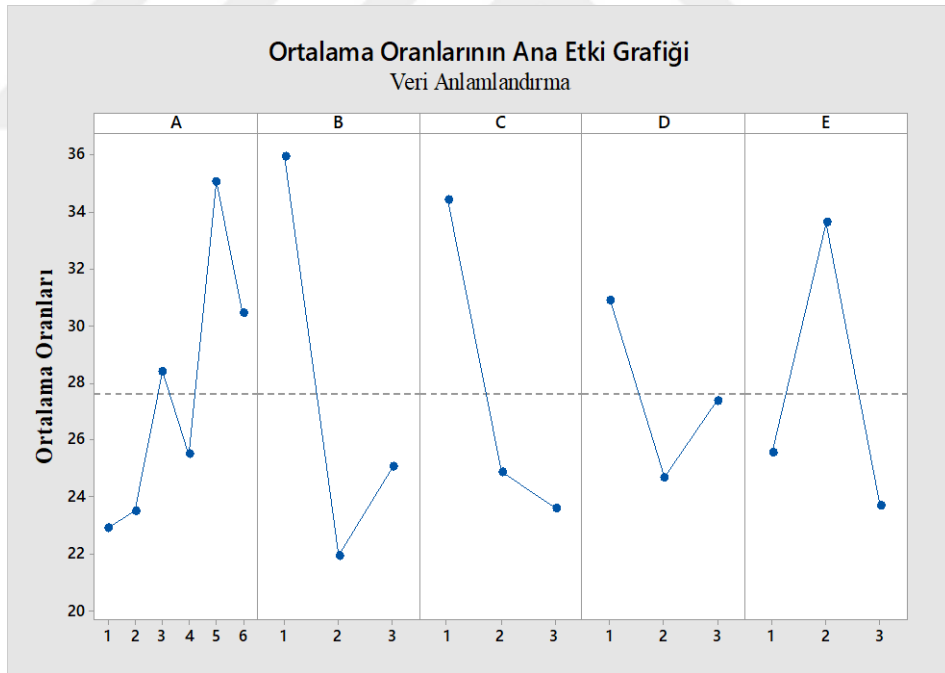


Şekil 3. 17. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda β -karoten ağartma (%AA) üzerinde SNR ana etki grafiği

Pektin ekstraktlarının antioksidan aktivite değerlerine göre SNR (Şekil 3.17) ve ortalama oranlarının etki grafikleri (Şekil 3.18) incelendiğinde farklı organik asit ve yöntem uygulamalarını kapsayan deneme deseni sonucu en uygun ekstraksiyon noktası $A_5B_1C_1D_1E_2$ olarak sıralanmıştır. En etkili faktör B (asit) olmakla birlikte sitrik asit kullanılarak elde edilen pektin ekstraktlarının %AA değeri referans alındığında asetik ve laktik aside oranla daha yüksek değerlere sahip olduğu anlaşılmaktadır. Ekstraksiyon koşullarında pH’ın düşmesine bağlı olarak antioksidan aktivite değerinin yükseldiği gözlemlenmiştir. Aynı güç uygulamalarında infrared destekli mikrodalga yönteminin mikrodalga yöntemine nazaran antioksidan bileşiklerin aktivite değerlerini olumlu etkilediği tespit edilmiştir. Farklı organik asit ve farklı yöntemlerle elde edilen pektin ekstraktlarının antioksidan aktivite değerlerine göre optimal ekstraksiyon koşulları

deneme deseninde yer almayan pH 2’de 1/20 katı solvent oranına sahip sitrik asit ile hazırlanmış ve 5 dakika infrared destekli 180W mikrodalga gücü uygulamasının (İDM180W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak belirlenmiştir.

Sonuçlarımızla benzer şekilde Dawidowicz ve Olszowy (2015) pH’ın düşmesine bağlı olarak %AA değerlerinin arttığını ve pH 2 de en yüksek değerleri elde ettiklerini vurgulamışlardır. Organik asitlerin inorganik asitlere oranlara daha yüksek %AA sergilediklerini de ifade etmişlerdir. Méndez vd. (2022) çalışmasında verilmiş olan %AA değerleri ile sonuçlarımız benzerlik göstermiştir. Aynı çalışmada toplam fenolik madde içeriğinin artmasına bağlı olarak %AA değerinin yükseldiği belirtilmiş, inorganik asitler ile gerçekleştirilen ekstraktların fenolik madde içeriğinin organik asitler ile gerçekleştirilen ekstraktlara oranla düşük olması bu durumu açıklamaktadır. Benzer bir ifade Jiang vd. (2020) yapmış olduğu pektin ekstraksiyonu çalışmasında raporlanmıştır.



Şekil 3. 18. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda β -karoten ağartma (%AA) üzerinde ortalamaların ana etki grafiği

3.1.2.5. Dekstroz eşdeğerliği (DE) analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Elma posasından farklı organik asit (sitrik asit, laktik asit, asetik asit) ve farklı ekstraksiyon yöntemleri (mikrodalga (M), infrared destekli mikrodalga (İDM))

uygulanarak elde edilen elma pektini üretim metodu optimizasyonu için belirlenmiş olan karışık seviye Taguchi ortogonal tasarım karışık seviye L18 ($6^1 \times 3^4$) deney faktörleri, faktör seviyeleri ve pektin örneklerinin dekstroz eşdeğerliği (DE) ölçüm değerleri Tablo 3.28’de sunulmuştur. DE (%) sonuçlarının değerlendirilmesi amacıyla ‘daha büyük daha iyidir’ parametresi seçilmiş ve faktörlerin dekstroz eşdeğerliği üzerine etkileri belirlenmiştir.

Tablo 3. 28. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının Taguchi ortogonal tasarım L18 ($6^1 \times 3^4$) deneme deseninde pektin örneklerine ait dekstroz eşdeğerliği DE (%) analiz sonuçları

Deney	Faktörler ve Seviyeleri					DE (%)		Ortalama	Sinyal/ Gürültü
	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)	1	2	$\bar{Y}$	SNR
1	M90W	Sitrik	2	1/20	3dk	68,23	68,45	68,64	36,73
2	M90W	Laktik	2,5	1/25	5dk	86,53	86,63	86,58	38,75
3	M90W	Asetik	3	1/30	7dk	93,59	92,13	92,86	39,36
4	M180W	Sitrik	2	1/25	5dk	70,26	70,42	70,34	36,94
5	M180W	Laktik	2,5	1/30	7dk	85,58	87,98	86,78	38,77
6	M180W	Asetik	3	1/20	3dk	91,86	91,84	91,85	39,26
7	M360W	Sitrik	2,5	1/20	7dk	84,55	82,40	83,47	38,43
8	M360W	Laktik	3	1/25	3dk	89,14	91,12	90,13	39,10
9	M360W	Asetik	2	1/30	5dk	91,82	93,85	92,23	39,30
10	İDM90W	Sitrik	3	1/30	5dk	88,35	86,22	87,28	38,82
11	İDM90W	Laktik	2	1/20	7dk	83,15	81,03	82,09	38,29
12	İDM90W	Asetik	2,5	1/25	3dk	91,80	92,34	92,07	39,28
13	İDM180W	Sitrik	2,5	1/30	3dk	76,71	77,33	77,02	37,73
14	İDM180W	Laktik	3	1/20	5dk	88,17	88,47	88,32	38,92
15	İDM180W	Asetik	2	1/25	7dk	91,10	90,73	90,92	39,17
16	İDM360W	Sitrik	3	1/25	7dk	86,53	87,15	86,84	38,77
17	İDM360W	Laktik	2	1/30	3dk	82,27	83,11	82,69	38,35
18	İDM360W	Asetik	2,5	1/20	5dk	90,22	90,75	90,48	39,13

İDM: İnfrared destekli mikrodalga uygulaması, M: Mikrodalga uygulaması, W: Watt, dk: dakika, K:Katı, S: Sıvı, DE: Dekstroz eşdeğerliği

Tablo 3.28’de verilen elma pektini örneklerine ait DE değerlerinin %68,64-92,86 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük DE değerinin 1 numaralı denemede gözlemlenen 1/20 katı solvent oranına sahip pH 2’ de sitrik asit ile 3 dakika 90W

gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M90W) elde edilen elma pektini örneğinde, en yüksek DE değerinin ise 3 numaralı deneyde gözlemlenen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 3'te asetik asit ile 7 dakika 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M90W) elde edilen elma pektini örneğinde olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3.28'de verilen elma pektini örneklerine ait DE değerlerinin %68,64-92,86 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük DE değerinin 1 numaralı denemede gözlemlenen 1/20 katı solvent oranına sahip pH 2' de sitrik asit ile 3 dakika 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M90W) elde edilen elma pektini örneğinde, en yüksek DE değerinin ise 3 numaralı deneyde gözlemlenen 1/30 katı solvent oranına sahip pH 3'te asetik asit ile 7 dakika 90W gücünde mikrodalga uygulamasıyla (M90W) elde edilen elma pektini örneğinde olduğu belirlenmiştir.

Genel olarak farklı güç uygulamalarından bağımsız olarak elma pektini ekstraksiyonunda asetik asit kullanımına bağlı olarak pektin örneklerinin DE değerlerinin pozitif şekilde etkilendiği asetik asit kullanımıyla elde edilen pektin örneklerine ait DE değeri bulguları incelendiğinde görülmektedir.

Tablo 3. 29. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin örneklerine ait DE (%) değerlerinde SNR için ANOVA sonuçları

Sapma	R²	R² (Düzeltilmiş)			
0,3439	%95,37	%80,34			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	1,07	0,21	1,80	0,29
B	2	5,48	2,74	23,19	0,01
C	2	2,51	1,26	10,62	0,03
D	2	0,23	0,11	0,96	0,46
E	2	0,46	0,23	1,95	0,26
Artık Hata	4	0,47	0,12		
Toplam	17	10,22			

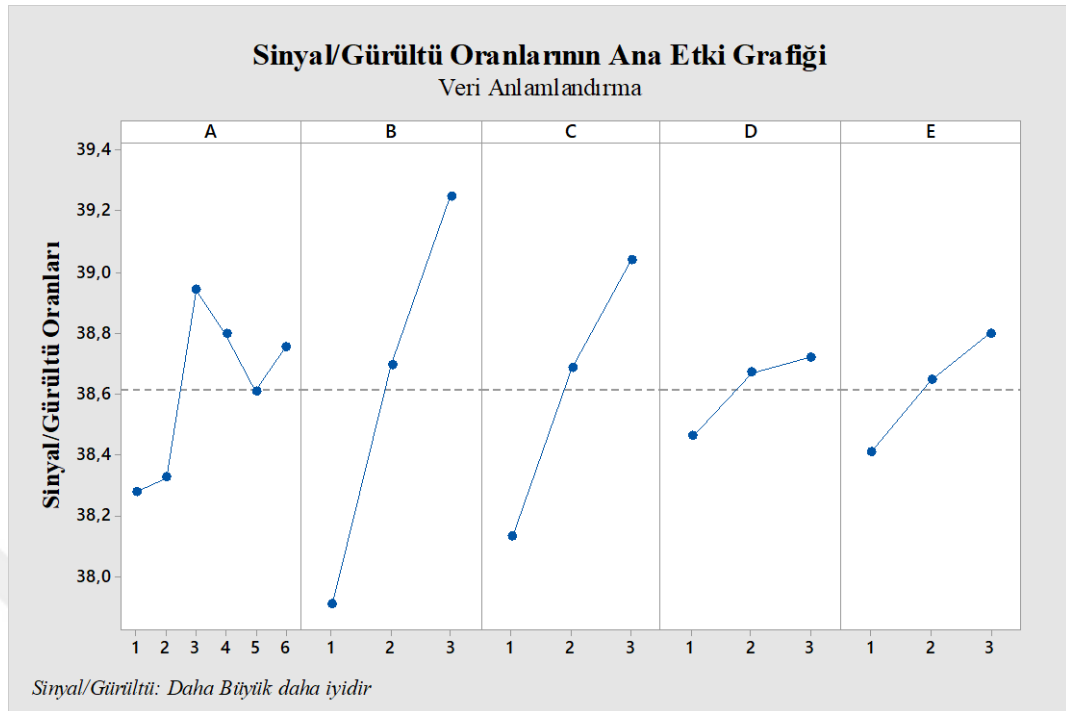
Farklı organik asit ve yöntemler uygulanarak ekstrakte edilen elma pektin örneklerinin dekstroz eşdeğerliği göz önüne alındığında elma pektini ekstraksiyonu üzerinde en etkili faktör B (Asit) olmakla birlikte faktörlerin etki sırası B (Asit), C (pH), A (Güç), E (Süre) ve D (Katı/Sıvı Oranı) olarak belirlenmiştir.

Tablo 3.29’da verilen SNR oranları ve Tablo 3.30’da verilen ortalamalara ait ANOVA tabloları incelendiğinde istatistiksel olarak B (asit) ve C (pH) faktörlerinin farklı organik asit ve yöntem uygulamalarında üretilen pektinlerin dekstroz eşdeğerliğine önemli düzeyde etkileri olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3. 30. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda pektin örneklerine ait DE (%) ortalamaları için ANOVA sonuçları

Sapma	R ²	R ² (Düzeltilmiş)			
0,3439	%95,37	%80,34			
Varyans Kaynakları	SD	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F	P
A	5	83,72	16,74	1,79	0,30
B	2	494,08	247,04	26,41	0,01
C	2	213,45	106,73	11,41	0,02
D	2	19,14	9,57	1,02	0,44
E	2	35,94	17,97	1,92	0,26
Artık Hata	4	37,41	9,35		
Toplam	17	883,74			

Pektinlerin dekstroz eşdeğerliği için SNR oranlarının (Şekil 3.19) ve ortalamaların (Şekil 3.20) ana etki grafikleri incelendiğinde farklı organik asitler ve yöntemlerin kullanıldığı pektin ekstraksiyonu çalışmasında optimal üretim noktası $A_3B_3C_3D_3E_3$ olarak tespit edilmiştir. Farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla gerçekleştirilen pektin üretim yönteminde en etkili B (Asit) faktörü olmakla birlikte, asetik asidin laktik ve sitrik aside nazaran pektinlerin DE değerleri üzerine daha pozitif etki ettiği görülmektedir.

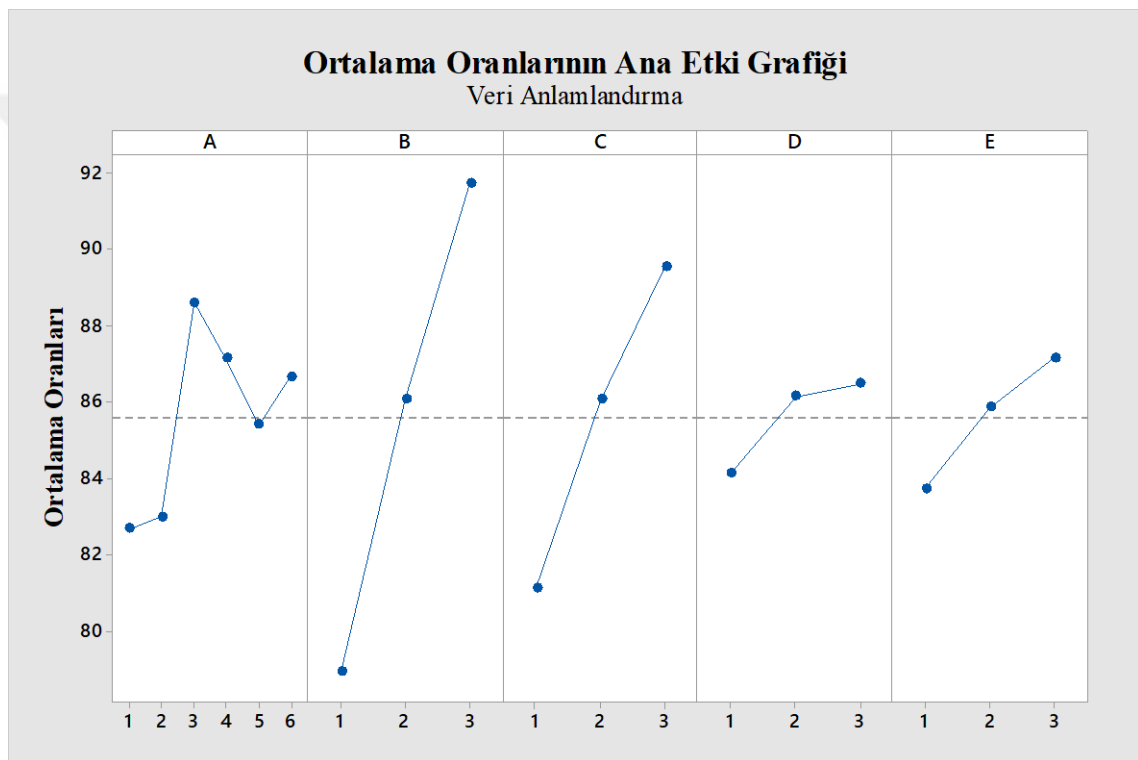


Şekil 3. 19. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde SNR ana etki grafiği

Ekstraksiyon koşulları göz önüne alındığında pH, katı-sıvı oranı ve sürenin artmasına bağlı olarak dekstroza eşdeğerinin olumlu yönde etkilendiği anlaşılmaktadır. Mikrodalga yönteminde gücün artmasına bağlı olarak sinyal/gürültü oranları ve ortalamaların etki oranları artmıştır. İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasında ise düşük güç (İDM90-180W) uygulamalarında mikrodalga yöntemine nazaran pektinlerin DE değerleri üzerine daha olumlu etki görülürken en yüksek güç seviyesinde (360W) ise mikrodalga yöntemine göre daha kötü etki göstermiştir. İniguez-Moreno vd. (2024) sonuçlarımızla benzer şekilde pektinlerin DE değerleri ile ekstraksiyon sıcaklığı arasında negatif, pH değerleri arasında ise pozitif bir korelasyon olduğunu belirtmişlerdir. Duwee vd. (2022) buna ek olarak ekstraksiyonda kullanılan solvent türünün de DE değerini etkilediğini ifade etmişlerdir. Pereira vd. (2016) ise pektin ekstraksiyonunda pektin verimi ile DE arasında negatif bir korelasyon olduğu ifade etmişlerdir. Sitrik asit kullanımında bu ifadeyi destekler şekilde verim değerlerinin yüksek olduğu ve DE değerlerinin diğer asitlere nazaran daha düşük olduğu belirlenmiştir. Esterleşmiş karboksil gruplarının pektin yapısında artmasına bağlı olarak DE değerinin arttığını ifade eden Fakayode ve Abobi (2018) tarafından belirtilirken, sitrik asit kullanımının laktik ve asetik asitlere nazaran esterleşmiş pektinin yapısından

serbest karboksil gruplarını artırmasında daha etkili olmasından dolayı DE değerinin düştüğü tahmin edilmektedir.

Farklı organik asitler ve yöntemlerin uygulamalarında elde edilen pektinlerin dekstroza eşdeğerliği göz önüne alındığında en uygun ekstraksiyon koşulları; deneme deseninde yer almayan pH 3'te 1/30 katı solvent oranına sahip asetik asit ile hazırlanmış ve 7 dakika 360W mikrodalga gücü uygulamasının (M360W) yer aldığı ekstraksiyon işlemi olarak belirlenmiştir.



Şekil 3. 20. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının yer aldığı optimizasyonda DE (%) üzerinde ortalamalar ana etki grafiği

3.1.3. Elma posasından pektin eldesinde genel üretim noktalarının belirlenmesi ve doğrulama deneyleri

3.1.3.1. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının kullanıldığı optimizasyonda genel optimum noktanın belirlenmesi

Farklı inorganik asit ve yöntemlerin kullanılmış olduğu optimizasyon çalışmasında gerçekleştirilen verim (%), TFM (mgGAE/gEP), ABTS (mgTE/gEP), β -Karoten

Ağartma %AA ve DE (%) analizleri sonucu elde edilen bulgular SNR ve ortalamaların etki düzeylerine göre düzenlenerek Tablo 3.31’de sunulmuştur.

Gerçekleştirilen tüm bu analizlerde elde edilen bulgular neticesinde farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında elma pektini üretimi için genel optimum üretim yöntemi koşulları A₆(İDM360W), B₃(fosforik asit), C₁(pH:2), D₁(1/20), E₃(7dk) olarak belirlenmiştir. Belirlenen optimum noktada pektin ekstraksiyonu gerçekleştirilerek beklenen değerler ile kıyaslaması yapılmıştır.

Tablo 3. 31. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında pektin üretimi genel optimum nokta belirlenmesi

Faktörler	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)
Verim (%) (SNR)	6	3	1	1	3
Verim (%) (Ortalama)	6	3	1	1	3
DE (%) (SNR)	6	1	3	1	1
DE (%) (Ortalama)	6	1	3	1	1
TFM (mg GAE/gEP) (SNR)	6	3	1	2	3
TFM (mg GAE/gEP) (Ortalama)	6	3	1	2	3
ABTS (mg TE/gEP) (SNR)	6	1	2	3	3
ABTS (mg TE/gEP) (Ortalama)	6	1	3	3	3
β-Karoten Ağartma %AA (SNR)	3	3	1	1	2
β-Karoten Ağartma %AA (Ortalama)	3	3	1	1	2
Genel Optimum Nokta	6	3	1	1	3

*DE:Desktroz eşdeğerliği TFM: Toplam fenolik madde ABTS: 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid, TE: Troloks eşdeğeri antioksidan kapasite AA:Antioksidan aktivite GAE: Gallik asit eşdeğerliği SNR: Sinyal Gürültü Oranları K: Katı S:Sıvı

Tablo 3. 32’de verilmiş olan doğrulama deneyi sonuçları incelendiğinde program tarafından tahmin edilen değerler ve optimum noktada gerçekleştirilen deneylerin uyumlu olduğu gözlemlenmiştir.

Tablo 3. 32. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının bulunduğu optimizasyon için doğrulama deneyi sonuçları

Deney A₆B₃C₁D₁E₃	Verim (%)	DE (%)	TFM (mgGAE/gEP)	ABTS (mgTE/gEP)	β-Karoten Ağartma (%AA)
Tahmin Edilen Sonuçlar	13,76	88,55	2,62	3,27	10,41
Gerçekleşen Sonuçlar	15,09	90,16	2,69	3,28	12,37

*DE:Desktoz eşdeğerliği TFM: Toplam fenolik madde ABTS: 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid, TE: Troloks eşdeğeri antioksidan kapasite AA:Antioksidan aktivite GAE: Gallik asit eşdeğerliği EP: Elma Posası

Elma pektini ekstraksiyonu için farklı inorganik asit kullanımlarında infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamaları için optimum üretim parametreleri; pH 2'ye fosforik asit ile ayarlanmış 1/20 katı-sıvı oranına sahip 7 dakika infrared destekli 360W mikrodalga gücü uygulaması (İDM360W) olmuştur. Hidroklorik ve sülfirik asidin pektin üzerine etkilerinin belirlenmesi amacıyla optimum koşullarda asit türü hariç diğer parametreler sabit tutularak ekstraksiyonlar gerçekleştirilmiştir. Uygulanan yöntemlerin etkinliğinin belirlenebilmesi için, mikrodalga ve klasik yöntem ile optimum noktada belirlenen aynı koşullarda ekstraksiyonlar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen elma pektini ekstraktlarının biyoaktif bileşen analizleri, pektin örneklerinin ise fizikokimyasal, reolojik ve yapı analizleri gerçekleştirilerek farklı asit kullanımlarının ve farklı yöntem uygulamalarının (infrared destekli mikrodalga, mikrodalga, klasik) uygulamalarının etkileri incelenmiştir.

3.1.3.2. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının kullanıldığı optimizasyon için genel optimum noktanın belirlenmesi

Farklı organik asitler ve yöntemlerin kullanılmış olduğu optimizasyon çalışmasında gerçekleştirilen verim (%), TFM (mg GAE/g EP), ABTS (mg TE/g EP), β-Karoten Ağartma %AA ve DE (%) analizleri sonucu elde edilen SNR ve ortalamaların etki düzeylerine ait bulgular düzenlenerek Tablo 3.33 de verilmiştir.

Gerçekleştirilen tüm bu analizlerde elde edilen bulgular neticesinde farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında elma pektini üretimi

için genel optimum üretim parametreleri A₃(M360W), B₁(sitrik asit), C₁(pH:2), D_{1,2}(1/20,1/25), E₃(7dk) olarak tespit edilmiştir.

Tablo 3. 33. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamaları için pektin üretimi genel optimum nokta belirlenmesi

Faktörler	A(Güç)	B(Asit)	C(pH)	D(K/S)	E(Süre)
Verim (%) (SNR)	6	1	1	1	3
Verim (%) (Ortalama)	6	1	1	1	3
DE (%) (SNR)	3	3	3	3	3
DE (%) (Ortalama)	3	3	3	3	3
TFM (mg GAE/gEP) (SNR)	6	3	1	2	3
TFM (mg GAE/gEP) (Ortalama)	3	3	1	2	3
ABTS (mg TE/gEP) (SNR)	3	1	3	2	2
ABTS (mg TE/gEP) (Ortalama)	3	1	3	2	2
β-Karoten Ağartma %AA (SNR)	5	1	1	1	2
β-Karoten Ağartma %AA (Ortalama)	5	1	1	1	2
Genel Optimum Nokta	3	1	1	1,2	3

*DE: Dekstroz eşdeğeri TFM: Toplam fenolik madde ABTS: 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), TE: Trolox eşdeğeri antioksidan kapasite AA: Antioksidan aktivite GAE: Gallik asit eşdeğeri SNR: Sinyal Gürültü Oranları K: Katı S:Sıvı

Elma pektini ekstraksiyonunda D faktörü incelendiğinde 1/20 ve 1/25 katı/sıvı oranları eşit ağırlığa sahip olduğu görülmektedir. Pektin veriminin 1/20 katı/sıvı oranında daha yüksek olması sebebiyle D₁ faktörü ekstraksiyon için seçilerek ekstraksiyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Belirlenen optimum noktada pektin ekstraksiyonu gerçekleştirilerek beklenen değerler ile kıyaslaması yapılmıştır.

Tablo 3. 34'te verilmiş olan doğrulama deneyi sonuçları incelendiğinde program tarafından tahmin edilen değerler ve optimum noktada gerçekleştirilen deneylerin uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. Buna ilaveten gerçekleştirilen deneylerde %DE ve verim (%) değerlerinin daha yüksek bulunması elma pektini üretiminde belirlenen optimal koşulların daha uygulanabilir olduğunu vurgulamaktadır.

Tablo 3. 34. Farklı organik asitler ve ile infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının bulunduğu optimizasyon için doğrulama deneyi sonuçları

Deney A₃B₁C₁D₁E₃	Verim (%)	DE (%)	TFM (mgGAE/gEP)	ABTS (mgTE/gEP)	β-Karoten Ağartma (%AA)
Tahmin Edilen Sonuçlar	15,58	77,64	3,07	2,38	42,79
Gerçekleşen Sonuçlar	16,65	85,58	3,13	2,38	43,29

*DE: Dekstroz eşdeğeri TFM: Toplam fenolik madde ABTS: 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), TE: Troloks eşdeğeri antioksidan kapasite AA: Antioksidan aktivite GAE: Gallik asit eşdeğeri EP: Elma posası

Elma pektini ekstraksiyonu için farklı organik asit ve yöntem uygulamalarında optimum koşullar sitrik asit kullanarak pH 2'ye ayarlanmış 1/20 katı-sıvı oranındaki 360W mikrodalga gücü uygulanarak 7 dakika ekstraksiyon süresinde gerçekleşen pektin üretim yönteminde oluşmuştur. Asetik ve laktik asidin etkilerinin belirlenmesi amacıyla optimum koşullarda, asit türü hariç diğer parametreler sabit tutularak ekstraksiyonlar gerçekleştirilmiştir. Uygulanan yöntemlerin etkinliğinin belirlenebilmesi için ise optimal koşullar sabit tutularak infrared destekli mikrodalga ve klasik yöntemle ekstraksiyonlar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen elma pektini ekstraktlarının biyoaktif bileşen analizleri, pektinlerin fizikokimyasal, reolojik ve yapı analizleri gerçekleştirilerek farklı asit ve yöntemlerin (infrared destekli mikrodalga, mikrodalga, klasik) uygulamalarının pektinlerin karakteristiği üzerine etkileri incelenmiştir.

3.2. Pektin Ekstraktlarının Biyoaktif Bileşenlerine Ait Analiz Bulguları

Farklı inorganik asitler (hidroklorik, sülfirik, fosforik) ve ekstraksiyon yöntemleri (M360W, İDM360W, Klasik) kullanılarak elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşen madde miktarı analizi sonuçlarını içeren Tablo 3.35 incelendiğinde toplam flavonoid madde miktarı değerlerinin 2,35-2,07 (mg KE/mg EP), DPPH troloks eşdeğeri antioksidan madde miktarının 1,62-1,09 (mg TE/g EP), toplam fenolik madde bileşimlerinin 2,69-2,50 (mg GA/g EP), ABTS troloks eşdeğeri antioksidan madde miktarlarının ise 3,59-2,67 (mg TE/g EP) aralığında değiştiği gözlemlenmiştir.

Tablo 3.35'te görüldüğü üzere HİME, SİME ve FİME örneklerini kendi aralarında değerlendirdiğimizde infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen ekstraktlar arasında, hidroklorik asit kullanılarak ekstrakte edilen örneğin toplam flavonoid miktarı ile ABTS ve DPPH indirgemesine bağlı antioksidan madde miktarı bakımından sülfirik ve fosforik asit kullanılarak elde edilen ekstraktlara nazaran daha yüksek değer sergilediği gözlenmiştir ($p<0,05$). Sülfirik asit ve fosforik asit kullanımına bağlı olarak toplam flavonoid madde ve antioksidan madde miktarlarında önemli bir değişme görülmemiştir ($p>0,05$).

Tablo 3. 35. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşen madde miktarı analizi sonuçları

Örnek	TFVM (mg KE/Kg EP)	DPPH (mg TE/g EP)	TFM (mg GAE/g EP)	ABTS (mg TE/g EP)
HİME	2,35±0,04 ^a	1,63±0,02 ^a	2,55±0,01 ^c	3,59±0,01 ^a
SİME	2,17±0,02 ^c	1,36±0,02 ^c	2,50±0,01 ^d	3,26±0,01 ^b
FİME	2,17±0,02 ^c	1,39±0,01 ^c	2,69±0,01 ^a	3,28±0,02 ^b
FME	2,07±0,01 ^d	1,60±0,02 ^b	2,57±0,01 ^b	2,84±0,01 ^c
FKE	2,28±0,02 ^b	1,09±0,02 ^d	2,50±0,01 ^d	2,67±0,01 ^d

*HİME: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı SİME: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı FİME: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı FME: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı FKE: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin ekstraktı

** TFVM: Toplam flavonoid miktarı TFM: Toplam fenolik miktarı KE: Katesin eş değeri

***GAE: Gallik asit eşdeğeri TE: Troluks eşdeğeri EP: Elma posası

**** a,b,c,d,e Aynı sütundaki örnekler arasında istatistiksel olarak fark olduğunu belirtir $p<0,05$.

Farklı inorganik asitlerin kullanımlarına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga ile elde edilen pektin ekstraktlarında toplam fenolik madde miktarları bakımından birbirlerinden farklı olduğu ve fosforik asidin toplam fenolik madde ekstraktında hidroklorik ve sülfirik aside nazaran daha zengin bir bileşime sahip olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).

FİME, FME ve FKE örnekleri kendi aralarında incelendiğinde ise aynı koşullarda farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen pektin ekstraktlarının toplam flavonoid, toplam fenolik madde, ABTS ve DPPH türünden antioksidan madde miktarlarının birbirlerine göre farklılık gösterdiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Fosforik asit kullanımında klasik ekstraksiyonun mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga yöntemlerine oranla toplam flavonoid madde ekstraksiyonunda daha etkili olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$). DPPH

antiradikal indirgemelerine bağlı antioksidan madde bileşimlerinde uygulanan yöntemlerin türüne bağlı olarak istatistiksel olarak bir değişim olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Aynı şartlar altında mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktında DPPH antiradikal indirgemelerine bağlı antioksidan madde miktarının daha yüksek olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). Pektin ekstraktlarının toplam fenolik ve ABTS indirgemesine bağlı antioksidan madde miktarı sonuçları incelendiğinde fosforik asit kullanımına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga yöntem uygulamasının, mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarına kıyasla daha yüksek miktarda antioksidan madde çektiği gözlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3. 36. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşen madde miktarı analizi sonuçları

Örnek	TFVM (mg KE/Kg EP)	DPPH (mg TE/g EP)	TFM (mg GAE/g EP)	ABTS (mg TE/g EP)
ASME	2,70±0,01 ^c	2,76±0,02 ^a	3,82±0,01 ^a	1,89±0,01 ^c
LME	2,45±0,02 ^d	1,31±0,02 ^c	2,91±0,01 ^d	1,87±0,01 ^d
STME	2,95±0,03 ^b	1,35±0,01 ^b	3,13±0,01 ^b	2,38±0,01 ^a
STİME	3,14±0,05 ^a	1,32±0,02 ^c	3,06±0,01 ^c	2,16±0,01 ^b
STKE	2,40±0,02 ^e	1,22±0,02 ^d	2,81±0,01 ^e	2,39±0,01 ^a

*ASME: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı LME: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı STME: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı STİME: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin ekstraktı STKE: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin ekstraktı

** TFVM: Toplam flavonoid miktarı TFM: Toplam fenolik miktarı KE: Katesin eş değeri

***GAE: Gallik asit eşdeğeri TE: Troloks eşdeğeri EP: Elma posası

**** a,b,c,d,e Aynı sütundaki örnekler arasında istatistiksel olarak fark olduğunu belirtir $p<0,05$.

Farklı organik asit (asetik, laktik, sitrik asit) ve ekstraksiyon yöntemleri (M360W, İDM360W, Klasik) kullanılarak elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının biyoaktif bileşen madde miktarı analizi sonuçlarını kapsayan Tablo 3.36 incelendiğinde toplam flavonoid madde miktarları değerlerinin 2,40-3,14 (mg KE/mg EP), DPPH troloks eşdeğeri antioksidan miktarlarının 2,76-1,22 (mg TE/g EP), toplam fenolik madde bileşimlerinin 3,82-2,91 (mg GA/g EP), ABTS troloks eşdeğeri antioksidan miktarlarının ise 2,39-1,87 (mg TE/g EP) aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

Tablo 3.36'da görüldüğü üzere ASME, LME ve STME örnekleri kendi arasında değerlendirildiğinde mikrodalga yöntemiyle elma posasından pektin ekstraksiyonunda farklı organik asit kullanımına bağlı olarak toplam flavonoid, toplam fenolik madde,

ABTS ve DPPH indirgemesine bağı antioksidan madde miktarlarının birbirinden istatistiksel olarak farklı olduğu gözlenmiştir ($p<0,05$). Toplam flavonoid ve ABTS radikali indirgemesine bağı antioksidan madde miktarları göz önüne alındığında mikrodalga yöntemiyle elma posasından pektin ekstraksiyonunda sitrik asit kullanımının asetik ve laktik aside göre daha iyi sonuç verdiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Toplam fenolik ve DPPH radikali indirgemesine bağı antioksidan madde miktarları incelendiğinde mikrodalga yöntemiyle elma posasından pektin ekstraksiyonunda asetik asit kullanımının sitrik ve laktik asit kullanımına oranla daha etkili olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).

STME, STİME ve STKE örnekleri kendi aralarında değerlendirildiğinde elma posasından pektin ekstraksiyonunda farklı yöntem uygulamalarının toplam flavonoid, toplam fenolik madde, ABTS ve DPPH indirgemesine bağı antioksidan madde miktarları üzerine etkili olduğu bulunmuştur ($p<0,05$). Toplam flavonoid madde miktarı üzerinde, sitrik asit kullanımına bağı olarak farklı yöntem uygulamalarında infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasının klasik ve mikrodalga uygulamalarına nazaran daha iyi sonuç verdiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Toplam fenolik madde, ABTS ve DPPH indirgemesine bağı antioksidan madde miktarları açısından mikrodalga yöntemi uygulamasının klasik ve infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarına oranla daha yüksek değerler taşıdığı tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Elma pektini ekstraktlarına ait toplam flavonoid miktarları (mg KE/g EP) Egüés ve ark. (2021) ve Gurev vd. (2023)' nin elma posası üzerine yaptıkları çalışmadaki veriler ile benzerlik gösterirken, Hernández-Carranza vd. (2016)' nin tespit etmiş olduğu toplam flavonoid miktarına göre düşük olduğu gözlemlenmiştir.

Farklı yöntem uygulamalarının toplam flavonoid madde ekstraksiyonunda önemli olduğu Liu ve ark. (2022) tarafından vurgulanmış, aynı zamanda flavonoid madde ekstraksiyonunda asidik koşulların daha iyi sonuç verdiği Mai vd., (2020) tarafından belirtilmiştir. Biyoaktif maddelerin geri kazanımında uygun pH aralığının pH 2-2,5 arasında olduğunu belirten çalışmalar ile optimizasyon sonucu elde etmiş olduğumuz asitlik düzeyi ile uyum göstermektedir (Garcia-Mendoza vd., 2017; Pereira vd., 2019).

Genellikle hidroklorik ve sülfürik asit gibi güçlü asitlerin ekstraksiyon çözücüsünü asitlendirmek için kullanıldığı, fakat mineral asit içeren çözücülerde fenolik madde

bileşiminin bozulabileceği ve organik asitlerle asitlendirilmiş çözücülerle fenolik maddelerin ekstrakt edilmesinin daha iyi sonuç vereceğini bildiren Salamon ve ark. (2015) ile benzer şekilde organik asit kullanımına bağlı olarak fenolik madde bileşimlerinin daha yüksek sonuç verdiği belirlenmiştir.

Organik, inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarıyla elma posasından elde edilen pektin ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarları (mg GA/g EP) Rana ve ark. (2015) ve Zhang ve ark. (2016)'nın elma posası üzerine yaptığı çalışmalar ile benzer aralıkta değerler göstermekle beraber, DPPH (mg TE/g EP) cinsinden troloks eşdeğeri madde miktarının ise daha düşük olduğu belirlenmiştir. Çalışmamızla benzer şekilde farklı solvent uygulamalarına bağlı olarak fenolik madde bileşimlerinin değiştiği ilgili çalışmalarda görülmektedir.

Grispoldi vd. (2022)'nin yapmış olduğu çalışmada verilen bilgiler ile karşılaştırıldığında ise toplam fenolik, ABTS ve DPPH antiradikalleri indirgeme troloks eşdeğeri antioksidan madde bileşimlerinin çalışmamızda tespit ettiğimiz değerlere göre daha yüksek olduğu, bunun temel sebebinin hammadde farklılığı, uygulanan solvent türü ve ekstraksiyon yönteminin farklı olmasından dolayı kaynaklanabileceği tahmin edilmektedir.

Mikrodalga yöntemiyle elma posasından fenolik madde ekstraksiyonu gerçekleştiren Bai ve ark. (2010) aynı şartlar altında fenolik madde geri kazanımı için mikrodalga yönteminin, ultrases ve klasik yöntemle nazaran daha hızlı ve daha etkili bir yöntem olduğunu belirtirken, çalışmada elde edilen toplam fenolik madde miktarının çalışmamıza kıyasla daha düşük seviyede olduğu gözlemlenmiştir. Chandrasekar vd. (2015)'nin mikrodalga uygulamasıyla elma posasından ekstrakt ettikleri fenolik bileşen miktarının ise elde ettiğimiz değerlerimize göre daha iyi sonuç verdiği gözlemlenmiş, bunun sebebinin ise uygulanan mikrodalga gücüne, ekstraksiyon süresine, hammadde çeşidine ve çözücü solvente bağlı olarak değişebileceği anlaşılmaktadır. Benzer şekilde Reis ve ark. (2012) ve Gumul vd. (2021)'nin çalışmalarında elde edilen toplam flavonoid madde miktarlarının çalışmamızda elde ettiğimiz değerlere kıyasla daha yüksek olmasına rağmen toplam fenolik madde bileşimlerinin ise elde edilen bulgularımıza kıyasla daha düşük düzeyde olduğu görülmektedir.

Wikiera vd. (2021), Hoseinifar vd. (2021) ve da Silva ve ark. (2018) elma posasından elde edilen pektinlerin antiradikal indirgeme ve antioksidan özelliklere sahip olduğunu ifade etmişlerdir. Çalışmamız kapsamında, farklı asit ve yöntem uygulamalarıyla elma posasından elde ettiğimiz pektin ekstraktlarının indirgeme özelliklerinin, içerdikleri yüksek miktarda pektin dolayısı ile de gerçekleştirilebileceği düşünülmektedir.

Bunlara ek olarak, uzun süreli mikrodalga işlemi uygulamasında ekstrakte edilen pektin polisakkaritlerinin bozunma süreci sırasında indirgeyici terminal gruplarının salınması antioksidan aktivite ile ilişkilendirilebilir. Çeşitli çalışmalarda, mikrodalga uygulamalarıyla pektinin bozunması ve modifikasyonunun, ekstraktların antioksidan potansiyelinde bir artışa sebep olabileceği ortaya konmuştur (Chen vd., 2016; Liew vd., 2016a; Wang vd., 2016; Gharibzahedi vd., 2019).

3.3. Pektin Örneklerinin Fizikokimyasal Özelliklerine Ait Analiz Bulguları

Elma posasından farklı inorganik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerine ait fizikokimyasal analiz bulguları Tablo 3.37' de verilmiştir.

Tablo 3.37' de verilmiş olan inorganik asit ve farklı yöntemlerle üretilen pektin örneklerinin renk değerleri incelendiğinde L^* renk değerlerinin 82,12-78,46 aralığında olduğu, a^* renk değerinin 5,56-4,64 aralığında b^* renk değerinin ise 18,92-15,75 aralığında olduğu belirlenmiştir.

İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında farklı inorganik asit kullanımına bağlı olarak hidroklorik (HİM), sülfirik (SİM) ve fosforik (FİM) asit ile üretilen pektin örnekleri incelendiğinde hidroklorik ve sülfirik asit ile elde edilen pektinlerin parlaklık (L^*) değerlerinde istatistiksel olarak bir fark gözlemlenmezken, fosforik asit kullanımına bağlı olarak bir düşme gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3. 37. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin fizikokimyasal özellikleri

	HİM	SİM	FİM	FM	FK
<i>L</i> *	82,12±0,13 ^a	81,98±0,05 ^a	81,59±0,21 ^b	81,54±0,06 ^b	78,46±0,29 ^c
<i>a</i> *	4,64±0,02 ^e	5,56±0,01 ^a	4,52±0,10 ^d	5,17±0,05 ^c	5,44±0,08 ^b
<i>b</i> *	15,75±0,10 ^d	17,10±0,08 ^b	16,64±0,19 ^c	17,31±0,09 ^b	18,92±0,06 ^a
Protein (%)	3,44±0,01 ^b	2,98±0,01 ^d	3,36±0,03 ^c	3,65±0,01 ^a	3,42±0,01 ^b
<i>a</i> _w	0,16±0,00 ^b	0,16±0,00 ^b	0,16±0,00 ^b	0,15±0,00 ^c	0,17±0,00 ^a
Verim (%)	12,19±0,21 ^c	12,64±0,17 ^c	15,09±0,3 ^{a,b}	14,18±0,24 ^b	15,81±0,17 ^a
Nem (%)	4,30±0,11 ^c	5,23±0,05 ^a	4,95±0,06 ^b	4,87±0,06 ^b	4,98±0,05 ^{a,b}
Su tutma kapasitesi (g/g)	12,30±0,30 ^c	15,25±0,08 ^b	17,66±0,15 ^a	14,81±0,31 ^b	13,07±0,19 ^c
Yağ tutma kapasitesi (g/g)	1,38±0,02 ^d	1,46±0,03 ^{c,d}	1,54±0,02 ^{b,c}	1,56±0,02 ^b	1,70±0,03 ^a
DE(%)	87,01±0,27 ^b	89,29±1,17 ^a	90,16±0,34 ^a	89,37±0,54 ^a	83,30±0,43 ^c
GalA (%)	57,59±0,21 ^c	60,42±0,41 ^b	62,10±0,33 ^a	61,75±0,28 ^a	56,61±0,38 ^d
Ramnoz (%)	4,01±0,03 ^a	3,68±0,04 ^b	2,75±0,04 ^e	3,44±0,03 ^c	3,20±0,02 ^d
Ksiloz (%)	3,45±0,06 ^a	3,47±0,06 ^a	2,60±0,02 ^c	2,68±0,04 ^{b,c}	2,73±0,05 ^b
Galaktoz (%)	5,75±0,06 ^c	6,31±0,03 ^b	4,70±0,03 ^d	4,66±0,05 ^d	6,53±0,08 ^a
%Arabinoz	8,39±0,04 ^c	11,68±0,05 ^a	11,00±0,03 ^b	10,96±0,07 ^b	8,36±0,03 ^c
HG	53,59±0,21 ^d	56,74±0,41 ^c	59,36±0,33 ^a	58,31±0,28 ^b	53,41±0,38 ^d
RG-I	22,15	25,36	21,20	22,51	21,29
(Gal+Ar)/R	3,53	4,88	5,72	4,54	4,65
R/GalA	0,07	0,06	0,04	0,06	0,06
Gal/Ar	0,68	0,54	0,43	0,43	0,78
T ₁₀ (°C)	207,69	195,18	193,91	198,90	189,20
T ₅₀ (°C)	309,83	308,90	308,42	311,45	311,60

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

** a,b,c,d,e Aynı satırdaki örnekler arasında istatistiksel olarak fark olduğunu gösterir p<0,05.

*** DE: Dekstroz eşdeğerliği GalA: Galakturonik asit *L**: parlaklık değeri *a**: kırmızılık değeri *b**: sarılık değeri HG: Homogalakuronan RG: Ramnogalakuronan Ar: Arabinoz R: Ramnoz Gal: Galaktoz T₁₀: %10 kütle kaybının görüldüğü sıcaklık değeri T₅₀: %50 kütle kaybının görüldüğü sıcaklık değeri

Fosforik asit kullanımına bağlı olarak ve farklı yöntem uygulamalarını içeren FİM, FM ve FK örnekleri incelendiğinde ise infrared destekli mikrodalga yöntemi ile mikrodalga yöntemi arasında parlaklık (*L**) değeri açısından önemli bir fark görülmezken, klasik

yöntem ile üretilen elma pektini örneğinin parlaklık değerinin daha düşük olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Farklı inorganik asitlerin kullanımlarının ve farklı yöntem uygulamalarının elma pektini a^* renk değeri üzerinden anlamlı bir fark oluşturduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında sülfirik asit kullanımının hidroklorik ve fosforik asit kullanımına oranla a^* değerini daha fazla artırdığı görülmektedir ($p<0,05$). Fosforik asit kullanıma bağlı olarak infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarını içeren FİM, FM ve FK örneklerinde ise klasik yöntem uygulamasının mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga yöntem uygulamalarına nazaran a^* değerini daha fazla arttırdığı belirlenmiştir ($p<0,05$).

Farklı inorganik asitlerin kullanımı ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntem uygulamalarının elma pektinlerinin b^* değerine etki ettiği belirlenmiş olup, HİM, SİM ve FİM örnekleri kendi aralarında değerlendirildiğinde infrared destekli mikrodalga uygulamalarında farklı asit kullanımının pektinin b^* değeri üzerinde etkili olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Benzer şekilde fosforik asit kullanılan FİM, FM ve FK incelendiğinde farklı yöntem uygulamalarının da istatistiksel olarak pektinlerin b^* değeri üzerine etkili olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$). Sülfirik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yönteminin uygulanması (SİM) ile fosforik asit kullanımında mikrodalga yöntemi uygulalarının (FM) benzer b^* değerlerine sahip olduğu görülmektedir ($p>0,05$). En yüksek b^* değeri ise fosforik asit kullanımında klasik yöntem uygulamasında görülmüştür.

Elma posasından farklı organik asit ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen elma pektini örneklerine ait fizikokimyasal analiz bulguları Tablo 3.38’de verilmiştir.

Tablo 3.38’de görüldüğü üzere farklı organik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarında elma posasından elde edilen elma pektini örneklerinin renk değerleri incelendiğinde, L^* parlaklık değerinin 74,66-78,46, a^* değerinin 5,59-7,49 ve b^* değerinin ise 18,29-22,38 aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

Genel olarak organik asit ile üretilen pektin örneklerine ait L^* değerlerinin (Tablo 3.38) inorganik asit kullanımlarında elde edilen pektin örneklerine ait değerlere (Tablo 3.37) göre daha düşük, a^* ve b^* değerlerinin ise daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Farklı organik asit kullanımına bağlı olarak mikrodalga yöntemi uygulamalarıyla elde edilen pektinlerin parlaklık değerlerinin istatistiksel olarak birbirinden farklı olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Sitrik asit kullanımı ve mikrodalga uygulaması ile elde edilen elma pektin örneğinin (STM) en yüksek parlaklık (L^*) değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. STK ve STİM örneklerinin parlaklık değerleri arasında fark görülmezken ($p>0,05$), STM örneğine göre daha düşük parlaklık değerine sahip oldukları belirlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.38’ de ifade edildiği gibi a^* renk değeri açısından en yüksek değer asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemi uygulamasında elde edilen elma pektininde görülmüş, farklı organik asit kullanımlarının ve sitrik asit kullanılarak farklı yöntem uygulamalarının a^* değeri üzerine etkili olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). Sitrik asit kullanımına bağlı olarak farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin b^* renk değerlerinin birbirinden farklı olduğu belirlenmiştir. Mikrodalga uygulamalarında farklı asit kullanımının da b^* renk değeri üzerine etkili olduğu görülerek elma pektini üretiminde sitrik ve asetik asidin kullanılmasının laktik aside oranla elma pektini örneklerinin b^* renk değerini artırdığı tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Pektinin renk özellikleri, içine eklendiği gıda ürününün görünümünü etkilediği için önemli bir parametredir (Grassino vd., 2016). Hammaddelerde doğal olarak bulunan renklendirici bileşikler esas olarak pektinin renk özelliklerinden sorumludur. Zheng ve ark. (2021) ile Rodsamran ve Sothornvit (2019) çalışmalarında klasik ekstraksiyon ile elde edilen pektinlerin mikrodalga uygulamalarıyla elde edilen pektinlere göre yüksek a^* ve b^* değerlerine sahipken, düşük L^* değerine sahip olduğunu bildirmişlerdir. Bu ilişki inorganik asit kullanımına bağlı yöntem uygulamalarının renk değerleri ile benzerlik gösterirken (Tablo 3.37), organik asit ile elde edilen elma pektinlerinin renk değerleri incelendiğinde (Tablo 3.38) Dranca vd. (2020) çalışmasındaki renk değerleriyle paralellik göstererek karşıt bir eğilimin olduğu görülmüştür.

Tablo 3. 38. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin fizikokimyasal özellikleri

	ASM	LM	STM	STİM	STK
<i>L</i> *	74,66±0,11 ^d	77,34±0,07 ^c	78,46±0,26 ^a	77,98±0,12 ^b	78,13±0,14 ^b
<i>a</i> *	7,49±0,05 ^a	5,64±0,03 ^d	5,81±0,14 ^c	5,59±0,04 ^d	6,07±0,02 ^b
<i>b</i> *	22,38±0,16 ^a	18,29±0,06 ^d	22,34±0,11 ^a	18,64±0,04 ^c	19,72±0,30 ^b
Protein (%)	4,84±0,02 ^a	3,63±0,01 ^c	3,18±0,02 ^d	3,98±0,02 ^b	3,97±0,01 ^b
<i>a_w</i>	0,15±0,00 ^c	0,16±0,00 ^b	0,16±0,00 ^c	0,17±0,00 ^a	0,17±0,00 ^{a,b}
Verim (%)	11,48±0,16 ^c	14,17±0,16 ^d	16,65±0,06 ^b	18,22±0,10 ^a	16,05±0,23 ^b
Nem (%)	4,88±0,06 ^b	4,78±0,11 ^b	5,70±0,04 ^a	5,79±0,06 ^a	5,71±0,09 ^a
Su tutma kapasitesi (g/g)	10,93±0,20 ^d	19,18±0,10 ^a	13,61±0,06 ^c	17,00±0,02 ^b	10,76±0,05 ^d
Yağ tutma kapasitesi (g/g)	1,58±0,02 ^b	1,36±0,02 ^{c,d}	1,39±0,02 ^c	1,69±0,03 ^a	1,28±0,02 ^d
DE (%)	88,76±0,83 ^b	89,93±0,28 ^a	85,58±0,14 ^c	84,34±0,20 ^d	81,42±0,24 ^e
GalA (%)	62,70±0,59 ^b	65,35±0,72 ^a	58,06±0,43 ^c	57,52±0,29 ^c	51,44±0,41 ^d
Ramnoz (%)	4,08±0,08 ^a	3,73±0,04 ^b	3,06±0,08 ^d	3,25±0,10 ^c	3,61±0,04 ^b
Ksiloz (%)	2,87±0,03 ^d	3,10±0,02 ^c	3,44±0,04 ^a	3,27±0,05 ^b	3,16±0,02 ^c
Galaktoz (%)	6,36±0,06 ^b	6,07±0,05 ^c	5,79±0,05 ^d	5,80±0,07 ^d	7,12±0,05 ^a
Arabinoz (%)	15,73±0,19 ^a	12,53±0,10 ^b	10,35±0,06 ^c	10,15±0,05 ^c	7,40±0,05 ^d
HG	58,61±0,59 ^b	61,62±0,72 ^a	55,00±0,43 ^c	54,28±0,29 ^c	47,83±0,41 ^d
RG-I	30,25	26,06	22,05	22,64	21,75
(Gal+Ar)/R	5,41	4,98	5,21	4,97	4,02
R/GalA	0,07	0,06	0,05	0,06	0,07
Gal/Ar	0,40	0,48	0,57	0,56	0,96
T ₁₀ (°C)	182,23	190,41	194,12	214,40	195,20
T ₅₀ (°C)	304,07	306,80	310,69	314,06	311,08

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

** a,b,c,d,e Aynı satırdaki örnekler arasında istatistiksel olarak fark olduğunu gösterir p<0,05.

*** DE: Dekstroz eşdeğerliği Gal A: Galakturonik asit *L**: parlaklık değeri *a**: kırmızılık değeri *b**: sarılık değeri HG: Homogalakturnan RG: Ramnogalakturnan Ar: Arabinoz R: Ramnoz Gal: Galaktoz T₁₀: %10 kütle kaybının görüldüğü sıcaklık değeri T₅₀: %50 kütle kaybının görüldüğü sıcaklık değeri

Zheng ve ark. (2021) mevcut bu durumun mikrodalga işlemlerinin pektin ve renklendirici bileşikler arasındaki bağları kırmada geleneksel ısıtmadan daha etkili olmasından kaynaklanıyor olabileceğini belirtirken, klasik ekstraksiyonda önemli

ölçüde daha yüksek toplam fenolik madde geçişi olduğunu ileri sürerek açıklamışlardır. Organik asit ile elde edilen pektinlerde, mikrodalga yöntemi ve infrared destekli mikrodalga ile elde edilen ekstraktların toplam fenolik madde bileşimlerinin klasik yöntemle nazaran yüksek olması renk değerlerinde gözlemlenen zıtlık durumunu açıklamaktadır.

Dranca ve ark. (2020) çalışmasında klasik ve mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektini parlaklık değerleri organik asitler ile elde edilen pektin L^* değerlerimizle benzerlik göstererek, çalışmada verilen ticari elma ve ticari turunçgil pektinlerinin L^* değerlerine kıyasla daha düşük olduğunu görülmüştür. İnorganik asitler ile elde edilen pektinlerimizin L^* değerleri ise çalışmada verilen ticari elma ve turunçgil pektinlerine yakın veya daha iyi parlaklık değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu parlaklıktaki düşüşün ve kahverengileşmedeki artışın elmanın türüne ait olabileceği ve termal ekstraksiyona geçişebileceği bildirilmiştir. Ekstrakte edilen pektinlerin açık kahverengimsi rengi muhtemelen klasik ekstraksiyon sırasında yüksek sıcaklık ve uzun ekstraksiyon sürelerinden kaynaklanmaktadır. Benzer bir sonuç, geleneksel ekstraksiyon işlemi kullanılarak greyfurttan ekstrakte edilen pektinlerde gri-kahverengi renk oluşumunu gözlemleyen Wang ve ark. (2015) tarafından da rapor edilmiştir.

Li vd. (2020) elma içerisinde bulunan başlıca kateşin ve diğer polifenollerin esmerleşmede önemli rol oynadığını belirtmiştir. Sıcaklık ve pH'ın değiştiği ortamlarda özellikle, nem transferi süresince polifenollerin konsantre hale geçtiğini, termal etki ile polifenol oksidazın inaktif olsa bile kendi kendine oksidasyon polimerizasyonuna neden olabildiği ifade edilmiştir. Pektin ekstraksiyon süresince oluşan indirgen şeker ve amino asit grupları arasındaki maillard reaksiyonu, nem aktivitesinin yüksek sıcaklıkla hızla azalmasına bağlı olarak baskın esmerleşme reaksiyonu haline gelmektedir (Shrestha vd., 2020).

Ancak bu sırada nötr şeker dallarının parçalanması, β -eliminasyon oluşumları ve ana zincir kopması gibi pektin bozunma ürünlerinin, polifenol oksidasyon reaksiyonu ve maillard esmerleşme reaksiyonu ile ilişkili olarak pektinlerin renk değerlerine etki edebileceği Li ve ark. (2020) tarafından açıklanmıştır.

Tablo 3.37 incelendiğinde farklı inorganik asit kullanımlarının ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarının elma pektininin protein (%)

değerlerini etkilediği ve protein değerlerinin %2,98-3,65 aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında farklı asit kullanımını içeren HİM, SİM ve FİM örneklerini içeren Tablo 3.37 incelendiğinde istatistiksel olarak farklı asit kullanımlarının elma posasından protein ekstraksiyonunda birbirlerinden farklı etki gösterdiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Pektin ekstraksiyonunda infrared destekli yöntem uygulamalarında hidroklorik asit kullanımının (%3,44) sülfirik ve fosforik aside oranla protein miktarının artmasında etkili olduğu görülmektedir ($p<0,05$).

Fosforik asit kullanımda farklı yöntem uygulamalarını içeren FİM, FM ve FK örnekleri kendi aralarında değerlendirildiğinde mikrodalga uygulamasının (%3,65) protein ekstraksiyonu açısından infrared destekli mikrodalga ve klasik yöntemle göre daha yüksek sonuç vermiş olup, infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarının elma pektininin protein değerleri üzerinde anlamlı bir fark oluşturduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Elma posasından elma pektini üretiminde mikrodalga uygulamalarında farklı organik asit kullanımlarını içeren ASM, LM, STM örneklerini kapsayan Tablo 3.38 incelendiğinde asit farklılığına bağlı olarak elma pektin örneklerinin protein miktarlarının değiştiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Pektin ekstraksiyonu sonucu ekstrakte edilen protein miktarlarına göre en etkili asit türünün asetik asit olduğu gözlemlenmiştir. Aynı şartlar altında Tablo 3.37' de verilmiş olan inorganik asit kullanımıyla elde edilen pektin örneklerinin protein miktarlarının organik asitler ile ekstrakte edilen elma pektinlerine kıyasla daha düşük miktarda olduğu bulunmuştur. Sitrik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga (STİM) ve klasik yöntem uygulamalarından elde edilen elma pektinlerinin (STK) protein miktarlarında önemli bir fark görülmemekle beraber mikrodalga uygulamasıyla elde edilen elma pektini (STM) protein miktarına oranla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Pektin ekstraksiyonunda eş zamanlı olarak ekstrakte edilen pektin örneklerinde protein içeriklerinin uygulanan yöntemin türüne, çözücüye ve hammaddeye göre değiştiği çeşitli çalışmalarda belirtilmiştir (Rascón-Chu vd., 2009; Wang ve Lü, 2014; Yi vd., 2014; Wikiera vd., 2015; Hosseini vd., 2019; Yang vd., 2019; Liang vd., 2022; Xu vd., 2022; Guo vd., 2024; Li vd., 2024).

Elma posasından enzimatik ekstraksiyon ile pektin elde eden Wikiera ve ark. (2015), asit ekstraksiyonu ile pektin elde eden Rascón-Chu vd. (2009), subkritik ekstraksiyon ile pektin elde eden Wang ve ark. (2014), sıcak basınçlı su ile pektin elde eden Wang ve Lü (2014)' ün çalışmaları incelendiğinde farklı yöntemlere bağlı olarak elde edilen elma pektinlerinin protein miktarlarının çalışmamızda elde ettiğimiz elma pektini protein miktarlarından daha düşük seviyede olduğu görülmüştür. Guo vd. (2024) farklı elma posalarından elde ettikleri elma pektinlerinde protein miktarı belirleyemediklerini bildirmişlerdir.

Elma pektinlerinin protein miktarında değişim göstermesinin hammadde türünden veya hammaddenin yetersiz muhafazasında oluşabilecek fermantasyona bağlı olarak artış gösterebileceği Xu ve ark. (2022) tarafından bildirilerek, çalışmada yer alan elma pektini protein içerikleri ile sonuçlarımız benzerlik göstermektedir.

Turunçgillerden asetik ve sitrik asit kullanımında farklı yöntem uygulamalarında elde edilen pektinlerin protein miktarlarının kullanılan organik aside bağlı olarak artış gösterdiği Li ve ark. (2024) tarafından bildirilirken, çalışmamızda asetik ve sitrik asidin kullanımıyla elde ettiğimiz pektin örneklerinin protein miktarlarının yüksek olması benzerlik yargıya ulaşmamızı sağlamaktadır.

Sülfirik asidin konsantrasyonunun artmasına bağlı olarak pektinlerin protein içeriğinin azaldığı, bunun da GalA oranında bir artışa sebep olabileceği Jong ve ark. (2023) tarafından bildirilmiş ve bunu destekler nitelikte sonuçlarımız arasında en düşük protein içeriğinin infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasında sülfirik asit kullanımıyla elde edilen pektin örneğinde olduğu görülmüştür.

Protein ekstraksiyonlarında asetik asit kullanımına bağlı olarak proteinlerin çözünürlüğünün ve veriminin artıyor olması Dong ve ark. (2024) tarafından yapılan çalışmada rapor edilmiştir. Farklı organik ve inorganik asit kullanımlarında elde edilen tüm elma pektini örneklerinde asetik asit ile ekstrakte edilen elma pektinin en yüksek protein miktarına sahip olması bu fikri desteklemektedir.

Tablo 3. 37' de görüldüğü üzere farklı inorganik asitler ve ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen elma pektinlerinin su aktivitesi (a_w) değerlerinin 0,15-0,17 arasında değiştiği infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamaları ile üretilen pektin örneklerinde

(HİM, SİM, FİM) istatistiksel olarak bir fark görülmemiştir. Fakat fosforik asit kullanımına bağlı farklı yöntem uygulamalarını içeren pektin örneklerinin istatistiksel olarak birbirinden farklı olduğu en yüksek a_w değerinin klasik yöntem ile üretilen en düşük a_w 'ye sahip olan örneğin ise mikrodalga yöntemiyle üretilen pektin örneğinde olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.37 irdelendiğinde farklı inorganik asitlerin kullanımı ve farklı ekstraksiyon yöntemlerin uygulanması ile elde edilen elma pektinlerinin nem değerleri incelendiğinde, infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında kullanılan farklı inorganik asitler ile üretilen pektinlerin nem değerleri istatistiksel olarak birbirlerinden farklı olmakla birlikte en yüksek nem değeri (%5,23) sülfirik asit (SİM) kullanımıyla elde edilen pektin örneğinde görülmüştür ($p<0,05$). Aynı şartlar altında fosforik asit kullanımına bağlı olarak farklı ekstraksiyon yöntemleriyle üretilen elma pektinlerinde ise nem içeriği açısından anlamlı bir fark görülmemiştir ($p>0,05$).

Tablo 3.38'de görüldüğü gibi farklı organik asit kullanımı ve farklı yöntem uygulamaları ile üretilen elma pektini örneklerinin su aktivitesi (a_w) değerlerinin 0,15-0,17 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Sitrik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yöntemi ve klasik yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerinin a_w değerleri arasında fark görülmemiş ve mikrodalga uygulaması ile üretilen elma pektinlerine göre daha yüksek a_w değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$). Mikrodalga uygulamalarında laktik asit ile üretilen elma pektininin (LM), asetik (ASM) ve sitrik asit (STM) ile üretilen elma pektinlerine oranla a_w değeri daha yüksek bulunmuş ($p<0,05$) STM ve ASM örneklerinde önemli bir fark gözlemlenmemiştir.

Tablo 3.38' de görüldüğü üzere elma posasından farklı organik asit ve farklı yöntemler uygulanarak üretilen elma pektini örneklerinin nem değerlerinin %4,78-5,79 aralığında olduğu, sitrik asit kullanımında farklı yöntem uygulamalarına bağlı olarak nem değerlerinde önemli bir fark görülmeyp, mikrodalga yöntemi uygulamalarında farklı organik asit kullanımlarına bağlı olarak asetik (ASM) ve laktik (LM) asit ile üretilen pektinlerin daha düşük nem değerine sahip olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Bhat ve ark. (2024)'nın yapmış olduğu çalışma da elma posasından üretilen elma pektinin nemi ve su aktivitesi sırasıyla %8,39 ve 0,45, ticari elma pektininki %6,09 ve 0,39 olarak belirtilmiştir. Nem içeriği ve su aktivitesi, mikrobiyal büyümeyi, enzim

aktivitesini ve toz akış özelliklerini önlemek için depolama sırasında pektinin stabilitesini sağlamada önemlidir. Çalışmamızda ekstrakte edilen tüm elma pektinlerinin nem ve su aktivitesi değerleri belirtilmiş olan değerlerden daha düşük nem içeriğine ve su aktivitesine sahip olduğu tespit edilmiştir. Mikrobiyolojik güvenliği etkilemesinin yanı sıra, su aktivitesi pektin tozunun akış davranışını belirlenmesinde nem içeriğinden daha önemlidir. Su aktivitesi 0,15-0,17 olan elma pektinlerinin tahmini akış faktörü >10 'dur ve bu da onu serbest akışlı tozlar kategorisine sokar (Juarez-Enriquez vd., 2019). Bu nedenle, mevcut araştırmada ekstrakte edilen elma pektinleri, su aktivitesine bağlı serbest akışlı bir toz olarak kategorize edilebilir.

Elma posası, muz ve turunçgil kabuklarından klasik yöntem ile pektin ekstraksiyonunu konu alan Khamsucharit vd. (2018) yaptığı çalışmada tüm pektin örneklerinin nem içeriğinin %4,54 ila %7,92 arasında, su aktivitesi değerlerinin 0.22-0.31 arasında değiştiği bildirilmiştir. Çalışmamızda elde edilen nem değerlerinin bu aralıkta olduğu su aktivitesinin ise daha düşük gözlemlenmiştir.

Jak meyvesi atığından amonyum oksalat, seyreltik sülfürik asit ve sodyum heksametafosfat solventleri ile pektin ekstraksiyonu gerçekleştiren Begum ve ark. (2014), kullandıkları solvente bağlı olarak elde edilen pektinlerin nem değerlerinin önemli derecede farklı olduğunu vurgulayarak, pektin ekstraksiyonunda kullanılan solventin ürünün son nem değerine etki ettiğini bildirmişlerdir. Çalışmamız kapsamında farklı organik ve inorganik asitler ile üretilen elma pektinlerinin birbirlerinden farklı nem içeriklerine sahip olmaları kullanılan farklı tür solventten kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

Tablo 3.37'de görüldüğü üzere farklı inorganik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarının elma pektininin verim (%) değerlerine olan etkisi irdelendiğinde verim değerlerinin %12,19-15,81 aralığında değiştiği görülmektedir.

Elma posasından elma pektini üretiminde inorganik farklı asit kullanımına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga yöntem uygulamalarının etkisi incelendiğinde, HİM, SİM ve FİM örnekleri kendi aralarında değerlendirilirse fosforik asit kullanımının infrared destekli mikrodalga uygulamalarında gözle görülür şekilde verim artışına sebep olduğu

tespit edilmiştir ($p<0,05$). İnfrared destekli mikrodalga uygulamalarında hidroklorik asit ve sülfirik asit kullanımının pektin verimi üzerine anlamlı bir etkisi görülmemiştir.

Elma pektini üretiminde fosforik asit kullanımında, infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemlerinin etkisi FİM, FM ve FK örnekleri değerlendirildiğinde klasik yöntem uygulamalarının diğer yöntemlere oranla daha yüksek verim verdiği, infrared destekli mikrodalga yönteminin mikrodalga yöntemine kıyasla pektin veriminde aynı şartlar altında pektin veriminin artmasında daha efektif olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.38 incelendiğinde farklı organik asit ve yöntemlerin kullanılmasına bağlı olarak elma posasından pektin ekstraksiyon verimi değerlerinin %11,48-18,22 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Sitrik asit kullanımında farklı yöntem uygulamalarını kapsayan STM, STİM ve STK örnekleri kendi aralarında değerlendirildiğinde infrared destekli mikrodalga yönteminin (STİM) elma posasında pektin ekstraksiyonunda verim üzerine daha etkili olduğu görülürken mikrodalga (STM) ve klasik yöntemin (STK) verimleri arasında önemli bir fark gözlemlenmemiştir ($p<0,05$). Mikrodalga uygulamalarında farklı asitlerin kullanımına bağlı olarak ASM, LM ve STM incelendiğinde ise kullanılan asit türüne göre verimin istatistiksel olarak değiştiği sitrik asidin (STM), laktik (LM) ve asetik (ASM) aside oranla pektin veriminde daha etkili olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Farklı yöntemler kullanarak sitrik asit ile elma posalarından pektin ekstraksiyonu gerçekleştiren Dranca ve ark. (2020) en yüksek elma pektin verimini %23,36 olarak mikrodalga ve klasik yöntem ile ekstrakte edilen örneklerde belirlediklerini, ayrıca mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarında verim olarak istatistiksel olarak anlamlı bir fark olmadığını ifade etmişlerdir. Su vd. (2019) da benzer görüşü bildirmişlerdir. Benzer şekilde, organik asitlerin kullanıldığı ekstraksiyonlarda elde edilen verilerimiz doğrultusunda istatistiksel olarak mikrodalga ve klasik üretim yöntemleri arasında fark gözlemlenmemiş fakat infrared destekli mikrodalga yönteminin daha yüksek verim elde edilmesinde etkili olduğu belirlenmiştir.

Klasik ve mikrodalga yöntemi uygulamalarında hidroklorik ve sitrik asit kullanımının misket limonu kabuğunda pektin verimi üzerine etkisini inceleyen Rodsamran ve Sothornvit (2019), siyah havuçtan aynı üretim yöntemleriyle pektin ekstraksiyonu

gerçekleştiren Sucheta ve ark. (2020) ve üzüm posalarından pektin ekstraksiyonu gerçekleştiren Spinei ve Oroian (2023) pektin veriminde klasik yöntemin mikrodalga yöntemine nazaran daha yüksek etki ettiğini raporlamaları benzer etkinin inorganik asit kullanımlarını içeren üretimlerde gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Hidroklorik asidin pektin verimi üzerine daha etkili olduğunu bildirirken, çalışmamızda farklı şekilde sitrik asit ile aynı koşullarda üretilen pektinlerin daha yüksek verim değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Çalışmamızla benzer şekildeki bulgu Dranca ve Mironeasa (2024)'nın şeker pancarı küspesinden hidroklorik ve sitrik asit ile pektin üretimini içeren çalışmasında ve hidroklorik, sitrik, nitrik ve asetik asit kullanımında aynı şartlar altında nar posasından pektin ekstraksiyonunda sitrik asidin en yüksek verim değerine sahip olduğu belirtilirken, Sharifi ve ark. (2022) tarafından da benzer şekilde ifade edilmiştir.

Girón-Hernández ve ark. (2023) elma posasından sitrik ve asetik asit kullanımına bağlı ultrases uygulamalarıyla pektin ekstraksiyonunda en yüksek verimi çalışmamızla benzerlik gösterdiği şekilde sitrik asit kullanımıyla elde ettiğini bildirmiştir. Seixas vd. (2014) de mikrodalga uygulamalarında farklı asit kullanımlarının pektin verimi üzerine önemli etkileri olduğunu ifade etmiştir.

Luo ve ark. (2019) asetik asit kullanımına bağlı olarak elma posasından klasik pektin ekstraksiyonun da %19,6 verim elde etmiş ve asetik asidin artan konsantrasyonuna bağlı olarak verimin arttığını bildirmiştir. Aynı zamanda, asetik asidin aynı pH değerlerinde inorganik asitlere oranla daha etkili olduğunu ifade etmiştir. Elma posasının aynı pH değerinde asidik ekstraksiyonu sırasında asetik asidin, zayıf asit ayrışma sabiti nedeniyle sülfirik, hidroklorik ve nitrik aside göre çok daha iyi hidrojen iyonları sağlayabildiğini bildirmiştir. Benzer şekilde, çalışmamız kapsamında organik ve inorganik asit kullanımlarına ve farklı yöntem uygulamalarına bağlı olarak organik asitlerin elma pektini verimi üzerine daha etkili olduğu belirlenirken, asetik asit ile üretilen elma pektini verimi incelendiğinde düşük bir değere sahip olduğu bunun ise mikrodalga uygulamasıyla veya kullanılan asetik asit konsantrasyonuyla ilişki olabileceği tahmin edilmektedir.

Farklı bir yaklaşımla, Colodel ve Petkowicz (2019) Cubiu (*Solanum sessiliflorum* Dunal) meyve kabuklarından klasik ekstraksiyonunda nitrik asit ve sitrik asit kullanımı

ile pektin ekstrakt etmişlerdir. En yüksek pektin veriminin aynı şartlar altında nitrik asit kullanımı ile elde ettiklerini ifade etmişlerdir.

Pei vd. (2024)'nin limon kabuklarından ultrases ve mikrodalga yöntemi uygulamalarında sitrik asit kullanımına bağlı olarak pektin ekstraksiyonu içeren çalışmasında mikrodalga uygulamasının pektin verimi üzerine ultrases yöntemine oranla kısa sürede daha efektif ve kullanılan yöntemin yanı sıra ekstraksiyon koşullarının da pektin verimi üzerine etkili olduğunu vurgulamıştır. Elde ettiğimiz bulgular neticesinde aynı şartlar altında mikrodalga yönteminin klasik yöntem ile aynı verim değerlerini kısa sürede gerçekleştirdiğini, infrared destekli mikrodalga yönteminin ise her iki yöntemle oranla pektin verimi üzerine kısa ve daha etkili olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3.37 incelendiğinde infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında kullanılan farklı inorganik asitlerle elde edilen elma pektinlerine ait su tutma kapasitelerini önemli ölçüde etkilediği belirlenmiştir ($p<0,05$). En yüksek su tutma kapasitesi (17,66 g/g) fosforik asit kullanımı ile infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasıyla elde edilen elma pektininde görülürken, en düşük su tutma kapasitesi (12,30 g/g) ise hidroklorik asit kullanımı ve infrared destekli mikrodalga uygulamasıyla elde edilen elma pektininde görülmüştür. Fosforik asit ile üretilen pektinlerin su tutma kapasiteleri aynı yöntem ve şartlar altında hidrolik ve sülfirik asit ile üretilen elma pektinlerine oranla daha yüksek bulunmuştur. Farklı yöntem uygulamalarında fosforik asit kullanılması ile üretilen elma pektinleri arasında da istatistiksel olarak uygulanan yöntemin pektinlerin su tutma kapasitelerini etkilediği tespit edilmiştir ($p<0,05$). Aynı asit ve aynı ortam koşullarında infrared destekli mikrodalga uygulaması ile üretilen elma pektininin mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerine nazaran daha yüksek su tutma kapasitesine sahip olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$). Infrared destekli mikrodalga yöntemi ve sülfirik asit kullanımıyla elde edilen elma pektinlerinin mikrodalga yöntemi uygulanarak fosforik asit ile üretilen pektin örnekleriyle benzer su tutma kapasiteleri gösterdiği belirlenmiştir ($p>0,05$). Aynı şekilde infrared destekli mikrodalga yöntemi ve hidroklorik asit kullanımıyla üretilen elma pektinlerinin ise klasik yöntem uygulaması ve fosforik asit kullanımıyla üretilen elma pektini benzer su tutma kapasiteleri sergilemiştir ($p>0,05$).

Farklı inorganik asit ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarının elma pektininin yağ tutma özelliklerine de etkisi Tablo 3.37’de gösterilmiştir. İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında farklı asit kullanımlarında elma pektinlerinin yağ tutma kapasitelerinin istatistiksel birbirinden farklı olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). Farklı yöntem uygulamalarında elma pektinlerinin yağ tutma kapasiteleri incelendiğinde klasik yöntem ile üretilen elma pektin örneğinin (FK) yağ tutma kapasitesinin, benzer yağ tutma kapasitesine sahip olan infrared destekli mikrodalga (FİM) ve mikrodalga yöntemiyle (FM) elde edilen pektinlere nazaran daha yüksek olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). En yüksek yağ tutma kapasitesi (1,70 g/g) klasik yöntem uygulamasında fosforik asit ile üretilen elma pektininde görülürken (FK), en düşük yağ tutma kapasitesi (1,38 g/g) ise infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasında hidroklorik asit kullanımı ile elde edilen elma pektininde (HİM) gözlemlenmiştir.

Tablo 3.38’ de görüldüğü üzere mikrodalga yöntemi uygulamalarında kullanılan farklı organik asit kullanımlarının elde edilen elma pektinlerine ait su tutma kapasitelerini önemli ölçüde değiştirdiği tespit edilmiştir ($p<0,05$). En yüksek su tutma kapasitesi (19,18 g/g) laktik asit kullanımı ile mikrodalga yöntemi uygulamasıyla elde edilen elma pektininde (LM) görülürken, en düşük su tutma kapasitesi (10,76 g/g) ise sitrik asit kullanımı ve klasik yöntem uygulamasıyla elde edilen elma pektininde görülmüştür. Laktik asit ile üretilen elma pektinlerinin (LM) su tutma kapasiteleri aynı yöntem ve şartlar altında asetik (ASM) ve sitrik asit (STM) ile üretilen elma pektinlerine oranla daha yüksek bulunmuştur. Farklı yöntem uygulamalarında sitrik kullanılması ile üretilen elma pektinleri arasında da istatistiksel olarak uygulanan yöntemin pektinlerin su tutma kapasitelerini etkilediği tespit edilmiştir ($p<0,05$). Aynı asit ve şartlar altında infrared destekli mikrodalga uygulaması ile üretilen elma pektininin mikrodalga ve klasik yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerine nazaran daha yüksek su tutma kapasitesine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Mikrodalga yöntemi ve asetik asit kullanımıyla elde edilen elma pektinlerinin klasik yöntem uygulanarak sitrik asit ile üretilen pektin örnekleriyle benzer su tutma kapasiteleri gösterdiği belirlenmiştir.

Farklı organik asit ve yöntem uygulamalarının elma pektininin yağ tutma özelliklerine de etkisi Tablo 3.38’de gösterilmiştir. İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında farklı organik asit kullanımlarının elma pektinlerinin yağ tutma kapasiteleri üzerine istatistiksel olarak etki ettiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Sitrik asit

kullanımına bağılı olarak infrared destekli mikrodalga yöntemi ile üretilen elma pektinlerinin yağ tutma kapasitelerinin diğeri iki yöntemle üretilen elma pektinlerine nazaran daha yüksek olduğı belirlenmiştir ($p<0,05$). En yüksek yağ tutma kapasitesi (1,69 g/g) infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasında sitrik asit ile üretilen elma pektininde görölürken, en düşük yağ tutma kapasitesi (1,28 g/g) ise klasik yöntem uygulamasında sitrik asit kullanımı ile elde edilen elma pektininde gözlemlenmiştir.

Pektin örneklerinde su tutma ve yağ tutma kapasitelerinin önemli teknolojik özellikler olması sebebiyle sahip oldukları değeri farklılık göstermesi bakımından farklı kullanım alanları vardır. Spinei ve Oroian (2023) üzüm posasından farklı teknikler ile ürettikleri pektine ait en yüksek su tutma ve yağ tutma kapasitelerini sırasıyla 3,29 (g_{su}/g) ve 2,39 ($g_{yağ}/g$) olarak belirlemişlerdir. Farklı homojenizasyon teknikleriyle şeker pancarı pektini üretimini gerçekleştiren Saeidy vd., (2023) pektinlere ait en yüksek su ve yağ tutma değerilerinin sırasıyla 6,8 (g_{su}/g) ve 5,5 ($g_{yağ}/g$) olarak belirtirken, ticari turunçgil pektininin sırasıyla 7,1 (g_{su}/g) su tutma ve 2,9 ($g_{yağ}/g$) yağ tutma kapasitesine sahip olduğunu bildirmişlerdir. Al-Ezzi ve ark. (2024) pitaya kabuklarından farklı yöntem uygulamalarıyla elde ettikleri pektinlerin en yüksek su ve yağ tutma kapasitelerini sırasıyla 7,53 (g_{su}/g) ve 2,61 ($g_{yağ}/g$) şeklinde raporlamışlardır. Farklı ötektik solvent kullanımı ve yöntem uygulamalarıyla Brezilya çileğinde elde edilen pektinlerin en yüksek su ve yağ tutma kapasiteleri sırasıyla 1,03 (g_{su}/g) ve 1,19 ($g_{yağ}/g$) olduğu Benvenutti ve ark. (2022) tarafından bildirilmiştir. Mandarin kabuklarından farklı yöntem uygulamaları ile pektin ekstraksiyonu gerçekleştiren Yang vd. (2024) ticari mandarin su ve yağ tutma kapasitesini sırasıyla 12,63 (g_{su}/g) ve 3,16 ($g_{yağ}/g$), elde ettikleri pektinlerin en yüksek su ve yağ tutma kapasitelerinin sırasıyla 14,11 (g_{su}/g) ve 3,99 ($g_{yağ}/g$) olarak belirlemişlerdir.

Endüstriyel atık olan portakal kabuğı, soya fasulyesi kabuğı ve çarkıfelek meyvesinden klasik asit yöntem uygulaması ile pektin elde eden Moura vd. (2017) elde ettikleri farklı pektinlerin su ve yağ kapasitelerini belirlemişlerdir. Portakal kabuğı pektininin sırasıyla 7,57 (g_{su}/g) ve 2,97 ($g_{yağ}/g$), soya fasulyesi pektininin 6,08 (g_{su}/g) ve 2,73 ($g_{yağ}/g$), çarkıfelek meyvesi pektininin 11,59 (g_{su}/g) ve 4,05 ($g_{yağ}/g$) su ve yağ tutma kapasitelerine sahip olduğunu ifade etmişlerdir. Endüstriyel patlıcan atıklarından mikrodalga yöntemi uygulaması ile elde edilen patlıcan pektininin su ve yağ tutma kapasiteleri sırasıyla 6,02 (g_{su}/g) ve 2,60 ($g_{yağ}/g$) bulunduğı Kazemi ve ark. (2019)

tarafından bildirilmiştir. Endüstriyel zeytinyağı atıklarından sıcak asit yöntemiyle elde edilen zeytin pektinlerinin en yüksek su ve yağ tutma kapasitelerinin sırasıyla 1,87 (g_{su}/g) ve 6,17 ($g_{yağ}/g$) olduğu, ticari turuncgil pektininin 10,35 (g_{su}/g) ve 2,59 ($g_{yağ}/g$), ticari elma pektinlerinin ise 2,00 (g_{su}/g) ve 2,22 ($g_{yağ}/g$) su ve yağ tutma kapasitelerine sahip olduğu Senent vd. (2015) yapmış olduğu çalışmada belirlenmiştir.

Elma posasından pektin üretiminde klasik yöntem ve indüklenmiş voltaj yöntemini kullanan Han ve ark. (2022) elma pektinlerinde en yüksek su ve yağ tutma kapasitelerini sırasıyla 6,0 (g_{su}/g) ve 3,1 ($g_{yağ}/g$) olarak indüklenmiş voltaj yöntemiyle üretilenlerde gözlemlemişlerdir. Yengeç elması kabuklarından pektin mikrodalga yöntemiyle pektin ekstraksiyonunda Aldemir ve ark. (2024) elde edilen elma pektinlerinin yağ ve su tutma kapasitelerini sırasıyla 8,5 (g_{su}/g) ve 8,1($g_{yağ}/g$) tespit ettiklerini ifade etmişlerdir.

Çalışmamızda elde edilen su ve yağ tutma kapasiteleri incelendiğinde farklı inorganik asit ve yöntemlerin uygulanmasına bağlı olarak en yüksek su tutma kapasitesinin fosforik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektini örneğinde (FİM) olduğu (17,66 g_{su}/g), farklı organik asit ve yöntemlerin uygulanmasına bağlı olarak en yüksek su tutma kapasitesinin laktik asit kullanımında mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektini örneğinde (LM) olduğu (19,18 g_{su}/g) gözlemlenmiştir. Çalışmamız kapsamında üretilen elma pektinlerinin su tutma kapasitelerinin literatürde verilmiş olan verilere göre yüksek olduğu fakat yağ tutma kapasitelerinin ise literatürde belirlenmiş olan pektin çeşitlerine göre daha düşük olduğu dikkat çekmiştir.

Chalapud vd. (2023) yüksek metoksilli pektinlerin, yapılarındaki düşük kristalinize nedeniyle su emerek yapının şişme eğilimi gösterdiğini ve bu sebeple yüksek bir su tutma kapasitesi sağlayabileceğini ifade etmişleridir. Çalışmamız kapsamında üretilen elma pektinlerinin yüksek DE değerlerine sahip olması bu durumu açıklamaktadır.

Einhorn-Stoll (2018) pektinlerin saçaklı bölgelerinde nötr şeker yan zincirlerinin varlığının, çözeltilerdeki moleküler dolanmalara dahil olarak yüksek bir su tutma kapasitesinin oluşmasına yardımcı olabileceğini belirtmiştir. Elde ettiğimiz elma pektinlerinin pektik monosakkarit oranlarının değişimine bağlı olarak su tutma kapasitelerinin değiştiği düşünülmektedir.

Aynı zamanda farklı organik ve inorganik asit kullanımlarına ve farklı yöntem uygulamalarına bağlı olarak elma pektinlerinin fizikokimyasal özelliklerinin farklılık gösterdiği tespit edilmiştir. Buna bağlı olarak su tutma kapasitelerinin değişim gösterdiği tahmin edilmektedir. Benzer bir şekilde ekstrakte edilen pektinin kimyasal bileşimi, yapısı, gözenekliliği ve iyonik gücü gibi farklı faktörlerin su tutma üzerinde etkili olabileceği Hosseini vd. (2019) ve Huang vd. (2021) tarafından ifade edilmiştir.

Pektin için en önemli parametrelerden biri olan dekstroz eşdeğerliği açısından farklı inorganik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerinin Tablo 3. 37 incelendiğinde yüksek metoksil >50 DE değerine sahip olduğu belirlenmiştir. En yüksek DE değeri (%90,16) infrared destekli mikrodalga uygulamasında fosforik asit kullanımıyla elde edilen pektinde (FİM) görülürken, en düşük DE değeri (%83,30) ise klasik yöntem uygulamasında fosforik asit kullanımıyla elde edilen elma pektini örneğinde (FK) görülmüştür. İstatistiksel olarak SİM, FİM ve FM örneklerinde önemli bir fark gözlemlenmezken, HİM ve FK örneklerine nazaran daha yüksek DE değerine sahip oldukları tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.38’de verilen elma posasından farklı organik asit kullanımları ve farklı yöntem uygulamaları ile elde edilen elma pektini örneklerinin dekstroz eşdeğerliği değerlerinin %81,42-89,93 aralığında değişmekte olup elma pektin örneklerinin yüksek metoksil değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Aynı şartlar altında mikrodalga uygulamalarında farklı organik asit kullanımlarının pektinlerin dekstroz eşdeğerliği üzerine önemli derecede etki ettiği gözlemlenmiştir ($p<0,05$). Mikrodalga yöntemi ile pektin ekstraksiyonunda laktik asit kullanımının (LM) asetik (ASM) ve sitrik (STM) aside göre daha iyi sonuç verdiği tespit edilmiştir. Aynı ortam şartlarında sitrik asit kullanımına bağlı olarak farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin %DE değerlerini etkilediği mikrodalga yöntemi uygulaması ile üretilen elma pektininin (STM) infrared destekli mikrodalga ve klasik yöntemle elde edilen elma pektinlerine nazaran daha yüksek DE değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Pektinin dekstroz eşdeğerliği derecesi (DE) pektin molekülünde bulunan karboksil gruplarının esterleşme derecesini ifade eder. Pektinin esterleşmesi, bazı karboksil gruplarının metilasyonu yoluyla gerçekleşerek metil ester gruplarının oluşumuyla

sonuçlanır ve pektin molekülündeki toplam karboksil grubu sayısına göre esterleşmiş karboksil gruplarının yüzdesi olarak ifade edilir (Duwee vd., 2022).

DE değeri pektinin en önemli parametrelerinden biri olmakla birlikte pektinin sınıflandırılmasında kullanılmaktadır. Tez çalışmamız kapsamında farklı inorganik ve organik asit kullanımlarında infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları ile elde edilen elma pektini örneklerinin >%50 DE değerine sahip olması yüksek metoksilli pektin grubunda yer aldığını göstermektedir. Elma posalarından farklı yöntem uygulamaları ve farklı asit kullanımlarıyla elma pektini üretimi gerçekleştiren, Morales-Contreras vd., (2024), Vaez vd. (2023), Galindo ve Piagentini (2022), Zheng ve ark. (2021), Cho ve ark. (2019) çalışmalarına benzer şekilde yüksek metoksilli elma pektini üretiminin sağlandığı görülmekle beraber DE değerlerinin çalışmalarda verilen değerlere göre daha yüksek değer sergilediği tespit edilmiştir. Farklı yöntem uygulamalarının ve farklı asidik kullanımlarının pektinin DE değeri üzerine etkileri bu verilen literatür kapsamında açıkça görülmektedir.

Farklı yöntem ve farklı asit koşullarında, elma ve turuncgil posalarından pektin üretimi gerçekleştiren Wang ve ark. (2014), portakal kabuklarından pektin üretimi gerçekleştiren Iñiguez-Moreno vd. (2024), turuncgil kabuklarından pektin üretimi gerçekleştiren Pattarapisitporn ve ark. (2024) ve Pasandide vd. (2017) çalışmalarında verilen DE değerleri ile çalışmamız kapsamında üretilen elma pektinlerinin DE değerleri benzerlik göstermektedir.

Pasandide ve ark. (2018) poligalakturonik zincirlerin düşük pH ve yüksek sıcaklıklarda uzun süre esterleşmesini tetikleyecek zorlu koşullar altında pektinlerin DE değerinin azalabileceğini ifade etmişlerdir. Bulgularımız bu görüşü desteklemekle beraber, inorganik ve organik asit kullanımına bağlı olarak klasik yöntem ile elde edilen elma pektini örneklerinin infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarıyla elde edilen pektin örneklerine nazaran daha düşük DE değeri gözlemlenmiştir.

Optimizasyon bulgularımızda DE değeri üzerinde pH'ın etkili olduğu, dolayısıyla ortamdaki H^+ konsantrasyona bağlı pH artışı ile pektinin DE'si arasında önemi bir ilişki olduğu Iñiguez-Moreno ve ark. (2024) çalışmasında da benzer şekilde ifade edilmiştir. Bunun bir sebebinin de sıcaklık olduğu ve düşük sıcaklıklarda pektin yapısındaki ester

bağlarını hidrolize etmek için yeterli termal enerjinin olmamasına bağlı olarak pektinin esterleşmesinin engellemesi olabileceği tahmin edilmektedir.

Tablo 3.37 göz önüne alındığında farklı inorganik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları sonucu elde edilen elma pektinlerinin pektik monosakkaritleri yapıları değerlendirildiğinde uygulanan farklı yöntemlerin ve farklı asit kullanımlarının pektinin içerisinde bulunan pektik monosakkarit yapıyı değiştirdiği tespit edilmiştir. Galakturonik asit (GalA) miktarının %56,61-62,10, ramnoz şekeri miktarının %2,75-4,01, ksiloz miktarının %2,60-3,47, galaktoz miktarının %4,66-6,53 ve arabinoz miktarının %8,36-11,68 aralığında değiştiği belirlenmiştir.

Tablo 3. 37' de fosforik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga (FİM) ve mikrodalga yöntemi (FM) uygulamalarıyla elde edilen pektinlerin GalA miktarı bakımından önemli bir fark gözlemlenmezken klasik yöntem uygulamalarına (FK) oranla daha iyi sonuçlar elde edildiği görülmektedir ($p<0,05$). Fosforik asit kullanımının infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında hidroklorik (HİM) ve sülfirik (SİM) aside oranla elma pektininde GalA miktarını artırdığı tespit edilmiştir ($p<0,05$). Ramnoz miktarları incelendiğinde ise farklı inorganik asit ve farklı ekstraksiyon teknikleri uygulamalarına bağlı olarak istatistiksel olarak ramnoz miktarlarının birbirinden farklı olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). İnfrared destekli mikrodalga uygulamalarında hidroklorik (HİM) ve sülfirik asit (SİM) kullanımıyla elde edilen elma pektinlerinde ksiloz miktarı benzer olmakla birlikte fosforik asit (FİM) kullanımına bağlı olarak ksiloz miktarının azaldığı, infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon uygulamalarında fosforik asit kullanıma bağlı olarak ise ksiloz miktarının anlamlı düzeyde birbirlerinden farklı olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Ksiloz miktarının varlığı elde edilen elma pektin örneklerinin yapısında ksilogalakturonan dallanmaların olduğunu göstermektedir. Farklı inorganik asit kullanımlarında pektinlerin galaktoz ve arabinoz oranlarının istatistiksel olarak birbirinden farklı olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). Fosforik asit kullanımında mikrodalga (FM) ve infrared destekli mikrodalga uygulamalarında (FİM) elde edilen pektinlerin galaktoz ve arabinoz miktarları açısından önemli bir fark oluşmadığı fakat klasik yöntem uygulamalarına (FK) göre arabinoz miktarının fazla olduğu galaktoz miktarının ise düşük olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). Homogalakturonan (HG) yapı pektin polisakkaritinde düz yapılı

galakturonik asitlerin oluşturduğu zincir olmakla birlikte, infrared destekli mikrodalga uygulamalarında farklı inorganik asit kullanımının pektinin düz zincirli yapısını önemli düzeyde değiştirdiği ve en yüksek HG yapıya sahip olan elma pektini örneğinin (FİM) fosforik asit kullanımı ile elde edilen elma pektini örneğinde olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Fosforik asit kullanımına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga ekstraksiyon uygulamasının pektinin düz zincir uzunluğunu istatistiksel olarak arttırdığı gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.37 incelendiğinde infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasında sülfirik asit kullanımıyla elde edilen elma pektini örneğinin (SİM) ramnogalakturonan-I bakımından yüksek değer taşıması, diğer örneklere göre lineeritesinin bozulduğunu ve dallanmanın çok olduğu bir pektin yapısının elde edildiğini göstermektedir. Ramnogalakturonan-I dallanması diğer pektin örneklerinde ise birbirlerine benzer değerler göstermiştir. (Gal+Ar)/R oranı ise pektinin nötr şeker yan zincirlerinin ortalama boyutunu yansıtmakla beraber en yüksek yan zincir uzunluğu fosforik asit kullanımıyla infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektini örneğinde (FİM) gözlemlenmiştir. Pektin zinciri arabinogalakattan (Gal/Ar) dallanmaları incelendiğinde infrared destekli mikrodalga uygulamalarında hidroklorik asit (HİM) kullanımına bağlı olarak arabinogalakattan (Gal/Ar) yapıların sülfirik (SİM) ve fosforik aside (FİM) oranla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Fosforik asit kullanımına bağlı olarak mikrodalga (FM) ve infrared destekli mikrodalga (FİM) yöntemleri arasında bir fark olmadığı, en yüksek oran ise klasik yöntemle üretilen elma pektini örneğinde (FK) saptanmıştır. R/GalA oranı pektinin ana zincirlerindeki dallanma farklarını göstermekle birlikte farklı asit kullanımının ve farklı yöntem uygulamalarının pektin ana zincirini önemli derece de etkilediği, en düşük oranın ise fosforik asit kullanımına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneğinde (FİM), en yüksek dallanmanın ise hidroklorik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yöntemiyle üretilen elma pektini örneğinde (HİM) olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3. 38 incelendiğinde farklı organik asit kullanımlarında infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleriyle elde edilen elma pektinlerinin pektik monosakkaritleri yapıları değerlendirildiğinde uygulanan yöntemlerin ve farklı asit kullanımlarının pektinin içerisinde bulunan pektik monosakkarit miktarlarını değiştirdiği belirlenmiştir. Uygulanan farklı yöntemlere ve

farklı asit kullanımlarına bağlı olarak galakturonik asit (GalA) miktarının %51,44-65,35, ramnoz şekeri miktarının %3,06-4,08, ksiloz miktarının %2,87-3,44, galaktoz miktarının %5,79-7,12 ve arabinoz miktarının %7,40-15,73 aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

Mikrodalga uygulamalarında farklı organik asit kullanımlarının elma pektinlerinin GalA miktarını değiştirdiği tespit edilmiştir ($p<0,05$). Sitrik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga (STİM) ve mikrodalga yöntemi (STM) uygulamalarında GalA miktarı bakımından önemli bir fark gözlemlenmezken klasik yöntem (STK) uygulamalarına kıyasla daha yüksek sonuçlar elde edildiği görülmüştür ($p<0,05$). Laktik asit (LM) kullanımının mikrodalga yöntemi uygulamalarında sırasıyla asetik (ASM) ve sitrik (STM) aside oranla elma pektini içerisinde daha yüksek miktarda GalA miktarı sağladığı belirlenmiştir ($p<0,05$). Ramnoz miktarları incelendiğinde ise farklı organik asit ve farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulamalarına bağlı olarak istatistiksel olarak ramnoz miktarlarının birbirinden farklı olduğu gözlenmiştir ($p<0,05$).

Mikrodalga uygulamalarında laktik ve asetik aside göre sitrik asit kullanımının elma pektininin ksiloz miktarını artırdığı, sitrik asit kullanıma bağlı olarak ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarının elde edilen elma pektininin ksiloz miktarını değiştirdiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Ksiloz miktarının varlığı elde edilen elma pektin örneklerinin yapısında ksilogalakturonan dallanmaların olduğunu göstermektedir. Farklı organik asit kullanımlarının aynı şartlar altında galaktoz ve arabinoz miktarlarının değişiminde önemli rol oynadığı tespit edilirken, aynı asit (sitrik) kullanımlarında mikrodalga (STM) ve infrared destekli mikrodalga (STİM) uygulamalarında önemli bir fark oluşmadığı fakat klasik yöntem (STK) uygulamalarına göre yapıya farklı etki ettiği tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Homogalakturonan (HG) yapı pektin polisakkaritinde düz yapılı galakturonik asitlerin oluşturduğu zincir olmakla birlikte, mikrodalga uygulamalarında farklı organik asit kullanımının düz zincirli yapıyı istatistiksel olarak değiştirdiği ve en yüksek HG yapıya sahip olan elma pektini örneğinin laktik asit (LM), sırasıyla asetik (ASM) ve sitrik asit kullanımı ile elde edilen örnekte belirlenmiştir ($p<0,05$). Tablo 3.38’ de görüldüğü gibi sitrik asit kullanımına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları incelendiğinde, pektinin düz zincirli yapısında

mikrodalga (STM) ve infrared destekli mikrodalga (STİM) yöntemi benzer etki gösterirken, klasik yöntem (STK) uygulamasına göre düz zincir uzunluğunun arttığı gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.38 incelendiğinde mikrodalga yöntemi uygulamasında asetik (ASM) ve laktik asit (LM) kullanımıyla elde edilen elma pektini örneklerinin ramnogalakturonan-I bakımından daha zengin bir yapıya sahip olması, pektinlerin düz zincirlerinin bozularak dallanmanın çok olduğu bir pektin yapısının elde edildiğini göstermektedir. Ramnogalakturonan-I dallanması infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemi ile üretilen pektin örneklerinde ise birbirlerine benzer değerler gösterdiği belirlenmiştir. (Gal+Ar)/R oranı ise pektinin nötr şeker yan zincirlerinin ortalama boyutunu yansıtmakla beraber en yüksek yan zincir uzunluğu asetik asit kullanımında mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektini örneğinde (ASM) gözlemlenmiştir. Arabinogalakattan (Gal/Ar) oranları incelendiğinde farklı organik asit kullanımlarının pektinin zincir yapısını etkileyerek zincirlerde oluşan dallanmaları etkilediği tespit edilmiştir. Sitrik asit kullanımına bağlı olarak mikrodalga (STM) ve infrared destekli mikrodalga yöntemleriyle (STİM) elde edilen pektin örneklerinin arabinogalakattan yapıları arasında benzerlik olduğu görülürken, en yüksek arabinogalakattan oranı klasik yöntem ile üretilen elma pektininde tespit edilmiştir. R/Gal oranı pektinin ana zincirlerindeki dallanma farklılıklarını göstermekle birlikte farklı organik asit kullanımlarının ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarına bağlı olarak pektin ana zincirindeki en yüksek dallanma ASM ve STK örneklerinde, en düşük dallanmanın ise STM örneğinde olduğu gözlemlenmiştir.

Galakturonik asit (GalA) pektinin ana yapısını oluşturan en önemli monosakkarit olarak bilinmektedir. Yapılan çalışma sonucunda inorganik ve organik asitlerin kullanımında ve farklı yöntem uygulamalarında elde edilen pektinlerin GalA değerleri %65,35-51,44 aralığında olduğu tespit edilmiştir. Elma pektini ekstraksiyonu gerçekleştiren, Cho ve ark. (2019), Han vd. (2022), Zhang ve ark. (2022) ve Naqash vd. (2021) ve Ramos-Aguilar vd. (2017) bulmuş olduğu elma pektini GalA içeriği ile benzer değerlerde olduğu belirlenmiştir. Naqash vd. (2021) elma posasının hidrolik asit ile hidrolizinden elde edilen pektinlerin GalA içeriğinin sitrik asit hidrolizi ile elde edilen pektinden daha yüksek GalA içeriğine sahip olduğunu ifade ederek, bu durumun organik asitlerin mineral asitlere göre daha zayıf hidrolizleme eğilimini ve sonuç olarak organik asit

hidrolizi ile elde edilen pektin zincirinin nötr şeker kalıntıları da taşıyabileceğinden elde edilen pektinin daha az saflığını ortaya koyduğunu ifade etmiştir. Fakat infrared destekli üretimlerde pH:2 de aynı şartlar altındaki üretimlerde Tablo 3.37'deki HİM (%57,59) ve Tablo 3.38'deki STİM (%57,52) örnekleri arasında önemli bir fark görülmemiştir. Bunun farklı görüşlerin temel sebebinin asidik ortamın asitlerin molar konsantrasyonuna göre değil pH'ya göre ayarlanmış olmasının etkili olduğu düşünülmektedir.

Yine elma artıklarından farklı yöntemler ile elma pektini üretimi gerçekleştiren Yılmaz-Turan ve ark. (2023), Girón-Hernández vd. (2023), Morales-Contreras vd. (2020) ve Wikiera vd. (2015) elma pektini GalA içeriklerinin çalışmamızda belirlediğimiz GalA içeriklerinden daha düşük, Zheng vd. (2021) ve Dranca ve ark. (2020) çalışmalarında ise elma pektini GalA içeriklerinin çalışmamızda belirlediğimiz değerlerden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bunun temel sebebinin ise farklı hammadde elma posası kaynaklarının kullanımı, farklı yöntem uygulamaları, farklı asidik koşullar ve elma posalarına yapılan ön işlemler olabileceği düşünülmektedir. Genel bir ifade ile verilmiş olan literatürde mikrodalga yöntemi uygulamalarının ve yeni geliştirilen ekstraksiyon yöntemi uygulamalarının klasik üretim uygulamalarına nazaran daha efektif, maliyetsiz ve kısa sürede daha kaliteli ürün alınması ile sonuçlandığı ifade edilmiştir.

Genel olarak, çalışmamız kapsamında daha kısa ekstraksiyon süresine sahip olan infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemleri uygulamasıyla üretilen elma pektinlerinin GalA içeriğinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu bağlamda klasik yöntem uygulamalarında pektin zincirinin doğrusallığında görülen (HG oranı) azalmaya ilaveten ramnogalakturonan yapılarıdaki farklılık, uzun ekstraksiyon süresi boyunca GalA diziliminin ve yapıda bulunan tüm nötral şekerlerin oranının değişimiyle açıklanmaktadır. GalA ve nötr şekerlerin nispi değişikliklerine ilişkin benzer eğilimler Wang vd. (2014) tarafından ifade edilmiştir.

Pektinlerin karakteristik özelliklerinin oluşmasında GalA başta olmak üzere içerisinde bulunan diğer pektik monosakkaritlerin (Ramnoz, Arabinoz, Ksiloz, Galaktoz) yapıya bağlanım şekilleri ve konsantrasyonları etkili olmaktadır. Elma kaynaklarından elde edilen elma pektinlerinin monosakkarit kompozisyonları inceleyen Liu vd. (2023), Liu

ve ark. (2021), Muhidinov ve ark. (2021), Denman ve Morris (2015) ile benzer oranlarda elma pektini pektik monosakkarit kompozisyona sahip elma pektinleri elde edilmiştir. Çalışmamızdaki elde ettiğimiz tüm elma pektinleri Humerez-Flores ve ark. (2021)' nın çalışmasında bazı elma pektini örneklerinin bazılarına göre HG oranları yüksek bazısına göre yakınlık göstermişlerdir. Çalışmamız kapsamından elde edilen pektin örneklerinin Yılmaz-Turan ve ark. (2023) çalışmasında belirtilen R/GalA oranları ve Gal/R oranların benzer aralıklarda değerler gösterirken (Gal+Ar)/R daha düşük değer sergilemiştir. Yine aynı çalışmada asidik koşulların pH üzerine etkileri vurgulanırken çalışmamızda kullanmış olduğumuz farklı inorganik ve organik asit türevlerinin iyonlaşma kuvvetleri farklı olabileceği için monosakkarit kompozisyonun ve pektin yapı zincirini etkileyebileceği düşünülmektedir. Muñoz-Almagro vd. (2021), Qin ve ark. (2022) ve Dong ve ark. (2021) farklı ekstraksiyon tekniklerinin pektinlerin monosakkarit yapıları üzerine etkilerini vurgulamış ve farklı ekstraksiyon teknikleri uygulamalarına bağlı olarak RG-I, HG, (Gal+Ar)/R ve R/GalA oranlarının monosakkarit kompozisyonunun değişmesine bağlı olarak değişebileceğini belirtmişlerdir. Çalışmamızda farklı organik ve inorganik asit kullanımlarında ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarında elma pektinlerinin monosakkarit bileşimin değiştiği ve buna bağlı olarak pektin zincirlerindeki dizilimlerin değiştiği düşünülmektedir.

Asitlerin, ksiloligomerlerdeki $\beta(1-4)$ glikozidik bağların parçalayarak ksiloz monomerlerinin elde edilmesinde bir katalizör görevi gördüğü yüksek asit ve yüksek sıcaklıkların ksilan hemiselülozun depolimerizasyonuna fayda sağladığı sonucuna varılabilir. Arabinoz ve ksiloz gibi pentozların yüksek sıcaklıklarda (>80 °C) asit koşulları altında daha hızlı hidrolize olduğu bilinmektedir (Hu vd., 2010). Ksiloz, ksiloglukanın bileşeni olmakla birlikte elma pektinlerinin ksiloz içerikleri %2,60-3,47 değişmiştir. Yüksek sıcaklı ve düşük pH ortamlarında elma posasındaki ksilan veya ksiloglukan yapı geçişinin arttığı Fernandes vd. (2019) tarafından bildirilmiştir.

Tablo 3.37 ve Tablo 3.38' de görüldüğü üzere RG-I ile ilişkili şekerler (arabinoz, galaktoz ve ramnoz) bakımından nispeten daha zengin olan elma pektini örneklerinin SİM, LM ve ASM olduğu gözlemlenmiştir. RG-I'in yan zincirlerinde bulunan arabinoz oranı farklı elma pektinlerine göre değişmekle birlikte genel olarak ramnoz, galaktoz ve ksiloz içeriklerine göre nispeten daha yüksek ve baskın karakterde olduğu

gözlemlenmiştir. Ayrıca, GalA'nın ramnoza göre yüksek olması, pektik homogalakturnanın, elma hücre duvarlarındaki ana pektin yapısal elemanı olduğunu göstermiştir. Benzer şekilde görüş Liu ve ark. (2023) tarafından farklı elma türlerinin monosakkarit kompozisyonu incelediği çalışmada raporlanmıştır. İnorganik (Tablo 3.37) ve organik (Tablo 3.38) asit kullanımında mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga uygulamalarıyla elde edilen elma pektinleri incelendiğinde arabinoz miktarlarının klasik yöntem ile elde edilen (FK ve STK) örneklerine nazaran daha yüksek miktarda olduğu gözlemlenmiştir. Fishman ve ark. (2019) bu durumu, arabinogalakattan yan zincir yapısının mikrodalgaya karşı oldukça hassas olmasından dolayı kaynaklandığını bildirmiştir.

Galaktoz ve arabinoz toplamının ramnoza oranının yüksek olması, RG-I'in dallanmış alanlarının daha geniş olduğunu veya serbest arabinogalakattan yapılarının elma posasından ayrılarak elma pektinine geçtiğini göstermektedir. Lin vd. (2015) bunu arabinan ve galaktanların selüloza zayıf ve tersinir şekilde bağlanmasıyla açıklanmıştır.

Yüksek sıcaklık ve asidik koşullarda kararsız davranan galaktan ve arabinanların hidrolizi, pektinin saçaklı bölgelerdeki dallanmaların değişimini tetiklemekte ve RG-I'in ekstraksiyonunu teşvik etmektedir. HG'nin daha kısa sürelerde ekstrakt edilmesi ve RG-I'in daha uzun ekstraksiyon sürelerinde artarak farklı dallanma yapılarına sahip pektinlerin fraksiyonlarının elde edilebileceği Yılmaz-Turan vd. (2023) tarafından ifade edilmiştir. İnfrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında asetik ve laktik asit kullanımıyla kısa sürede etkin bir şekilde farklı pektin fraksiyonlarının elde edilebileceği anlaşılmaktadır.

3.4. Pektin Örneklerinin Yapısal Karakterizasyon Analiz Bulguları

3.4.1. Pektin örneklerinin FTIR analizi bulguları

Polisakkaritlerin fonksiyonel gruplarının araştırılması için hızlı ve uygun bir yöntem olan fourier transform infrared spektroskopisi (Muñoz-Almagro vd., 2021), farklı inorganik asitler kullanımları ve farklı yöntem uygulamaları ile elde edilen elma pektin örneklerinin yapısındaki farklılıkları belirlemek için kullanılmıştır. Pektinin ana bileşenlerinin büyük olasılıkla galaktopiranosil üronik asit ve ramnopiranosil

birimlerinden gelen metilen grupları, karboksilik, karboksilat, esterler, keton ve alkol gruplarından oluştuğu söylenebilir (Aburto vd., 2015).

Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin FTIR analizi grafiği Şekil 3.21' de verilmiştir. Elma pektini spektrumlarında ortak benzer pik yoğunluğu gösteren bölgeler kesikli çizgiler ile gösterilirken farklı noktadaki pikler noktasal olarak işaretlenmiştir.

Genel olarak pektin örneklerinde $3200-3500\text{ cm}^{-1}$ dalga numarası aralığında karakteristik piklerin pektinin içerisinde bulunan nemden dolayı -OH gruplarının gerilmesinden kaynaklanmaktadır. Şekil 3.21 incelendiğinde elde edilen pektin örneklerinde benzer pik oluşumları gözlemlenmiştir. Aynı şekilde, galakturonik asidin -CH₂ ve -CH₃ gruplarının oluşturduğu titreşimlere karşılık gelen 2903 cm^{-1} pik etrafında -CH gerilmelerinde de benzer piklerin oluştuğu görülmektedir. Aburto ve ark. (2015) 2327 ve 2380 cm^{-1} alanını CO₂ kaynaklı çift bağlarla tanımlanmıştır. Bu piklerin dekarboksilasyon reaksiyonları ve karbonil gruplarının kırılması yoluyla oluşabileceğini ifade etmiştir. Buna ek olarak, 2000 ve 2200 cm^{-1} arasındaki piklerin CO'nun varlığına işaret ettiğini, ester bağlarının ve C=O bağlarının kırılmasının muhtemelen CO oluşumuna yol açtığını belirtmişlerdir. Şekil 3.21 incelendiğinde $1900-2380\text{ cm}^{-1}$ bandında görülen yoğun piklerin asidik koşullarda pektinin yapısında bulunan karbon oksijen etkileşimlerinden meydana gelebileceği düşünülmektedir. Aynı zamanda bu etkileşimlerin bulunduğu bölgeler incelendiğinde farklı asit kullanımlarında, mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında tetiklenebileceği görülmektedir. Klasik asit yöntemiyle üretilen elma pektini örneğinde bu bölgelerdeki etkileşim yoğunluğunun daha az olduğu gözlemlenmiştir.

Elde edilen elma pektinlerinin 1717 ve 1735 cm^{-1} deki göstermiş olduğu pikler esterleşmiş karboksil gruplarının C=O bağlarını ve 1600 ve 1650 cm^{-1} deki kalan bölgedeki pikler ise serbest karboksil gruplarına (COOH) atfedilmektedir. 1220 ve 1440 cm^{-1} aralığında ise pektinin yapısında bulunan C-O-C' ye bağlı titreşimler meydana gelerek pik oluşturmaktadır. 1000 ve 1150 cm^{-1} arasında galakturonik asidin C-O-H yan gruplarının ve C-O-C bağlarının gerilme titreşimleri görülmektedir (Liu vd., 2010; Liu vd., 2023).

Pektinlerin esterleşmiş karboksil grupları ve serbest olan karboksil grupları pektinlerin metoksil yapı karakterizasyonunda da kullanılmaktadır (Kacuráková vd., 2000). Aynı zamanda, $1300-700\text{ cm}^{-1}$ arasındaki pikler, glikozidik bağlara, C-O-C titreşimine, C-C ve C-O gerilmesine karşılık gelen pektinin parmak izi bölgesini temsil etmektedir (Yılmaz-Turan vd., 2023). Kalapathy ve Proctor (2001) ise buna ek olarak $1100-1200\text{ cm}^{-1}$ dalga numarasında görülen piklerin pektin molekülünde bulunan R-O-R gruplarından kaynaklanabileceğini ifade etmiştir.

Licona-Aguilar vd. (2022) 1100 ila 1300 cm^{-1} aralığında dalga sayılarında fenolik ve piranoz halkasının tipik C-OH, C-O-R gerilme titreşimleri gözlemlenebileceğini, 500 ile 900 cm^{-1} arasındaki bantta bulunan sinyallerin, 834 cm^{-1} de şiringil ünitelerin düzlem içi aromatik C-H deformasyonuna, 694 cm^{-1} 'de ise aromatik düzlem dışı C-H bükülmesine karşılık geldiğini bildirmişlerdir.

Fizikokimyasal karakterizasyonu bölümünde incelediğimiz pektik monosakkarit yapıların galakturonik asit ile bağlanmaları ile ilgili olarak, arabinoz bağlanmaları içeren bölgenin $1040-1060\text{ cm}^{-1}$ civarında, ksiloz bakımından zengin polimerlerle ilgili olan pikin ise 1041 cm^{-1} dalga boyunda bulunduğu Ferreira ve ark. (2001) belirtilmiştir.

Ksiloz bağlanmalarına ait bölgenin 1035 cm^{-1} aralığında olduğu ve polisakkaritlerin fosforil gruplarının varlığının sırasıyla 1250 ve 915 cm^{-1} civarındaki bölgelere karşılık gelen P=O gerilme ve C-O-P bükülme titreşimleriyle tanımlanabileceği Hong vd. (2021) tarafından açıklanmıştır. Bu kapsamda fosforik asit kullanımında mikrodalga uygulamasıyla elde edilen elma pektinin (FM) FİM ve FK örneklerinden farklı olarak 979 cm^{-1} verdiği pik fosforik asit ile ekstraksiyonda fosforil etkileşimlerinin FİM ve FK örneklerine nazaran daha yüksek olduğunu göstermektedir.

FTIR spektrumları (Şekil 3.21) incelendiğinde diğer örneklerden farklı olarak SİM örneğinde görülen 3520 ve 3535 cm^{-1} görülen piklerin fenollerden kaynaklı olabileceği, aynı zamanda 835 cm^{-1} görülen pikin ise aroma bileşiklerinden kaynaklanabileceği Lingegowda ve ark. (2013) tarafından ifade edilmiştir. Sülfirik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yöntemiyle üretilen elma pektini örneğinin 835 cm^{-1} vermiş olduğu pik bu düşüncüyü destekler nitelikte olmakla birlikte, aromatik hidrokarbon sülfonlanmasının konsantre sülfirik asit ile gerçekleşebileceği Qureshi vd. (2009)' nin çalışmasında belirtilmiştir. Sülfat alt bileşenlerinin konumunun $800\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ 'deki C-O-S titreşiminin dalga sayısı ile ayırt edilebileceği Korva ve ark. (2016) tarafından açıklanmıştır.

Rockwell ve ark., (2014) 1420 cm^{-1} görülen daha yüksek pikin C-O-H bükümünde H bağı nedeniyle oluştuğunu ve bunun üronik asit içeriğiyle alakalı olduğu (Teng vd., 2022), 1030 ve 1053 cm^{-1} görülen pik değişimlerinin ise pektinin içerisinde bulunan diğer şeker halkalarıyla açıklanabileceğini belirtirken, $1045\text{-}1076\text{ cm}^{-1}$ aralığında arabinoz, ksiloz ve galaktoz şekerleriyle ilgili piklerin bulunduğu Santos vd., (2020) tarafından raporlanmıştır. $650\text{-}690$ ve $795\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ arasındaki spektral özelliklerin alifatik veya aromatik sistemlerdeki cis-çift bağlarla ilişkilendirilebileceğini Kokkinaki ve Ordoudi (2023) ifade etmişlerdir. Birçok bileşene ait farklı bağ yapılarının karakterize edildiği Shurvell, (2001) yaptığı çalışmada yukarıda literatürce verilen bilgilere ek olarak $3600\text{-}3800$ aralığında gözlemlenen piklerin alkol veya fenolik yapılara ait serbest OH gruplarından kaynaklı olabileceğini ifade etmiştir.

Fizikokimyasal analiz bölümünde nem, pektik monosakkarit, fenolik ve diğer bileşenlerin yapıları farklı etkilediği ve bu sebeple bazı noktalarda farklı spektrumlar verebileceği kanaatine varılmıştır. Farklı inorganik asit kullanımı ve farklı yöntem uygulamalarında pektinin karakteristik yapısının bozulmadığı tespit edilmiştir.

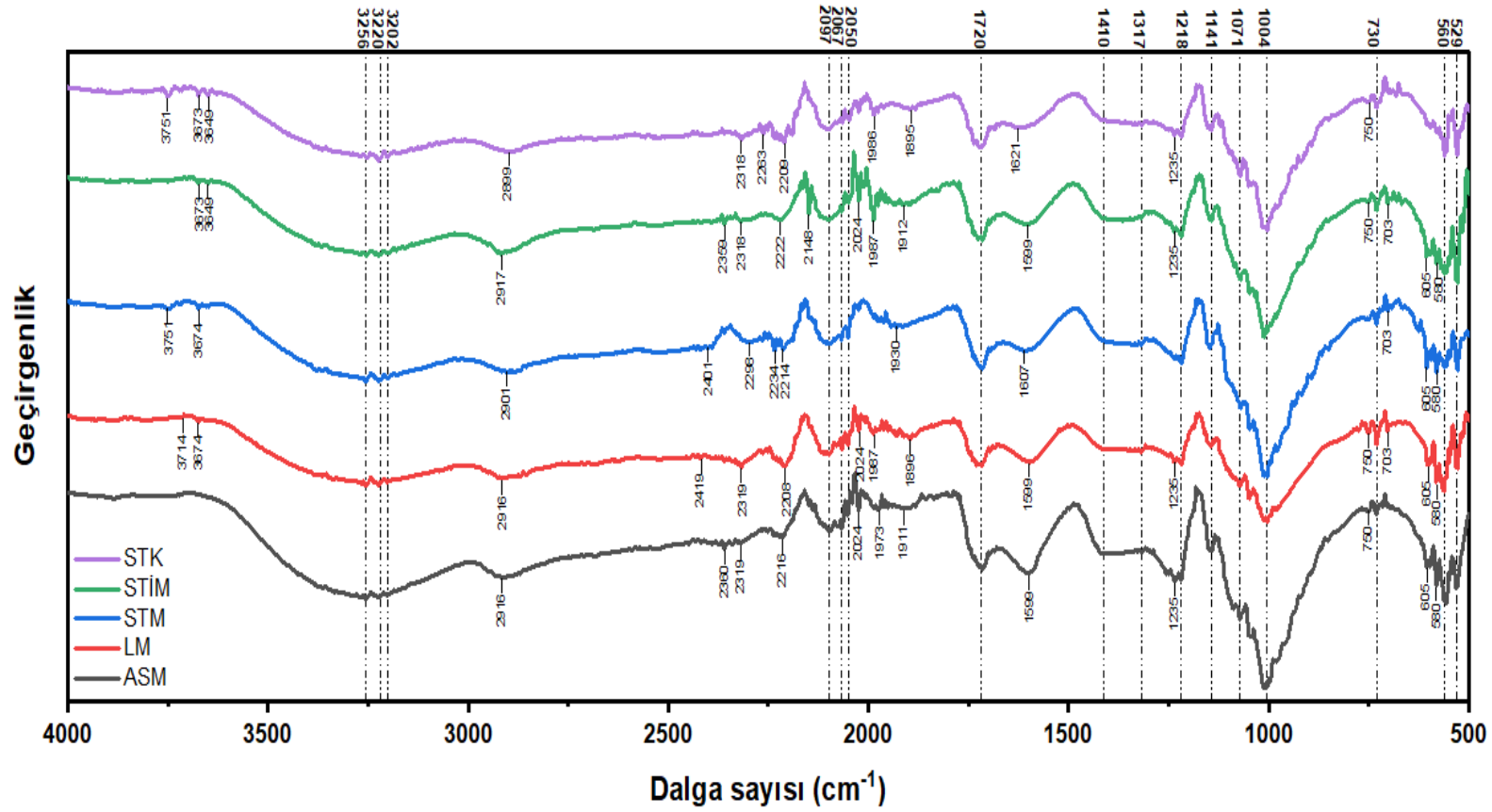
Farklı organik asit kullanımları ve farklı yöntem uygulamaları ile elde edilen elma pektinlerinin FTIR spektrumlarına ait grafik Şekil 3.22' de verilmiştir. Benzer şekilde $3200\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ civarındaki karakteristik pikler, pektin örneklerindeki nem nedeniyle -OH gruplarının gerilmesine oluşabileceği, galakturonik asidin $-\text{CH}_2$ ve $-\text{CH}_3$ gruplarına karşılık gelen 2920 cm^{-1} piki civarında $-\text{CH}$ gerilmesinden dolayı oluşabileceği anlaşılmaktadır. $1896\text{-}2400\text{ cm}^{-1}$ alanındaki piklerin görülen pik yoğunluğunun ise

pektinin yapısında bulunan karbon yapının sulu asidik koşullarda uygulanan yöntemlerle birlikte moleküler etkileşimi sonu yapıda C=O ve C-O bağlarındaki değişimden kaynaklanabileceği belirlenmiştir. Organik asitlerin (Şekil 3.22) inorganik asitlere (Şekil 3.21) kıyasla bu etkileşimin görüldüğü bölgelerde daha aktif rol aldıkları gözlemlenmektedir. Sitrik asit ile oluşturulan koşullarda infrared destekli mikrodalga yöntem uygulamasıyla elde edilen pektinin (STİM) diyagramı incelendiğinde bu bölgelerde daha keskin ve yüksek pik oluşumlarının görülmesi C=O ve C-O bağlarındaki değişimleri daha etkin bir şekilde gerçekleştirebileceğini göstermektedir.

1717 cm^{-1} ve 1735 cm^{-1} 'deki piklerin esterleşmiş karboksil gruplarının -C=O grubuna ve 1620-1640 cm^{-1} 'deki pikler serbest karboksil gruplarıyla oluşmuş olduğu yanı sıra 1220 ve 1410 cm^{-1} arasında -C-O-C-'ye bağlı titreşimler ortaya çıkardığı tespit edilmiştir. 1000 ve 1300 cm^{-1} arasında galakturonik asidin -C-OH yan gruplarının ve -C-O-C- bağlarının gerilme titreşimleriyle birlikte yapılarında bulunan pektik monosakkaritlerden kaynaklı pik yoğunluğu verdiği görülmektedir.

Farklı organik asit kullanımına bağlı olarak elma pektinlerinin pektin karakterizasyonun bozulmadığı, farklı yöntem uygulamalarında ise klasik yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektinin 2900 cm^{-1} bölgesinde görülen C-H etkileşimlerinin ve 1600-1650 cm^{-1} görülen serbest karboksil gruplarındaki titreşimlerin yoğun olması yüksek sıcaklıkta uzun süre ekstraksiyon koşullarına bağlı olarak kayma gösterdiği tahmin edilmektedir.

Elma posasından pektin ekstrakt eden Yılmaz-Turan ve ark. (2023), Naqash ve ark., (2021), Liu vd. (2021) ve Wang vd. (2014)'nin çalışmaları incelendiğinde elma pektinlerine ait spektrumların çalışmamızda elde edilen tüm elma pektini FTIR spektrumlarının benzerlik gösterdiği ve pik yoğunluğunun belirlendiği alanlarda benzer şekilde karakterize edildiği gözlemlenmiştir.

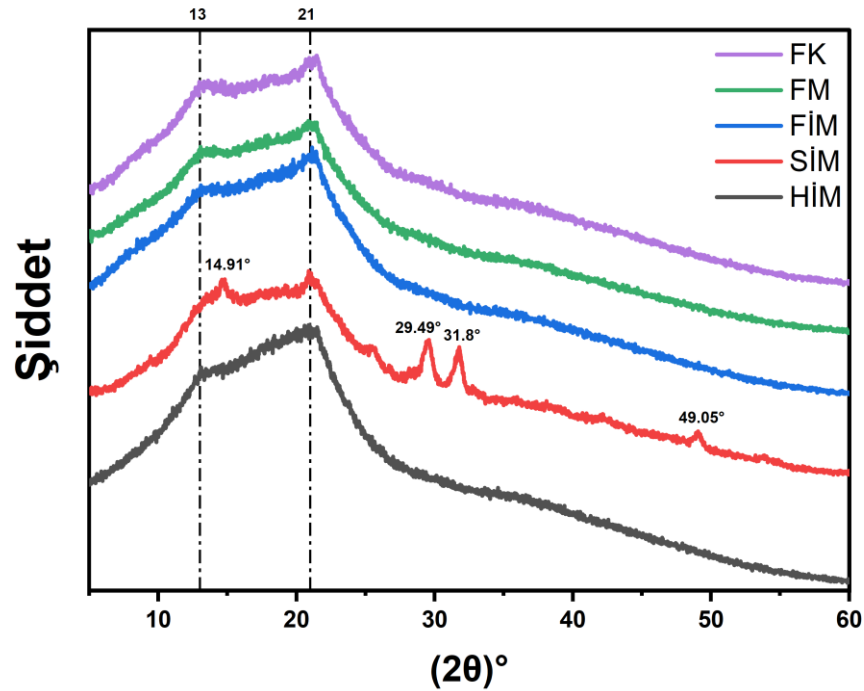


Şekil 3. 22. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin FTIR spektrumları

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

3.4.2. Pektin örneklerinin x-ışını difraktometresi (XRD) bulguları

Farklı inorganik ve organik asit kullanımlarına bağlı olarak ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin X ışını difraktometresi spektrumları Şekil 3.23 ve Şekil 3.24’ te sunulmuştur. Farklı inorganik asit ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla üretilen elma pektini örneklerinin 2 θ açısında göstermiş olduğu pik yoğunlukları incelendiğinde ortak olarak tüm elma pektinlerinin SİM örneği harici 13° ve 21° de pik verdiği gözlemlenmiştir.

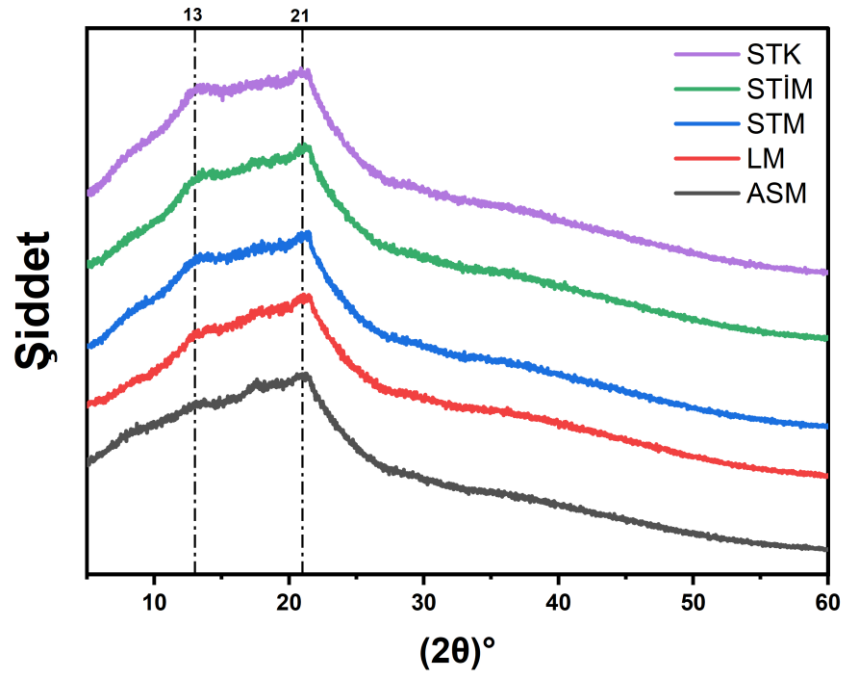


Şekil 3. 23. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin XRD spektrumları

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

SİM örneği incelendiğinde 14,91°, 21°, 20,49°,31,08° ve 49,05° de majör pikler verdiği belirlenmiştir. İnfrared destekli mikrodalga uygulamalarında sülfirik asit kullanımına bağlı olarak pektinin kristal özellik kazandığı vermiş olduğu majör piklerden anlaşılmaktadır. Fosforik asit kullanımına bağlı klasik (FK), mikrodalga (FM) ve infrared destekli mikrodalga (FİM) uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerinin

amorf yapıda olduğu ve uygulanan yöntem türünün pektinin kristal yapısına etki etmediği görülmektedir. İnfrared destekli mikrodalga uygulamalarında fosforik ve hidroklorik asit kullanımı da aynı şekilde pektinin kristal yapısına etki etmeyerek amorf bir görüntü sergilemiştir.



Şekil 3. 24. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin XRD spektrumları

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

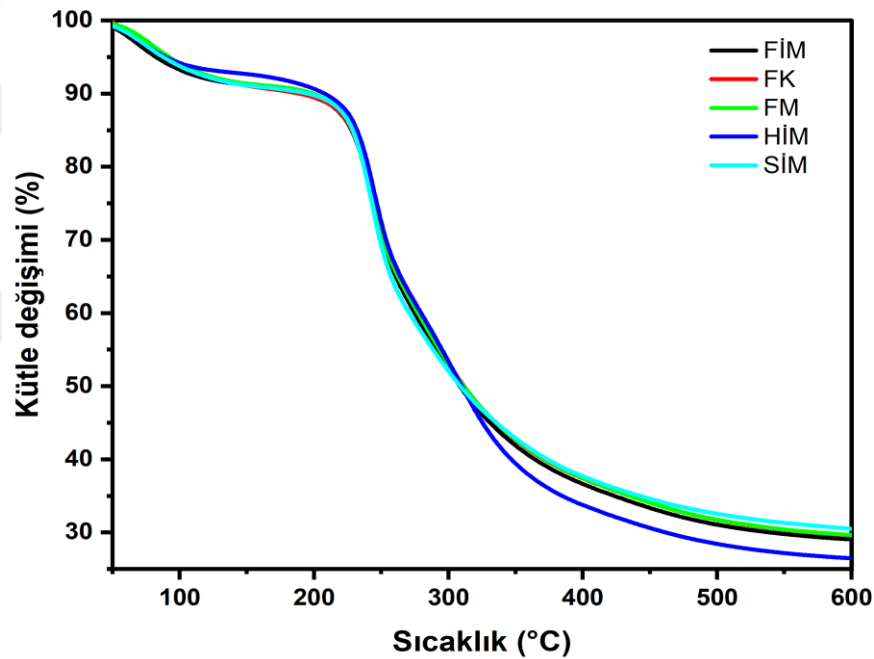
Farklı organik asit kullanımı ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin 2θ açısında göstermiş olduğu pik yoğunlukları incelendiğinde ortak olarak tüm elma pektinlerinin 13° ve 21° de pik verdiği gözlemlenmiştir. Farklı organik asit kullanımlarının ve farklı yöntem uygulamalarının pektinin kristal özelliklerini etkilemediği ve aralarında önemli bir fark oluşmadığı gözlenmiştir. Tüm pektin örneklerinin amorf özellik taşıdığı tespit edilmiştir.

Benzer şekilde elma posasından elma pektini çalışmaları gerçekleştiren Zheng ve ark. (2021), Panwar vd., (2024), Xu vd. (2022) elma pektinlerin amorf özelliklerinin korunduğunu bildirmişlerdir. Zhou ve ark. (2023) ise elde etmiş olduğu elma

pektinlerinin 13° ve 25° aralığında amorf özelliklerini koruduğunu fakat 29,2°, 35°, 39,2°, 43,7°, 47,3° ve 48,3° görülen bazı keskin ve yoğun kristalin piklerin glukoz ve ksiloz gibi bazı çözünür şekerlerin varlığıyla ilişkilendirilebileceğini ifade etmiştir.

3.4.3. Pektin örneklerinin termogravimetrik analiz bulguları

Termogravimetrik analiz (TGA), numunenin inert bir atmosferde ısıtılarak ağırlığının ölçümü ile gerçekleştirilmektedir. Belirli sıcaklık aralıklarındaki ağırlık kaybı, test edilen malzeme için higroskopiklik, bileşim ve termal stabilite konusunda ipuçları vermektedir (Wang vd., 2019).



Şekil 3. 25. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri on yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin TGA grafiği

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Farklı inorganik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerine ait TGA analizi grafikleri Şekil 3.25 ve Şekil 3.26’ da verilmiştir. Şekil 3.25 incelendiğinde örneklerin artan sıcaklığa bağlı olarak yüzde kütle kayıpları orantılı şekilde değişmiş

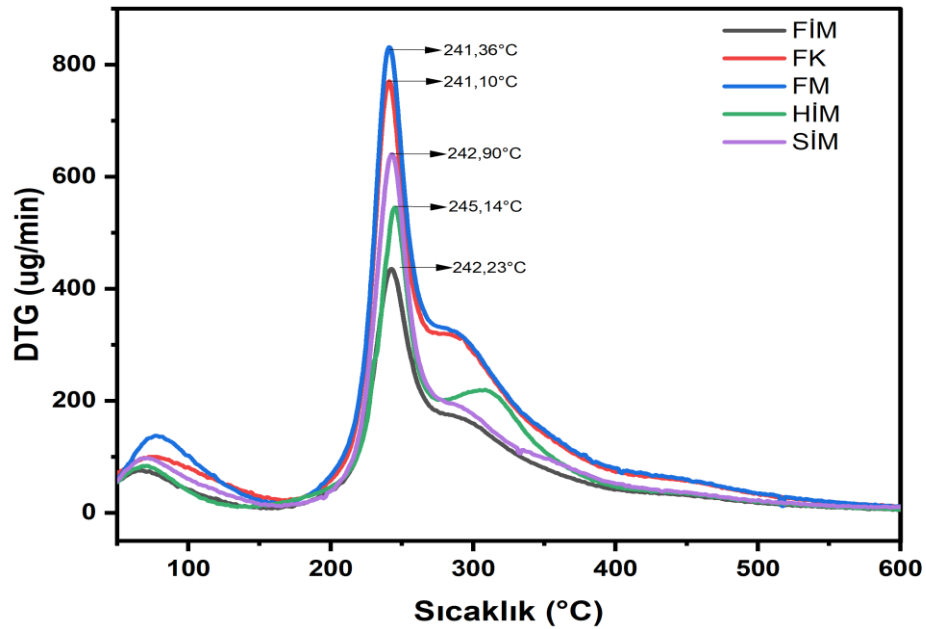
elma pektini örneklerinde %10 kütle kaybının görülmüş olduğu sıcaklıklar HİM (207,69°C), SİM (195,18°C), FİM (193,91°C), FM (198,90°C) ve FK (189,20°C) Tablo 3.37’ de belirtilmiştir. %10 kütle kaybı dikkate alındığında en yüksek sıcaklığın HİM örneğinde en düşük sıcaklığın FK örneğinde olduğu görülmüştür.

Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinde %50 kütle kaybının görülmüş olduğu sıcaklıklar HİM (309,83°C), SİM (308,90°C), FİM (308,42°C), FM (311,45°C) ve FK (311,60°C) Tablo 3.37’de belirtilmiştir. %50 kütle kaybı dikkate alındığında en yüksek sıcaklığın FK örneğinde en düşük sıcaklığın FİM örneğinde olduğu görülmektedir. Son tükeniş sıcaklığında (600°C) ise en yüksek kütle kaybına uğrayan örneğin ise HİM örneğinde olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.25).

Şekil 3.26 da verilmiş olan inorganik asit ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerine ait sıcaklığa bağlı gravimetrik kütle kaybı grafiği (DTG) incelendiğinde en yüksek kütle kaybının görüldüğü sıcaklıklar HİM (245,14°C), SİM (242,90°C), FİM (242,23°C), FM (241,36°C) ve FK (241,10°C) örnekleri için tespit edilmiştir. En yüksek sıcaklığın HİM örneğinde en düşük sıcaklığın FK örneğinde olduğu görülmektedir. Elma pektini örneklerinin 3 ana bölgede yanma eğilimi göstererek degradasyona uğradığı belirlenmiştir. Birinci aşamada (50-170°C) görülen eğri buharlaşmaya dayalı su kaybından kaynaklanmaktadır. İkinci aşamada (170-270°C) ise polisakkaritlerin pirolitik ayrışmasından kaynaklanan önemli kütle kaybının gözlemlendiği bölge olmakla birlikte (Wang vd., 2016), bu bölgede galakturonik asit zincirleri termal bozunmaya uğramaya başlayarak çeşitli gaz ürünleri ve katı bir kömür üretir (Shivamathi vd., 2022). Üçüncü aşama son yanma aşaması olmakla birlikte (270-600°C) bu koşullar altında, polimer omurga zincirlerinin bozunması ve kömürün ayrışması nedeniyle alifatik ve ketonik gruplar tarafından tutulmuş olan poliaromatik yapılar serbest kaldığından artan pirolitik sıcaklıkla birlikte kompakt bir hal alarak pektin örneklerinde yavaş ağırlık kayıpları olduğu belirtilmiştir (Zhou vd., 2011; Talekar vd., 2018).

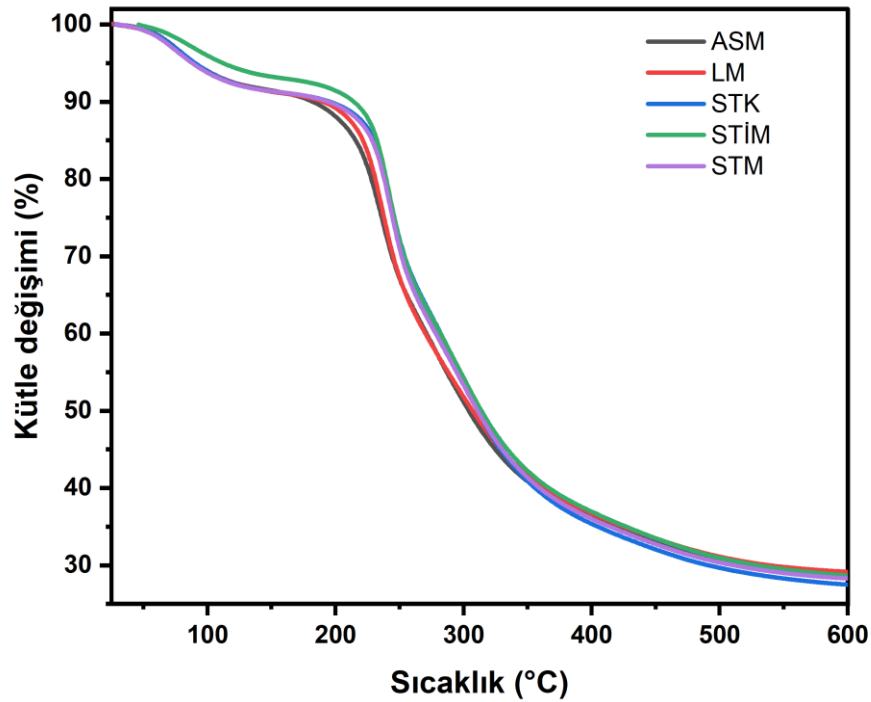
Birinci ve ikinci yanma bölgesinde yanma bölgelerinde inorganik asit ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri elde edilen elma

pektini örneklerinin benzer degradasyon eğrilerine sahip olduğu sadece ikinci yanma bölgesinde hidroklorik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yöntemi (HİM) ile elde edilen elma pektini örneğinin nispeten diğer elma pektini örneklerine nazaran sıcaklığa karşı daha dayanıklı olduğu belirlenmiştir. Üçüncü yanma bölgesinde ise HİM örneğinin daha yüksek sıcaklıkta gözle görülür şekilde bozunmaya başlaması HİM örneğinin termal olarak daha dayanıklı olduğunu anlaşılmaktadır. Bu gözlemlenen termal stabilitenin ise elma pektini örneklerindeki farklar incelendiğinde asit farklılığından kaynaklanabileceği ve hidroklorik asidin yapıya termal satabile kazandırabileceği Amin ve ark. (2022) çalışmasından edinilen bilgiler ile açıklanabilir.



Şekil 3. 26. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin DTG grafiği

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği



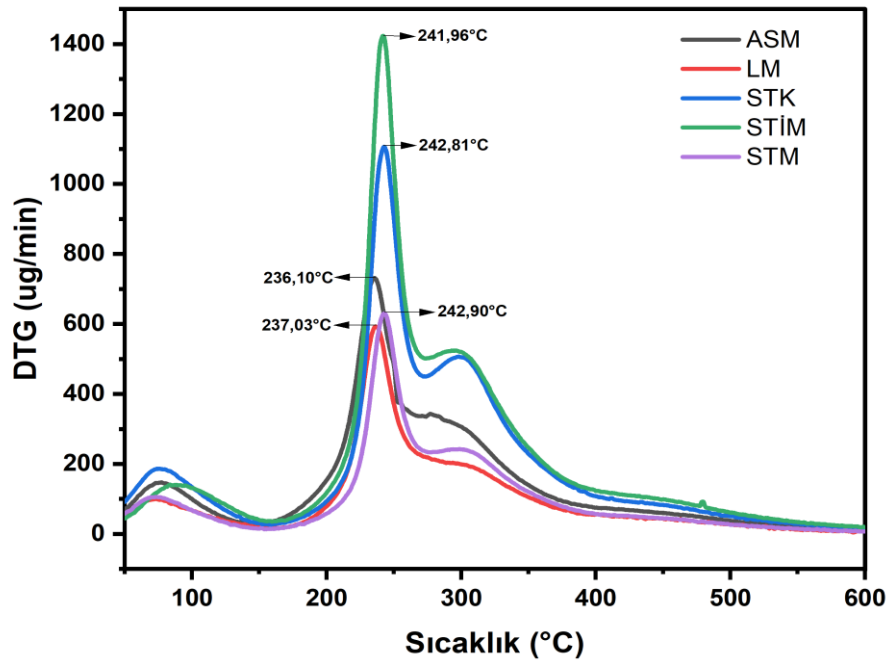
Şekil 3. 27. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin TGA grafiği

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Farklı organik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerine ait TGA analizi grafikleri Şekil 3.27 ve Şekil 3.28’ de verilmiştir. Şekil 3.25 incelendiğinde örneklerin artan sıcaklığa bağlı olarak yüzde kütle kayıpları orantılı şekilde değişmiş elma pektini örneklerinde %10 kütle kaybının görülmüş olduğu sıcaklıklar ASM (182,23°C), LM (190,41°C), STM (194,12°C), STİM (214,40°C) ve STK (195,20°C) Tablo 3.38’de belirtilmiştir. %10 kütle kaybı dikkate alındığında en yüksek sıcaklığın STİM örneğinde en düşük sıcaklığın ASM örneğinde olduğu görülmektedir.

Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinde %50 kütle kaybının görülmüş olduğu sıcaklıklar ASM (304,07°C), LM (306,80°C), STM (310,69°C), STİM (314,06°C) ve STK (311,08°C) Tablo 3.38’de belirtilmiştir. %50 kütle kaybı dikkate alındığında en yüksek sıcaklıkta kütle kaybının STİM örneğinde en düşük sıcaklıkta kütle kaybının ASM örneğinde olduğu görülmektedir. Sitrik asit kullanılmış infrared

destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik yöntemler ile üretilen elma pektini örneklerinin daha yüksek sıcaklıklarda kütle kaybına uğradığı ve infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamasıyla üretilen elma pektininin termal olarak daha dayanıklı olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 3. 28. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin DTG grafiği

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

En yüksek kütle kaybının görüldüğü ikinci yanma bölgesinde, organik asit ve farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin farklı özellikler gösterdiği anlaşılmaktadır. Laktik (237,03°C) ve asetik asit (236,10°C) kullanımına bağlı olarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektini örneklerinin, sitrik asit (242,90°C) kullanımıyla elde edilen elma pektini örneklerine nazaran daha düşük sıcaklıkta yüksek kütle kaybına uğradığı belirlenmiştir (Şekil 3.28). Sitrik asit kullanımına bağlı olarak farklı yöntem uygulamalarının elma pektini örneklerinde görülen en yüksek kütle kaybı sıcaklıklarını önemli şekilde değiştirmedeği gözlenmiştir.

Greyfurt kabuklarından asetik ve sitrik asit kullanımında farklı yöntem uygulamalarıyla pektin ekstraksiyonu çalışması gerçekleştiren Li ve ark. (2024) pektinin termal

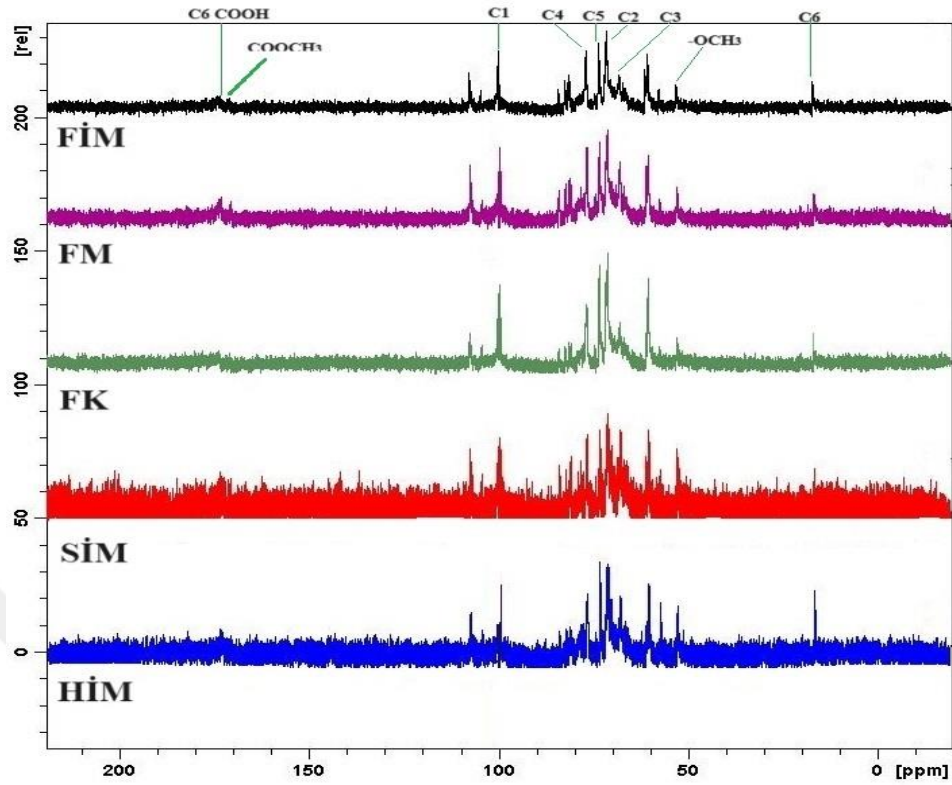
stabilitesinin kullanılan asit türüne göre değişebildiğini benzer şekilde ifade etmiş, farklı olarak asetik asit ile üretilen pektinlerin termal stabilitelerinin sitrik asit ile üretilen pektin örneklerine göre daha yüksek olduğunu raporlamıştır. Aynı zamanda termal stabilitenin uygulama yöntemine bağlı olarak değiştiğini belirtmiş benzer şekilde sitrik asit kullanımında infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen elma pektininin %50 kütle kaybı dikkate alındığında mikrodalga ve klasik yöntemlere göre daha termal olarak stabil olduğu gözlemlenmiştir.

Gan ve ark. (2020) farklı mikrodalga yöntemi uygulamalarıyla greyfurt kabuklarından pektin ekstraksiyonunda elde edilen pektin örneklerinin termal degradasyonu sonucu kalan kütle miktarının farklı mikrodalga yöntemi uygulamalarına bağlı olarak değişmediğini belirtmiş ve çalışmamızda benzer olarak bütün elma pektini örnekleri incelendiğinde yaklaşık %30 kütle miktarının kaldığı görülmüştür.

Zhou ve ark. (2023)'nın farklı elma türlerinden elde ettikleri elma pektinlerine ait, Zhang ve ark. (2021)'nin ürettikleri pektinlere ait TGA ve DTG grafikleri çalışmamız kapsamında elde ettiğimiz elma pektinlerine ait grafikler ile benzerlik göstererek termal degradasyonların yakın sıcaklık değerlerinde üç aşamalı olarak gerçekleştiği rapor edilmiştir. Silva ve ark. (2018)'nin çalışmasında kullandıkları ticari elma pektini ile de TGA grafikleri uyumluluk göstermiştir.

3.4.4. Pektin örneklerinin ^{13}C NMR analizi bulguları

Farklı inorganik asit ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları ile üretilen elma pektinlerine ait ^{13}C -NMR spektrumları Şekil 3.29' da verilmiştir. 180-170 ppm ve 20-10 ppm bandında görülen piklerin pektinin C6 atomuyla ilişkili olduğu, 110-90 ppm bandında görülen piklerin C1 atomuyla ilişkili olduğu, 80-65 ppm bandında işaretlenmiş piklerin ise sırasıyla galakturonik asidin C4, C5, C2 ve C3 atomuyla ilişkili olduğu belirlenmiştir (Taboada vd., 2010; Fracasso vd., 2018; Reichembach ve Petkowicz, 2020). Belirlenen spektrumdan anlaşılabileceği üzere elma pektini örneklerinde HG' nin baskın yapı olduğu gözlemlenmiştir. Piklerin ardışık dizilimleri dikkate alındığında β -galaktopiranosil kalıntıları içeren yan zincirlere bağlı bir ramnogalakturonanın varlığı olduğu görülmektedir (Mukhiddinov vd., 2000).



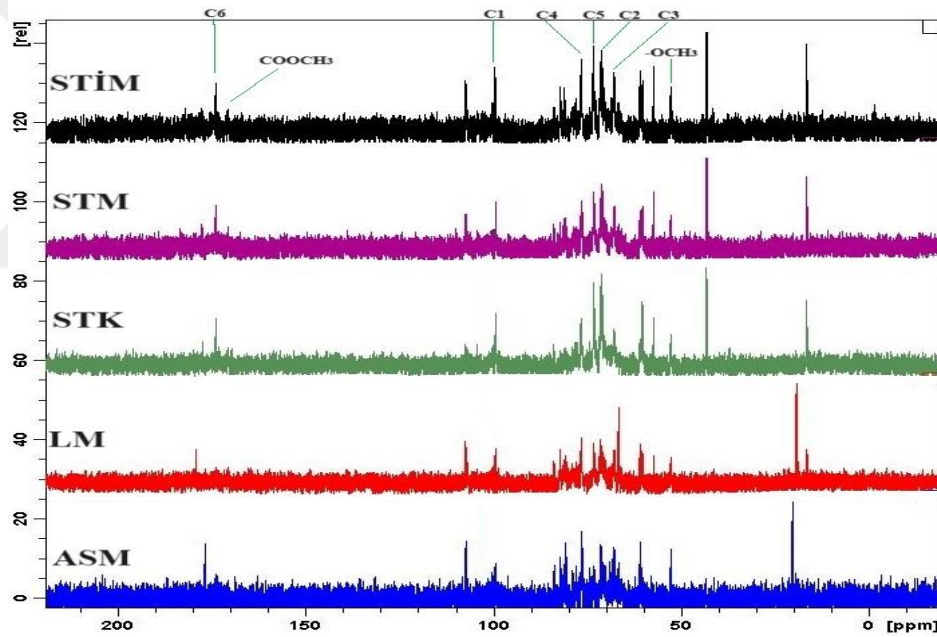
Şekil 3. 29. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri sonucu elde edilen elma pektin örneklerinin ^{13}C NMR spektrumları

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

^{13}C NMR spektrumları incelendiğinde sırasıyla esterleşmiş ve esterleşmemiş formlara karşılık gelen 178,5 ve 170,6 ppm'de C-6 galakturonik asit kalıntılarının karakteristik sinyallerini göstermektedir. α -D-galakturonik asidin anomerik bölgesine karşılık gelen (C1, 90-110 ppm), 101,2 ppm ve 99,86 ppm görülen sinyaller galakturonik asidin sırasıyla esterleşmiş ve esterleşmemiş birimlerdeki C-1 karbonuna denk geldiği anlaşılmaktadır (Marcon vd., 2005; Ribeiro vd., 2021). 104,09 ppm'deki sinyal α -l-ramnoz birimlerinin C-1'ine bağlanmasını göstermektedir (Ribeiro vd., 2021). 50-55 ppm'deki rezonans $-\text{OCH}_3$ grubuna atfedilmiştir ve bu homogalakturonan yapılı pektinlerin metil esterleşmiş olduğunu göstermektedir (Yu vd., 2022). Galakturonik asit kalıntısında esterleşmiş karboksil gruplarının varlığı, metoksil gruplarına bağlı 50-62 ppm'deki sinyal ile doğrulanmıştır. 61,58 ppm sinyali piranosidik halkanın C-6 O-metil ester grubuyla (O-Me) ilişkilendirilmiştir. 15-20 ppm'de görülen sinyalin bazı

örneklerde çok zayıf olması bu HG pektinlerin çok az miktarda asetil grubu içerdiğini göstermiştir (Yu vd., 2022).

Farklı inorganik asit ve farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin ^{13}C NMR spektrumları incelendiğinde (Şekil 3.29) elma pektinlerinin değişen asit ve farklı yöntem uygulamalarına göre karakteristiğinin önemli düzeyde değişmediği pik yoğunluklarının ve dizimlerinin birbirine benzer şekilde oluşmasından anlaşılabilmektedir. HİM ve FK örneklerinin 50-62 ppm aralığında vermiş olduğu pikler incelendiğinde FK'nın diğer örneklere göre düşük HİM örneğinin ise yüksek pik vermesi, pektin yapısında bulunan piranosidik halkanın C-6 O-metil ester grubuyla esterleşmesinin daha az olduğunu göstermektedir.



Şekil 3. 30. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları sonucu elde edilen elma pektin örneklerinin ^{13}C NMR spektrumları

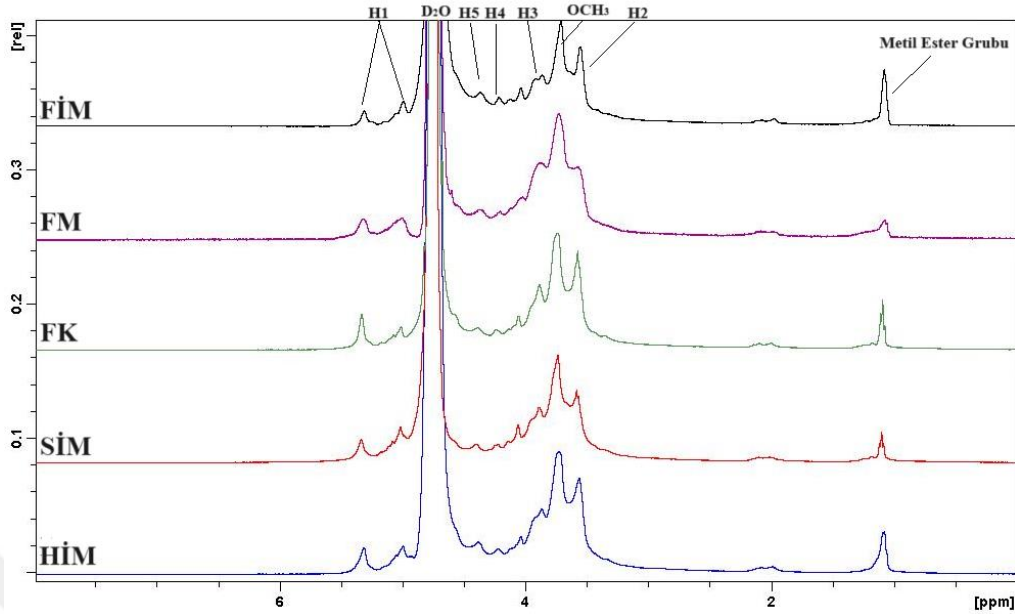
*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamaları ile üretilen elma pektini örneklerinin ^{13}C NMR spektrumları incelendiğinde laktik asit (LM) ve asetik asit (ASM) kullanımında mikrodalga yöntemi ile elde edilen elma pektini örneklerinin sırasıyla 179,37 ppm ve 176,92 ppm de yüksek pik vermesi diğer örneklere nazaran C-6 d-

galakturonik asit yapısının daha esterleşmiş yapı kazandığını, 174 ve 170 ppm civarında sinyal veren sitrik kullanımında klasik (STK), mikrodalga (STM) ve infrared destekli mikrodalga (STİM) yöntemleri ile elde edilen pektin örneklerinin daha az esterleşmiş galakturonik yapıya sahip olduğunu göstermektedir. 104-105 ppm görülen sinyaller incelendiğinde STK örneğinin diğer elma pektini örneklerine nazaran C-1 α -l-ramnoz bağlarının daha az olduğu görülmektedir. 80-90 ppm arasında görülen sinyallerin C-4 karbonuna karbonhidratların tg ve gt konformasyonları bağlamında olduğu Yang ve ark. (2018) tarafından açıklanırken STK örneği incelendiğinde C-4 bölgesinde bu konformasyonlarda monosakkarit bağlanmalarının görülmediği anlaşılmaktadır. 80-65ppm bandında işaretlenmiş piklerin ise sırasıyla galakturonik asidin C4, C5, C2 ve C3 atomuyla ilişkili olduğu belirlenmiştir. Galakturonik asit kalıntısında esterleşmiş karboksil gruplarının varlığı, metoksil gruplarına bağlı 50-62 ppm'deki sinyal ile doğrulanmıştır örnekler bu aralıkta benzer sinyaller vermişlerdir. 40-50 ppm arasındaki elma pektinlerinin vermiş olduğu sinyaller incelendiğinde STM, STİM ve STK örneklerinin burada yüksek pik vermiş olduğu, ASM ve LM örneklerinde ise bu pik oluşumunun gözlemlenmediği dikkate alınırsa burada oluşan pikin pektinin karbon yapısına sitrik asidin önemli derecede etki ettiği sonucuna varabiliriz. Bu görüşü destekler nitelikte elma posasından sitrik asit kullanımıyla elma pektini üretimi gerçekleştiren Kumar ve Chauhan (2010) çalışmasında belirtilen ^{13}C NMR spektrumları incelendiğinde aynı bölgede pik oluşumu gözlemlenmiştir. 15-20 ppm'de görülen sinyalin LM ve ASM örneğinde diğer örneklerle nazaran kıyaslandığında çift bölgede pik oluşumu göstermesi HG pektinlerin diğerlerine oranla daha fazla metil ve asetil grubu içerdiğini, ramnopiranoz C-6 bağlarının oluştuğunu göstermektedir. ^{13}C spektrumlarında pik oluşumlarından anlaşılabileceği üzere elma pektini örneklerinde HG'nin baskın yapı olduğunu gözlemlenmiştir. Piklerin ardışık dizilimleri dikkate alındığında β -galaktopiranosil kalıntıları içeren yan zincirlere bağlı bir ramnogalakturonanın var olduğu görülmektedir.

3.4.5. Pektin örneklerinin ^1H NMR analizi bulguları

Farklı inorganik asit kullanımları ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları sonucu üretilmiş olan elma pektini örneklerine ait ^1H NMR spektrumları Şekil 3.31' de sunulmuştur.



Şekil 3. 31. Farklı inorganik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları sonucu elde edilen elma pektin örneklerinin ^1H NMR spektrumları

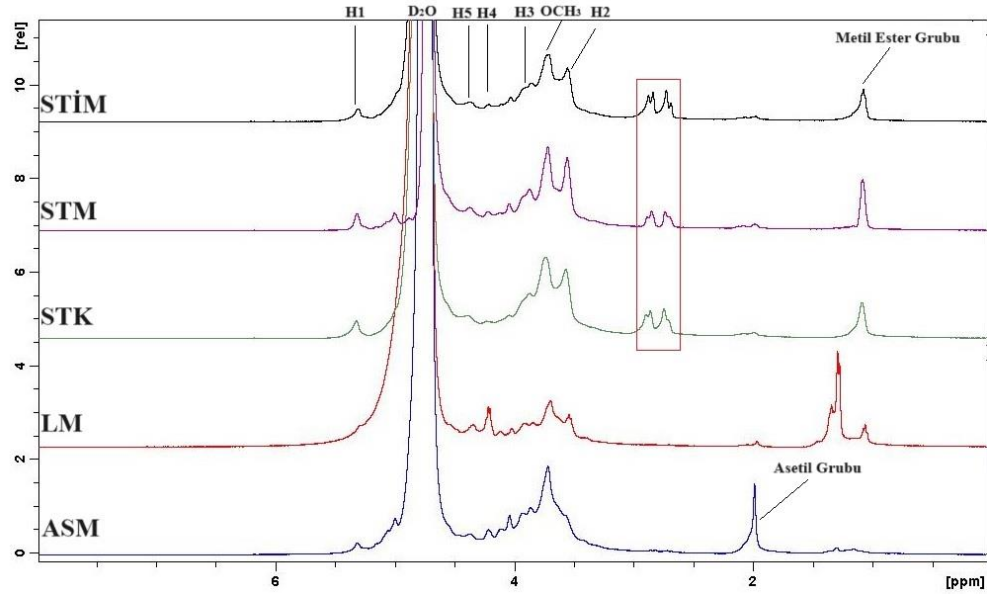
*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Elma pektinlerinin galakturonik asit biriminin hidrojenleri 5,35-5,00 ppm (H-1), 3,52 ppm (H-2), 3,85 ppm (H-3), 4,30 ppm (H-4), 4,45 ppm (H-5) olarak belirlenmiştir. 4,70 civarında çıkan yüksek pik ise çözücü olarak kullanılan D_2O ' dan kaynaklanmaktadır.

1,14-1,20 ppm arasında görülen bölge sırasıyla O-2 ve O-2,4 bağlı l-ramnozün metoksil gruplarını temsil etmekle birlikte 5,00 ppm civarındaki yüksek proton sinyalleri esterleşmemiş galakturonik asit kalıntılarına ait anomerik H-1 (5,35-5,00 ppm) yapılarını göstermektedir (Sharma vd., 2015; Wang vd., 2016). 5,00 ppm civarındaki H-1 sinyali, elma pektinlerinin izopropil hidrojeninin değişmediğini göstermiştir (Zhang vd., 2015). (H-1) 5,00 ppm ve (metil ester grubu) 1,20 ppm deki sinyaller sırasıyla galaktopiranozil ve ramnopiranozil oluşumunu belirtmektedir (Marcon vd., 2005).

Farklı inorganik asit ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları sonucu elde edilen elma pektini örneklerinin ^1H NMR spektrumları incelendiğinde pik dizilimlerinin değişmediği göz önüne alırsa farklı inorganik asit kullanımlarında ve farklı yöntem uygulamalarında elma pektinin yapı taşı olan galakturonik asit zinciri bağlarının önemli derecede değişmedi belirlenmiştir. Elma

pektinlerinin esterleşmemiş galakturonik asit kalıntılarına sahip olduğu, galaktopiranozil ve ramnopiranozil bağlanmaların görüldüğü, galakturonik asit zincirlerinin O-2 L-ramnoz metoksil gruplarıyla bağ yaptığı belirlenmiştir.



Şekil 3. 32. Farklı organik asitler ile infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamaları sonucu elde edilen elma pektin örneklerinin ^1H NMR spektrumları

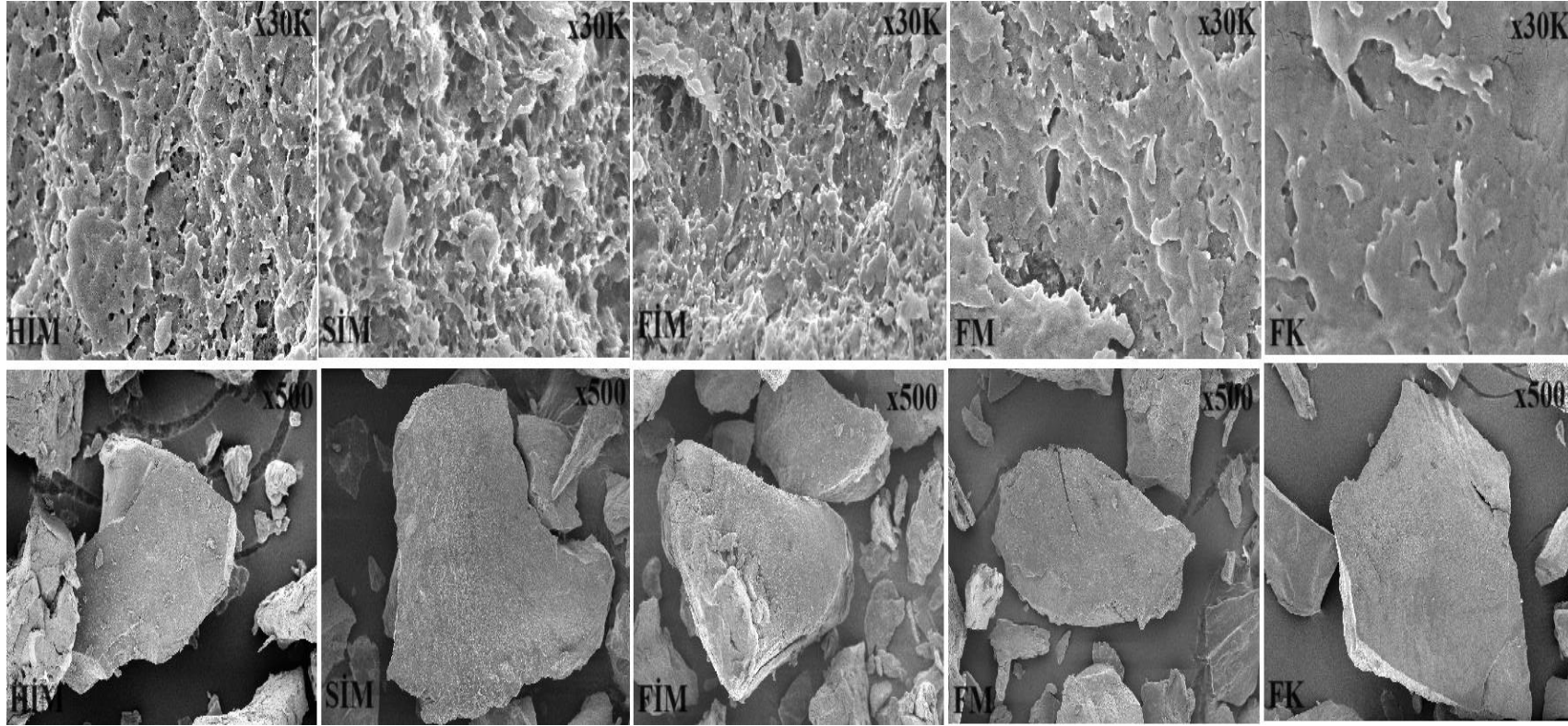
*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin kullanılan asit türüne bağlı olarak elma pektini yapılarının ^1H NMR spektrumlarının (Şekil 3.32) farklılık gösterdiği görülmektedir. LM ve ASM örneklerinin 5,00 ppm civarında gösterdikleri sinyaller STM, STK ve STİM örneklerine nazaran daha düşük olması galakturonik asit zincirlerinde esterleşmesinin diğer örneklere göre daha fazla olduğunu göstermektedir. Ayrıca LM örneğinde 4,32 ppm’ de görülen pik galakturonik asit zincirinin H-4 bağının kuvvetli olduğuna işaret etmektedir. Uygulanan laktik asetik asidin pektin yapısında H-2, $-\text{OCH}_3$ ve H-3 bölgelerinde etkili olduğu ve bu bölgelerde galakturonik asit zincirinin etkilendiği ve pik kaymalarının görüldüğü gözlemlenmiştir. STK, STM ve STİM örneklerinin ise hidrojen bağ konfigürasyonu kullanılan yöntemle bağlı olarak değişmemiştir. 3,00 ppm bandında görülen sitrik asit kullanımına bağlı olarak oluşabileceği, pektin yapısında görülen sinyallerin galakturonik asit yapısında karboksil yapısına bağlanan metoksil gruplarıyla

alakalı olduğu Wang ve ark. (2016) belirtilerek Zhang ve ark. (2021) bu oluşumu $-CH_2$ gruplarının gözlemlenmesiyle ifade etmiştir. LM örneğinin 1,14-1,20 ppm arısında görülen bölgede ayrı ayrı sinyal oluşturması galakturonik asit zincirinde O-2 ve O-2,4 bağlı l-ramnozun metoksil gruplarının oluştuğunu O-2,4 bağlı l-ramnoz yapılarının fazla olduğunu göstermekte olup, STK, STM ve STİM örneklerinde galakturonik asit zincirlerinin O-2 bağlı l-ramnoz yapılarınca daha zengin olduğu belirlenmiştir. ASM örneği incelendiğinde 2,00 ppm civarında görülen sinyalin ise (2,04 ve 1,93 ppm) 2-O- ve 3-O-GalA'ya bağlanan asetil gruplarından kaynaklı olduğu Tamakive ark. (2008) tarafından vurgulanmış ve Zhang vd. (2021) tarafından $-CH_3$ bağ oluşumunun gözlemlendiği desteklenmiştir. Asetik asit kullanımına bağlı olarak pektin yapısındaki asetilasyon derecesinin diğer pektin örneklerine göre daha yüksek olduğu çıkarımına varabiliriz. Benzer ^1H NMR spektrumları elma posasından pektin ekstraksiyonu gerçekleştiren Zhang ve ark. (2013) arkadaşlarının çalışmasında da gözlemlenmiştir.

3.4.6. Pektin örneklerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi bulguları

Farklı inorganik asit ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerinin morfolojik yapısı incelendiğinde (Şekil 3.33) farklı asit kullanımlarının ve farklı yöntem uygulamalarının pektinin morfolojik yapısını değiştirdiği görülmektedir. İnfrared destekli mikrodalga uygulamalarıyla elde edilen pektinlerin (HİM, SİM, FİM) yapılarının x30K yaklaştırılmış olan görüntüleri incelendiğinde gözenekli yapının oluştuğu, farklı asit kullanımlarına bağlı olarak gözenekli yapının değiştiği belirlenmiştir. HİM örneğinin gözenek yapısı SİM ve FİM örneklerine nazaran daha düzenli olmakla birlikte, SİM örneğinin yapısının daha keskin hatlarla kristal yapıyı andırır şekilde gözenek oluşturması XRD spektrumlarında gözlemlenen SİM örneğinin farklı noktalarda kristal özellik göstermesinden kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. FİM, FM ve FK örnekleri incelendiğinde FİM örneğinin diğer örneklere göre daha gözenekli, düzensiz yapı gösterdiği, FK örneğinin ise diğer iki elma pektinine göre morfolojik yapısının daha düzenli olduğu görülmektedir.



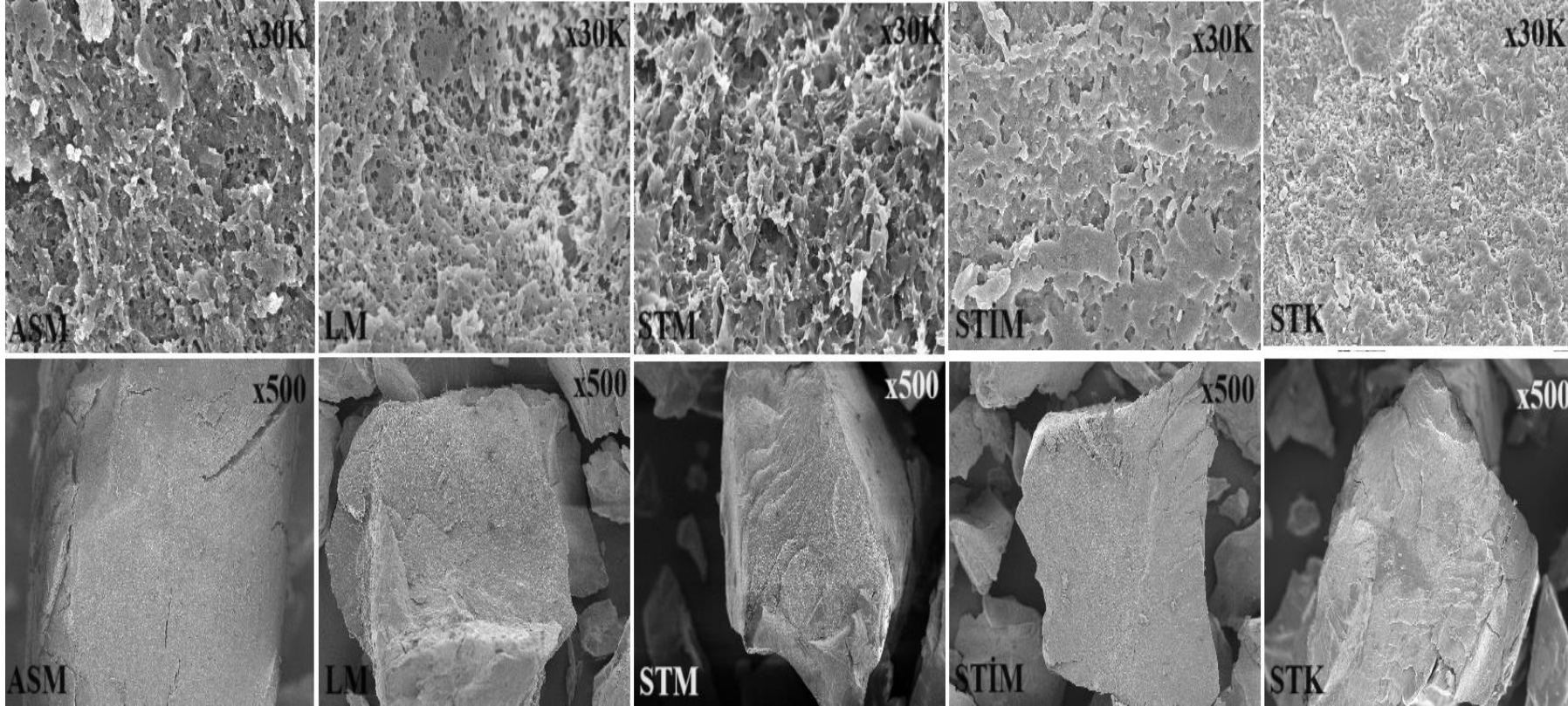
Şekil 3. 33. Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin x500 ve x30K yakınlaştırılmış SEM görüntüleri

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Uygulanan mikrodalga gücünün ve eş zamanlı infrared enerjisinin pektinde gözenekli ve düzensiz bir yapının oluşmasında önemli olduğu tespit edilmiştir. Bhat ve ark. (2024) özellikle, ticari pektinlerin tipik olarak mineral asitler kullanılarak elde edildiğini ve bunun da pektin yapısının bozulmasına ve parçalanmasına yol açabildiğini ifade etmiştir. Aynı zamanda elma posası pektininin genellikle parçalanmış bir morfoloji sergilediği Dranca vd. (2020) çalışmasındaki morfolojik yapıların benzer olduğunu ifade ederek çalışmamızda edindiğimiz benzer morfolojik yapıların oluştuğunu belirtmiştir.

Bu farklılığın muhtemel nedeninin ekstraksiyon yöntemi, sıcaklık ve zaman ile galakturonik asit zincirinin farklılığından kaynaklandığını vurgulamıştır. Yapılan fizikokimyasal analizler ve yapısal karakterizasyon analizlerinde örneklerin belirli noktalarda birbirlerinden farklılık göstermesinden dolayı morfolojilerinin de değişebileceği ön görülmektedir. Farklı mikroyapıların oluşumunda farklı yöntem uygulamalarının önemli olduğu (Liew vd., 2016; Naqash vd., 2021), aynı zamanda farklı yöntem uygulamalarının bitkisel dokuyu parçalamada ve pektin molekülleri arasındaki çapraz bağları bozmada önemli bir rol oynadığı Sun vd. (2023) tarafından raporlanmıştır. Mikrodalga işleminin pektinin gözenekli yapısının oluşumunda önemli rol aldığını Lal vd. (2021) ve su tutma kapasitesini artırdığını Yu ve ark. (2021) ile Rodsamran ve Sothornvit (2019) yapmış oldukları çalışmalarda vurgulamışlardır. Morfolojinin, sıcaklıktaki hızlı artıştan ve bu ekstraksiyon yöntemiyle ilişkili yüksek iç basınçtan etkilendiği ifade edilmiştir (Kazemi vd., 2019; Karbuz ve Tugrul, 2021; Benmebarek vd., 2024).

Benzer şekilde infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarının pektinin gözenekli yapısının oluşmasında önemli olduğu klasik yöntem uygulamalarına göre daha gözenekli yapının oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, benzer şekilde klasik yöntem ile üretilen elma pektininin su tutma kapasitesinin diğer iki yöntemle üretilen elma pektinlerinden daha düşük olduğu belirlenmiştir. Arora ve ark., (2024) mikrodalga uygulamalarının pektinin yüzeyinde pürüzsüz oluşumunda etkili olduğunu savunmuş, Şekil 3.33 incelendiğinde HİM ve FK örneklerinin x500 kat yakınlaştırılmış pektin morfolojileri incelendiğinde derin çatlak oluşumlarının gözlemlenmesi pektinin morfolojisinin bozulduğunu göstermektedir.



Şekil 3. 34. Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin x500 ve x30K yakınlaştırmış SEM görüntüleri

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

HİM ve FK örneklerinin diğer inorganik asit ve farklı yöntemler ile elde edilen pektinlerden daha düşük su tutma kapasitesine sahip olması bu bozunmanın pektinin su tutma kapasiteleriyle ilişkilendirilebileceği açıktır. Mikrodalga yönteminin bitki materyali üzerinde gösterdiği güçlü ve yıkıcı etkinin, pektinin salınımını kolaylaştırmaya yardımcı olmakla kalmayıp aynı zamanda yapısal yüzeyi üzerinde de etkileri olduğu ve ekstrakte edilen pektinde görülen gevşek yapının bu sebeple oluştuğu Tran ve ark. (2023) tarafından ifade edilmiştir.

Farklı organik asit ve farklı yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örneklerinin x500 ve x30K yakınlaştırılmış morfolojik yapıları görselleri Şekil 3.34' te verilmiştir.

Mikrodalga uygulamalarında sitrik, laktik ve asetik asitler ile elde edilen elma pektinlerinin x30K yaklaştırılmış görüntüleri incelendiğinde elde edilen elma pektinlerinin farklı morfolojik yapıları sahip olduğu görülmektedir. Sitrik asit kullanımına bağlı olarak daha keskin, pürüzlü, düzensiz ve parçalanmış bir yapının oluştuğu gözlemlenirken, asetik asit kullanımına bağlı olarak yapının sitrik asit kadar etkilenmiş olmamasına rağmen pürüzlü ve düzensiz bir yapının oluştuğu görülmüştür. Bunun sebebinin ise NMR spektrumlarında görülen asetillenme ve karboksil yapılarla oluşan esterleşmeden kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. LM (laktik) örneği incelendiğinde ise daha düzenli, homojen gözeneklere sahip süngerimsi bir yapının oluştuğu, mikrodalga uygulamasında laktik asidin kullanımıyla hücre içi geçirgenliğin pektinin yapısını bozmadan gerçekleştiği kanısına varabiliriz. Ayrıca bu örnekler arasında x500 kat yaklaştırılmış morfolojik yapıları incelendiğinde ASM (asetik) ve STM (sitrik) örneklerinin yüzeylerinde küçük çatlakların oluşumu gözlenirken LM örneğinin ise daha pürüzsüz bir yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Sitrik asit kullanımında mikrodalga (STM), infrared destekli mikrodalga (STİM) ve klasik (STK) yöntem uygulamalarıyla elde edilen pektin örneklerinin x30K yaklaştırılmış morfolojik yapıları incelendiğinde STM örneğinin diğer iki elma pektini örneğine nazaran daha gözenekli yapıya sahip olduğu gözlemlenmekle birlikte STK örneğinde gözenekli yapının çok daha az görüldüğü belirlenmiştir. STİM, STM ve STK örneklerinin x500 kat yaklaştırılmış morfolojik yapıları incelendiğinde STK örneğinde daha keskin ve belirgin düzeyde pektin yüzeyinde çatlakların oluştuğu

görülmektedir. STK' da oluşan bu çatlak görünümün ise asidik koşullarda uzun süreli sıcaklık uygulamasıyla oluşabileceği düşünülmektedir. Farklı organik ve inorganik asit kullanımlarının mikrodalga yöntemi uygulamalarında pektinin morfolojik yapısını önemli derecede değiştirdiği Mahmoud vd. (2022) ve Rodsamran ve Sothornvit (2019) tarafından vurgulanırken, Wathoni vd. (2019) çalışmasındaki pektin morfolojileri incelendiğinde farklı yöntem uygulamalarının pektinin yüzeyinde çatlaklar meydana getirebileceği anlaşılmaktadır.

Genel bir değerlendirme olarak inorganik asit kullanımlarında infrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarının, organik asit kullanımlarında ise mikrodalga yöntemi uygulamalarının elma pektinin morfolojik gözenekli yapısını daha iyi düzeyde geliştirdiği belirlenmiştir. Klasik üretim metodunun ise inorganik ve organik asit kullanımlarında pektinin yapısını bozarak yüzeyde çatlaklar meydana getirdiği de gözlemlenmiştir.

3.5. Pektin Örneklerinin Reolojik Analiz Bulguları

Farklı inorganik asitler ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektin örneklerinin %2'lik (m/v) solüsyonlarının yatışkın ve dinamik faz reolojik ölçüm değerleri Tablo 3.39' da belirtilmiştir.

Tablo 3.39 ve Tablo 3.40' da verilen n değeri sıvıların akış davranış indeksi olarak tanımlanmakla birlikte, $n=1$ su gibi Newton tipi bir akışkana karşılık gelirken, 1'den büyük veya küçük n değerleri Newton olmayan bir akışkana karşılık gelmektedir. Spesifik olarak, $n<1$ kayma incilmesi davranışı sergileyen psödoplastik bir akışkanın karakteristiğidir ve $n>1$ kayma kalınlaşması sergileyen dilitant bir akışkanın karakteristiğidir. K değeri akışkanın viskozitesini yansıtan (Kang ve Chang, 2024) kıvam katsayısı, η_{50} ise görünür viskozite (Galindo-Rosales vd., 2011) olarak tanımlanmaktadır. Tespit katsayısının yüksek değerleri ($R^2=1,00$), tüm elma pektini çözeltilerinin (%2) akış reolojik özelliklerinin Ostwald de Waele modeli ile iyi bir şekilde tanımlanabileceğini göstermiştir. Pektin çözeltilerinin viskoelastik özellikleri depolama modül ve kayıp modül ile belirlenmektedir. Depolama modül (G'), salınımlı bir gerilme ile gerilmenin faz içi bileşeni, kayıp modül (G'') ise viskoz akış yoluyla kaybedilen enerjinin bir ölçüsü olan gerilmenin faz dışı (viskoz) bileşenidir

(Padmanabhan vd., 2003). $G' < G''$ olması durumunda zayıf jel oluşumuna bağlı olarak viskoz bir yapının oluştuğunu gösterirken, $G' > G''$ olması durumunda kuvvetli jel oluşumuna bağlı olarak viskoelastik bir yapının oluştuğunu göstermektedir.

Farklı inorganik asit kullanımı ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla elde edilen elma pektinlerinin kullanılan asit türüne ve uygulanan farklı yöntemlerin etkisiyle reolojik özellikleri değiştiği tespit edilmiştir. Tablo 3.39'da görüldüğü üzere tüm elma pektini örneklerinin n değerlerinin $0 < n < 1$ aralığında olduğu yani psödoplastik akış gösterdiği gözlenmiştir. Aynı zamanda Şekil 3.35 incelendiğinde elma pektini solüsyonlarının kayma hızının artmasına bağlı olarak görünür viskozitesinde azalma meydana gelmiştir.

Tablo 3. 39. Farklı inorganik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin yatışkın ve dinamik faz reolojik ölçüm değerleri

Örnek	G' (Pa)	G'' (Pa)	η_{50} (mPa.s)	K (mPa.s ⁿ)	n	R^2
HİM	0,01±0,00 ^d	0,38±0,03 ^c	41,23±0,97 ^c	56,23±2,41 ^d	0,92±0,01 ^a	1,00±0,00 ^a
SİM	0,06±0,01 ^b	0,52±0,03 ^b	60,63±1,52 ^b	95,32±2,85 ^b	0,89±0,01 ^b	1,00±0,00 ^a
FİM	0,08±0,00 ^a	0,42±0,02 ^c	67,19±5,47 ^a	121,13±10,49 ^a	0,84±0,01 ^c	1,00±0,00 ^b
FM	0,10±0,01 ^a	0,64±0,03 ^a	65,30±2,48 ^a	118,74±6,83 ^a	0,85±0,02 ^c	1,00±0,00 ^{a,b}
FK	0,03±0,00 ^c	0,61±0,04 ^a	43,60±2,14 ^c	69,47±3,93 ^c	0,88±0,01 ^b	1,00±0,00 ^a

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

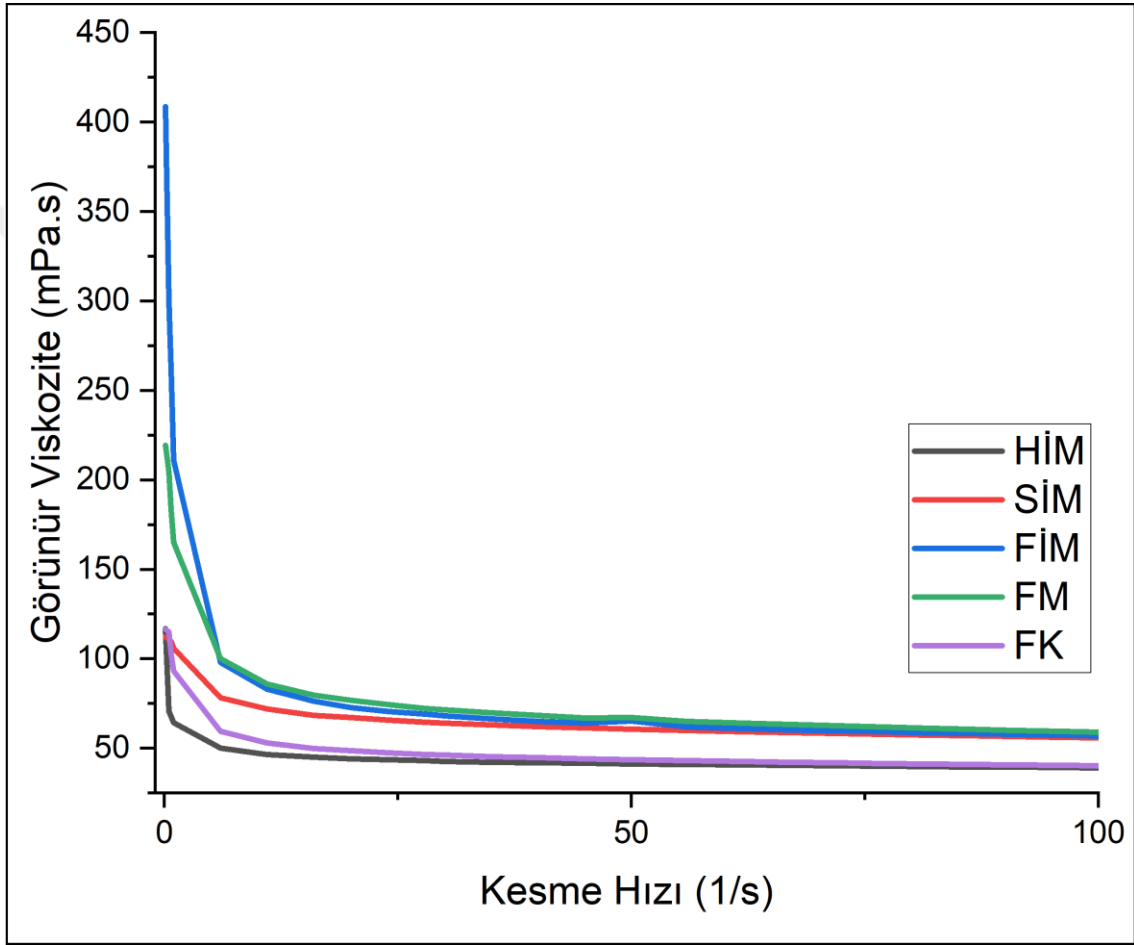
**K: Kıvam kat sayısı η_{50} : Görünür viskozite değeri

*** a,b,c,d,e Aynı sütundaki örnekler arasında istatistiksel olarak fark olduğunu belirtir $p < 0,05$

En yüksek K ve η_{50} değerleri FİM ve FM örneklerinde görülmekle beraber en düşük K değeri HİM örneğinde η_{50} değeri ise FK ve HİM örneklerinde görülmüştür ($p < 0,05$). İnfrared destekli mikrodalga yöntemi uygulamalarında fosforik asit kullanımıyla elde edilen elma pektininin hidroklorik asit ve sülfirik asit kullanımıyla elde edilen elma pektinlerine oranla daha viskoz bir yapıda olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$).

Benzer şekilde kullanılan farklı solvent çeşitlerine bağlı olarak elde edilen pektin solüsyonlarının görünür viskozite değerlerinin farklılık gösterdiği ve pektin örneklerinin psödoplastik akış özelliğine sahip olduğu bazı çalışmalarda ifade edilmiştir (Cui vd., 2020; Jiang vd., 2020; Qin vd., 2020; Zhou vd., 2023; Kaczmarzka vd., 2024).

Fosforik asit kullanımına bağlı olarak infrared destekli mikrodalga (FİM) ve mikrodalga (FM) yöntemi uygulamasıyla elde edilen elma pektinlerine ait görünür viskoziteleri değerleri arasında anlamlı fark görülmemekle beraber klasik yöntem ile üretilen elma pektinine (FK) ait viskozite değerinin istatistiksel olarak diğer iki yöntemle elde edilen pektinlere kıyasla daha düşük olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).



Şekil 3. 35. Farklı inorganik asitler ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen %2'lik elma pektini solüsyonlarının kesme hızına bağlı görünür viskozite değişim grafiği

*HİM: Hidroklorik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği SİM: Sülfirik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FİM: Fosforik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FM: Fosforik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği FK: Fosforik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Arabinoz yan zincirlerinin pektinlerde jelleşme sırasında kompakt bir yapının oluşumunu teşvik etmede önemli bir rol oynadığı ve jel mukavemeti üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğu Zheng ve ark. (2020) ve Qi ve ark. (2023) tarafından vurgulanmıştır. Bunun sebebi, hidrofobik etkileşimler ve hidrojen bağı yoluyla pektin zincirlerinin bağlanmasını teşvik eden arabinoza atfedilen su bağlama kapasitesidir.

Nötr şeker yan zincirlerinin, birbirlerine dolanarak jel ağ yapısını stabilize ettiği Chen vd. (2021) tarafından bildirilmiştir. Çalışmamızda elde ettiğimiz elma pektinlerinin Gal/Ar oranları dikkate alındığında arabinoz miktarının artmasına bağlı olarak bu oranın düştüğü ve yüksek viskozite gösteren elma pektini solüsyonlarının düşük Gal/Ar oranına sahip olması bu görüşü desteklemekte birlikte Gal/Ar oranının artmasına paralel olarak viskozite değerlerinin düştüğü tespit edilmiştir.

Belkheiri vd. (2021) ve Morris ve ark. (2000) homogalakturenan (HG) bakımından zengin pektinlerin daha yüksek çözelti viskozitesi gösterdiğini bildirmişlerdir. Benzer şekilde çalışmamız kapsamında üretilen yüksek HG'ye sahip olan elma pektinlerinin yüksek viskozite gösterdiği HG ve görünür viskozite arasında pozitif bir ilişki olduğu gözlemlenmiştir. Aynı zamanda Wang ve ark., (2014) pektinlerin görünür viskozitesinin GalA içeriğiyle pozitif ilişkisi olduğunu belirtmiş ve çalışmamız kapsamında üretilen elma pektinlerinin GalA içeriği yüksek olan pektin örnekleri ile hazırlanan solüsyonların daha yüksek viskoziteye sahip olduğu belirlenmiştir.

Farklı elma pektinlerine ait %2'lik (m/v) çözeltilerinin, dinamik faz özellikleri incelendiğinde kayıp modülün (G'') depolama modülünden (G') daha büyük olması polisakkarit çözeltilisinin tipik davranışını sergilediğini göstermektedir. Bu da pektin moleküler dolanması ve kesme arasındaki dinamik denge nedeniyle viskoz özelliklerin baskın olduğunu göstermiştir.

Bhat ve ark., (2024) düşük konsantrasyon (%3), elma pektininin jel oluşumunun sınırlı olduğunu öneminin altını çizerek, oldukça viskoz bir sıvı davranışı görüldüğünü raporlamıştır. Bu viskoz sıvı akışını galakturonik asit içeriği, yüksek esterleşme derecesi ve ekstrakte edilen pektin içinde bulunan ramnoz ve arabinoz gibi yan zincir şekerlerinin varlığı ile ilişkilendirmiştir. Benzer şekilde Huo ve ark. (2023) misket limonu kabuğundan ekstrakte edilen pektinin, düşük (%2) ve yüksek (%3) konsantrasyondaki pektin çözeltilisinin sırasıyla viskoz sıvı ve elastik katı benzeri davranışı sergilediğini ifade etmiştir. G' modülünün daha yüksek konsantrasyonlarda pektin molekülleri arasında bağlantılar oluşturularak yükseltilebileceği Yu ve ark. (2021) tarafından vurgulanmıştır. Çalışma kapsamında farklı asit ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemi uygulamalarıyla üretilen elma

pektinlerinin %2'lik (m/v) konsantrasyonlarında viskoz sıvı akışı göstermesi literatür ile uyumlu bulunmuştur.

Tablo 3. 40. Farklı organik asitler ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektin örneklerinin yatışkın ve dinamik faz reolojik ölçüm değerleri

Örnek	G' (Pa)	G'' (Pa)	η_{50} (mPa.s)	K (mPa.s ⁿ)	n	R^2
ASM	0,14±0,01 ^c	0,39±0,01 ^c	44,83±1,69 ^c	60,46±3,15 ^c	0,92±0,00 ^a	1,00±0,00 ^a
LM	0,25±0,02 ^b	0,80±0,01 ^a	78,53±3,80 ^a	146,81±0,11,29 ^a	0,84±0,01 ^c	1,00±0,00 ^a
STM	0,18±0,01 ^c	0,46±0,02 ^b	48,70±1,16 ^b	75,20±3,28 ^b	0,89±0,01 ^b	1,00±0,00 ^a
STİM	0,17±0,02 ^c	0,46±0,02 ^b	46,85±3,22 ^{b,c}	73,41±7,30 ^b	0,89±0,01 ^b	1,00±0,00 ^a
STK	0,30±0,03 ^a	0,41±0,01 ^c	29,31±1,11 ^d	40,25±3,68 ^d	0,92±0,02 ^a	1,00±0,00 ^a

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

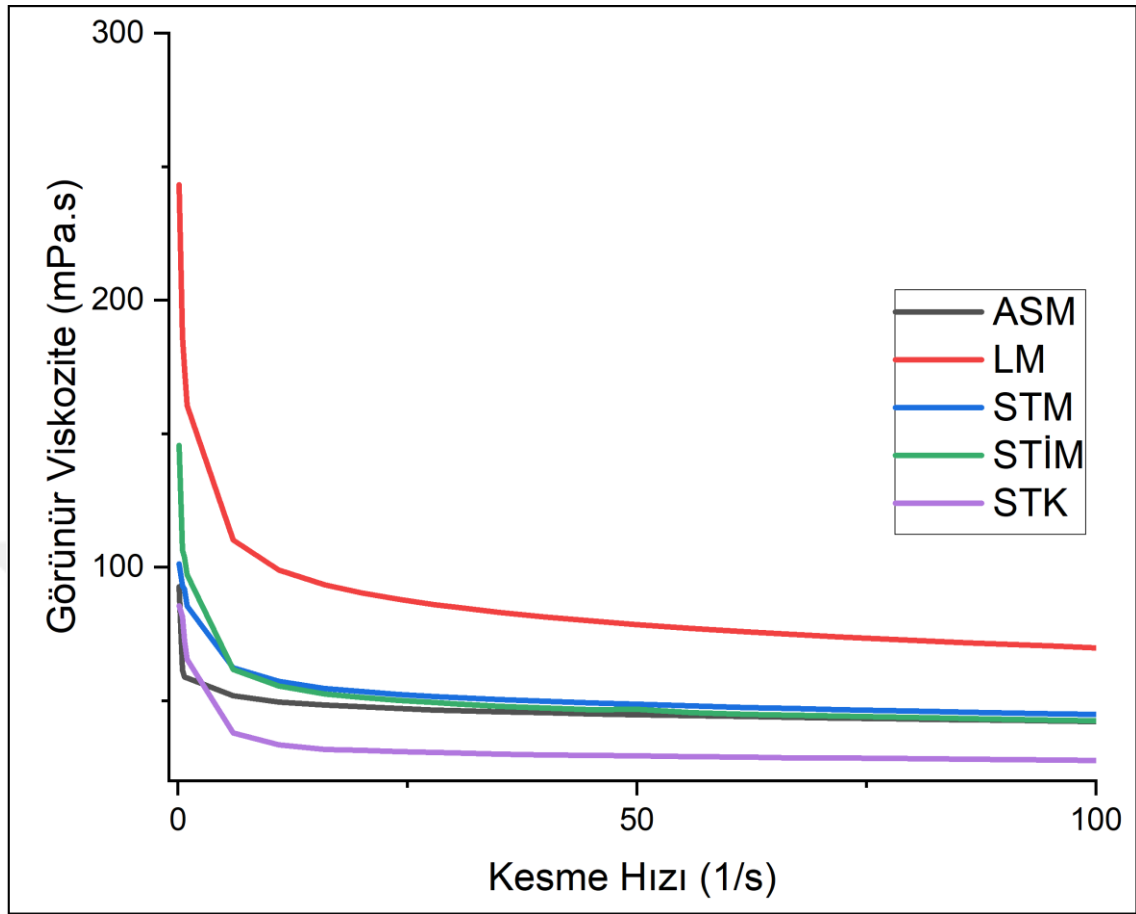
**K: Kıvam kat sayısı η_{50} : Görünür viskozite değeri

***a,b,c,d,e Aynı sütundaki örnekler arasında istatistiksel olarak fark olduğunu belirtir $p<0,05$.

Tablo 3.40'da verilen reolojik ölçüm değerleri incelendiğinde farklı organik asit kullanımı ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen elma pektinlerinin kullanılan asit türüne ve uygulanan farklı yöntemlerin etkisiyle reolojik özellikleri değiştiği ve elma pektini örneklerinin psödoplastik akış özelliği gösterdiği belirlenmiştir.

Aynı zamanda Şekil 3.36 incelendiğinde elma pektini solüsyonlarının kayma hızının artmasına bağlı olarak görünür viskozitesinde azalma meydana gelmiştir. LM örneğinin kesme hızına bağlı görünür viskozitesinin diğer örneklerle nazaran yüksek olduğu, ASM, STM ve STİM örneklerinin benzer viskozitelere sahip olduğu ve STK örneğinin en düşük viskoziteye sahip olduğu görülmektedir.

Mikrodalga uygulamalarında farklı organik asit kullanımlarının elma pektini solüsyonlarının η_{50} , K ve n değerlerini anlamlı düzeyde değiştirdiği belirlenmiştir ($p<0,05$). Sitrik asit kullanımıyla farklı yöntem uygulamalarında infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntemi ile üretilen elma pektinlerinin benzer değerlere sahip olduğu, klasik yöntem ile üretilen elma pektininin ise daha düşük η_{50} , K ve daha yüksek n değerine sahip olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).



Şekil 3. 36. Farklı organik asitler ve infrared destekli mikrodalga, mikrodalga ve klasik ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak elde edilen %2'lik (m/v) elma pektini solüsyonlarının kesme hızına bağlı görünür viskozite değişim grafiği

*ASM: Asetik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği LM: Laktik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STM: Sitrik asit kullanılarak mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STİM: Sitrik asit kullanılarak infrared destekli mikrodalga yöntemiyle elde edilen pektin örneği STK: Sitrik asit kullanılarak klasik yöntemle elde edilen pektin örneği

Sitrik asit kullanımlarında infrared destekli mikrodalga (STİM), mikrodalga (STM) ve klasik (STK) yöntem uygulamalarıyla elde edilen elma pektini örnekleri kendi aralarında değerlendirildiğinde farklı yöntem uygulamalarına bağlı olarak, GalA, HG miktarlarının ve Gal/Ar oranlarına bağlı olarak viskozite değerlerinin değiştiği infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamaları arasında önemli bir fark oluşmadığı ve klasik yöntem uygulamalarında elde edilen pektinin daha düşük viskoziteye sahip olmasının düşük GalA, HG miktarına ve yüksek Gal/Ar oranına sahip olmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Aynı zamanda RG-I oranının STİM ve STM örneklerinde benzer olup STK örneğinden yüksek olmasından kaynaklı olarak

viskoziteyi artırdığı fark edilmiş, bu durum benzer şekilde RG-I yapılarının pektinin viskozitesini olumlu etkilediği Zhang vd., (2021) tarafından ifade edilmiştir.

Mikrodalga uygulamalarında asetik (ASM), laktik (LM) ve sitrik (STM) kullanımları ile elde edilen pektin örnekleri kendi aralarında incelendiğinde, farklı organik asitlerin mikrodalga yöntemi uygulamalarında görülen viskozitelerindeki değişimin su tutma kapasiteleri ile doğru orantılı şekilde gerçekleştiği gözlenmiştir. Ayrıca bu temel değişimin ^1H NMR özelliklerini incelediğimiz kısımda görülen bu örnekler arasındaki asetil ve metil ester gruplarının farklılığından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. Bu görüşü destekleyen benzer bulgular Qin vd., (2020), Lira-Ortiz vd. (2014), Sengkhamparn ve ark. (2010) ve tarafından da ifade edilmiştir. LM ve STM örneklerinin metil ester gruplarının, ASM örneğinde ise asetil gruplarının fazla olması görünür viskozite ve kıvam kat sayısı değerlerini değiştirmekle beraber metil ester gruplarının asetil gruplara nazaran viskozite üzerine daha olumlu etki ettiği düşünülmektedir.

Peng vd. (2022) ve Cho ve ark. (2019) farklı organik asit kullanımlarının pektinlerin akış davranışları üzerine etkili olduğunu ve sitrik asidin pektinin reolojik özelliklerini olumlu etkilediğini ifade etmiştir. Benzer şekilde farklı organik asit kullanımlarının pektinin reolojik özelliklerini etkilediği fakat çalışmamız kapsamında en iyi reolojik özelliklerin laktik asit üretimiyle elde edilen elma pektini örneğinde olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3.40'ta verilen sonuçlar incelendiğinde farklı elma pektinlerine ait %2'lik (m/v) çözeltilerinin, dinamik faz özellikleri ait olan kayıp modülün (G'') depolama modülünden (G') daha büyük olması viskoz özelliklerin baskın olduğunu göstermektedir. Bunun sebebinin ise yukarıda ifade edildiği üzere düşük konsantrasyondaki pektin solüsyonlarından, pektinlerin galakturonik asit içeriğinden, pektinlerin yüksek esterleşme derecesinden ve pektinlerin yapısında bulunan ramnoz ve arabinoz gibi yan zincir nötral şekerlerinin varlığında asetil ve metil ester gruplarının farklılığından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

Çalışmamızda edindiğimiz bilgiler benzer bir yaklaşımla, Dranca ve ark. (2020) ekstraksiyon yöntemlerinin elma pektinin reolojik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu ve mikrodalga işlemi ile ekstrakte edilenlerin çeşitli gıda ürünlerinde

yüksek kaliteli kıvam arttırıcı veya stabilizatör olarak kullanım için daha uygun görüldüğünü ifade etmiştir.

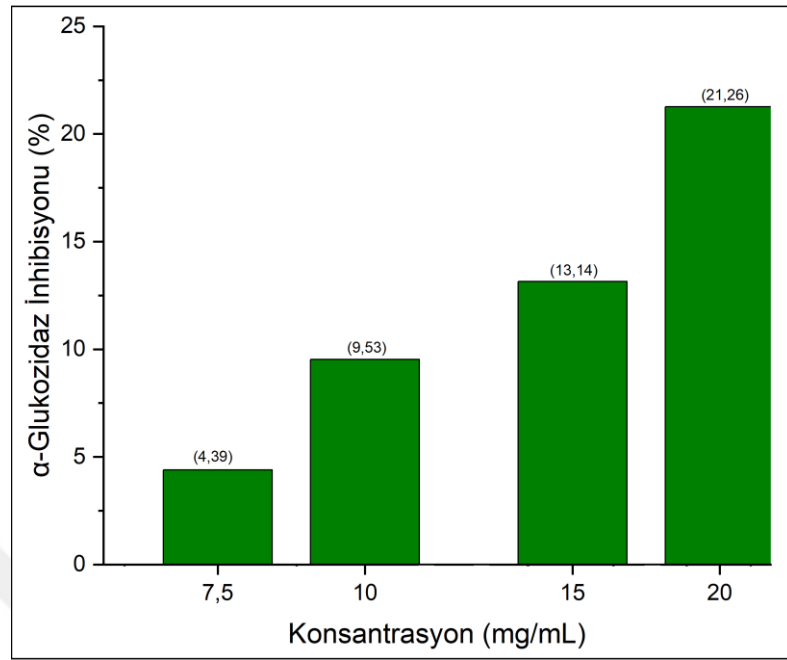
3.6. Enzim İnhibisyonu Bulguları

3.6.1. α -Glukozidaz inhibisyonu bulguları

Diyabet dünya çapında ciddi bir kronik hastalık haline gelmekle beraber diyabet tip 2 tedavisinin temel prensibi, yemek sonrası kan şekerini düşürmek için etkili bir α -glukozidaz inhibitörü geliştirmektir (Zhu vd., 2023). α -glukozidaz inhibitörleri, disakkaritlerin monosakkarite parçalanmasını engelleyerek enzim ürerine etki etmektedir (Wang vd., 2010).

Taguchi matematiksel modellemesi deney tasarımı sonucu belirlenmiş olan optimum noktalarda üretilen infrared destekli mikrodalga uygulamasında fosforik asit ile elde edilen (FİM) ve mikrodalga uygulamasında sitrik asit ile elde edilen (STM) elma pektini örneklerinin değişen (2,5-20 mg/mL) konsantrasyonlarda α -glukozidaz inhibisyonu incelenmiş ve STM örneğinin α -glukozidaz inhibisyonu aktivitesi göstermediği tespit edilmiştir. FİM örneğinin ise 7,5,10,15 ve 20 mg/mL oranlarında sırasıyla %4,39, %9,53, %13,14 ve %21,26 α -glukozidaz inhibisyon aktivitesi gösterdiği tespit edilmiştir (Şekil 3.37).

Şekil 3.37 incelendiğinde artan konsantrasyon oranına bağlı olarak inhibisyon oranının arttığı görülmektedir. Benzer bulgular mavi hanımeli meyvesinin pektik karbonhidratlarının inhibisyon etkisini inceleyen Fu ve ark. (2020), *Annona squamosa* bitkisinin asidik polisakkaritlerinin inhibisyon etkisini inceleyen Ren ve ark. (2017), ahududu posasından elde edilen pektininin inhibisyon etkisini inceleyen Chen vd. (2020), Feijoa (*Acca sellowiana*) kabuğundan elde edilen pektinlerin hipoglisemik aktivitelerini inceleyen Zhu vd. (2023), portakal kabuklarından elde edilen pektinlerin hipoglisemik aktivitesini inceleyen Liang ve ark. (2022), *Mallotus furetianus* bitkisinden elde edilen asidik polisakkaritlerin α -glukozidaz inhibitör aktivitelerini inceleyen Chen vd. (2019) tarafından belirtilmiştir. Genel olarak verilen literatüre göre aynı konsantrasyonlarda daha düşük α -glukozidaz inhibisyonu gözlemlenmiştir.



Şekil 3. 37. FİM elma pektini örneğine ait farklı konsantrasyonlardaki α -glukozidaz inhibisyonu (%) grafiği

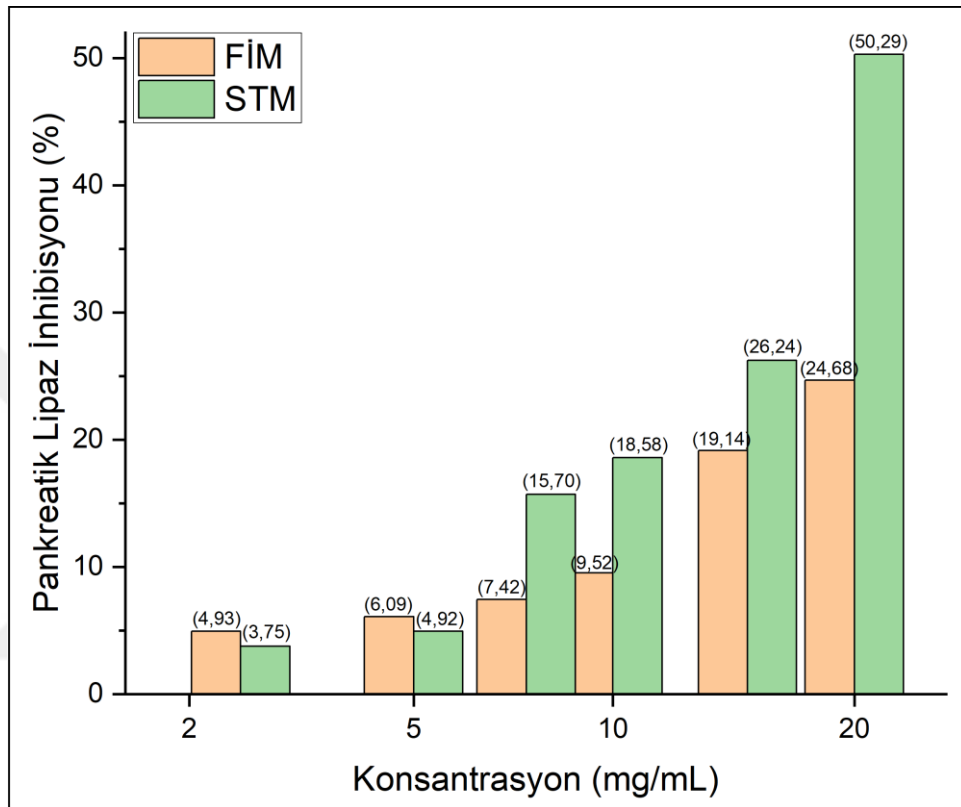
Pektinlerin hipoglisemik aktivitesi, pektinlerin dallanmış zincirleri üzerindeki -OH ve -COOH gruplarının α -glukozidaz kalıntıları ile güçlü hidrojen bağları oluşturabilmesiyle açıklanabilmektedir (Jia vd., 2020). Aynı zamanda pektinlerin asidik ve alkali ekstraksiyonunun daha düşük α -glukozidaz inhibitör aktivitesi göstermesi Tang ve ark. (2023) tarafından bildirildiği şekilde pektin şeker zincirlerinin kırılmasından kaynaklanıyor olabileceği düşünülmektedir.

3.6.2. Pankreatik lipaz inhibisyonu bulguları

Doğal ürünlerin obezite engelleyici bir ajan olarak kullanılma kabiliyetini belirleyen parametrelerden biri de pankreatik lipaz inhibisyon aktivitesidir. Bu aktivite, ekstra kalorinin birincil kaynağı olan diyet trigliseritin emiliminin önlenmesini temel almaktadır (Espinal-Ruiz vd., 2014).

Bu kapsamda Taguchi matematiksel modellemesi deney tasarımı sonucu belirlenmiş olan optimum koşullarda üretilen FİM ve STM elma pektini örneklerinin değişen (2,5-20 mg/mL) konsantrasyonlarda pankreatik lipaz inhibisyonu incelenmiş ve her iki elma pektini örneğinin de lipaz inhibisyonu aktivitesi gösterdiği bununla birlikte artan pektin konsantrasyonuna bağlı olarak her iki örnekte de lipaz inhibisyon aktivitesinin arttığı belirlenmiştir. En düşük pektin konsantrasyonunda (2,5 mg/mL) FİM örneğinde

(%4,93) STM örneğine (%3,75) nazaran biraz daha yüksek inhibisyon aktivitesi görülse de en yüksek pektin konsantrasyonunda (20 mg/mL) STM örneği (%50,29) çarpıcı bir şekilde SİM örneğinden (%24,68) daha yüksek inhibisyon aktivitesi gözlemlenmiştir (Şekil 3.38).



Şekil 3. 38. FİM ve STM elma pektini örneklerine ait farklı pankreatik lipaz inhibisyonu (%) grafiği

Benzer bir gözlemle pektik polisakkaritlerin artan konsantrasyonuna bağlı olarak enzim inhibisyon aktivitesinin arttığı, dut (*Morus alba L.*) yaprağından elde edilen polisakkaritlerin pankreatik lipaz inhibisyon aktivitesini inceleyen Li ve ark. (2021), çözülebilir polisakkarit yapıların pankreatik lipaz inhibisyon aktivitesini inceleyen Pu vd., (2023), elma posası pektinin pankreatik lipaz inhibisyon aktivitesini inceleyen Kumar ve Chauhan (2010) tarafından belirtilmiştir. Li ve ark. (2021) pankreatik lipaz inhibisyon aktivitesini moleküler ağırlıkla ilişkilendirmiş ve çalışmada verilen >80KDa moleküler ağırlığa sahip pektin örneğinde görülen aktivite değerleri ile benzer sonuçlar elde edilmiştir. Farklı çözülebilir polisakkaritlerin inhibisyon aktivite değerlerinin polisakkarit çeşidine göre değiştiğini ifade eden Pu ve ark. (2023) çalışmasında kullanmış oldukları narenciye pektininin aynı konsantrasyonlarda çalışmamızda

belirlemiş olduğumuz inhibisyon değerlerinden daha düşük aktivite gösterdiği gözlemlenmiştir. Elma ve farklı turuncgil pektik polisakkaritlerinin pankreatik lipaz inhibisyonu aktivitelerini değerlendiren Aguilera-Angel ve ark. (2018) çalışmamız kapsamında lipaz aktivitesini belirlediğimiz elma pektinlerine oranla daha düşük konsantrasyonda daha yüksek inhibisyon değerleri raporlamışlardır. Aynı zamanda pankreatik lipaz inhibisyonunun pektinlerin %DE 'si ile güçlü ilişkili olduğunu bildirmişlerdir. Bu yaklaşımla elma pektinlerinin DE değerleri incelendiğinde FİM (%90,16) elma pektini örneğinin STM (%85,58) elma pektini örneğinden daha yüksek DE değerine sahip olduğu, bu sebeple inhibisyon değerinin daha düşük olabileceği tahmin edilmektedir. Çalışmamızla benzer bir yaklaşım ise Ahmadi ve ark. (2022) ifade edilerek DE ile pankreatik lipaz enzim inhibisyonu arasında yüksek oranda ters korelasyon olduğu raporlanmıştır.

Picot-Allain vd. (2022) greyfurt, misket limonu ve limonun kabuklarından ekstrakte edilen pektinlerin enzim inhibitör özelliklerine sahip olduğunu belirtmişler ve lipaz inhibisyon değerlerini orlistat ($\mu\text{g/mL}$) eşdeğerliği olarak ifade etmişlerdir. Gözlenen inhibitör aktivite, pektin zincirine bağlı fitokimyasalların varlığıyla ilişkili olabileceğini ileri sürmüşlerdir.

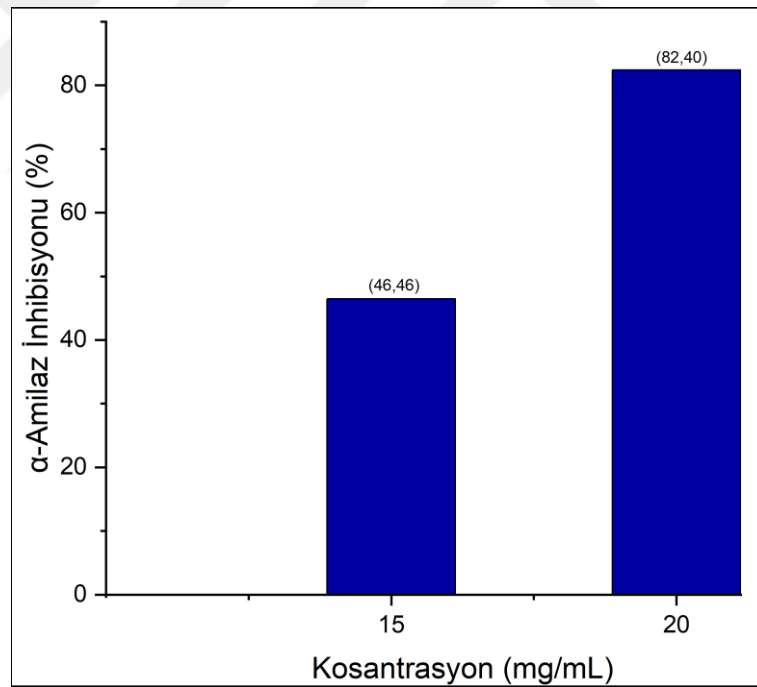
Kumar ve Chauhan (2010) pektinin pankreatik lipazın aktif bölgesine kovalent olarak bağlandığı ve stabil bir kompleks oluşturduğu bildirmişlerdir. Pektinin $-\text{CO}_2\text{H}$ gruplarının histidini protonlandığı ve lipazın aktif serin-histidin-aspartik asit/glutamik asit iyonik dengesinin bozarak lipaz etki mekanizmasının başlatılması için gerekli iletim mekanizmasının başlatılmasını durdurduğu öne sürmüşlerdir.

Ahmadi ve ark. (2022) viskozite ile pektinin lipaz inhibitör etkisi arasında pozitif bir korelasyon varlığını işaret ederek yüksek viskoziteli pektinlerin lipazların difüzyonunu ve sonraki etkileşimlerini sınırlayabileceğini bildirmişlerdir. FİM örneğinin nispeten daha yüksek η_{50} (0,07 Pa.s) ve K (0,12 Pa.sⁿ) değerlerine sahip olduğu STM örneğinin ise daha düşük η_{50} (0,05 Pa.s) ve K (0,08 Pa.sⁿ) değerine sahip olduğu bu sebeple viskozite değerleri karşılaştırıldığında pektinlerin pankreatik lipaz inhibisyonları üzerine karşıt bir eğilimin olduğu gözlemlenmiştir.

3.6.3. Pankreatik α -amilaz inhibisyon bulguları

Diyabet muhtemelen yetersiz insülin salgılanmasından ve daha ziyade β hücrelerinin oksidatif hasarı ve işlevsizliğinden kaynaklanan metabolik bir hastalıktır. Bu metabolik bozukluk, yaşam kalitesi açısından büyük bir sorun teşkil etmekte ve küresel sağlık sistemlerine sürekli bir ekonomik yük getirmektedir. Farklı kaynaklardan elde edilen pektinlerin antidiyabetik etkiye sahip olduğu bildirilmiştir (Djaoud vd., 2022).

Bu bağlamda, Taguchi matematiksel modellemesi deney tasarımı sonucu belirlenmiş olan optimum noktalarda üretilen FİM ve STM elma pektini örneklerinin değişen (2,5-20 mg/mL) konsantrasyonlarda α -amilaz inhibisyonu incelenmiş ve FİM örneğinin α -amilaz inhibisyonu aktivitesi göstermediği belirlenmiştir. STM örneğinin ise 15 ve 20 mg/mL oranlarında sırasıyla α -amilaz inhibisyonu %46,46 ve %82,40 inhibisyon aktivitesi gösterdiği gözlemlenmiştir (Şekil 3.39).



Şekil 3. 39. STM elma pektini örneğine ait farklı konsantrasyonlardaki pankreatik α -amilaz inhibisyonu (%) grafiği

Çay bitkisi yapraklarından izole edilen pektik polisakkaritlerin biyoaktivitelerini inceleyen Xiao ve ark. (2011) ve Cezayir hurmasından (*Phoenix dactylifera L.*) elde edilen pektinlerin antidiyabetik etkisini inceleyen Djaoud ve ark. (2022) ile benzer α -amilaz inhibisyon aktivite değerleri elde edildiği belirlenmiştir. Sadak (*Citrus paradisi*)

bitkisinin suda çözünür polisakkaritlerinin biyoaktivitesini inceleyen Liu vd. (2012) ise benzer α -amilaz inhibisyon aktivelerini daha düşük konsantrasyonlarda gözlemlemişlerdir. Qiao vd. (2021) çalışması kapsamında tatlı patates (*Ipomoea batatas* Lam.) artıklarından elde edilen çözünür diyet liflerinin ise çalışmamızda belirlediğimiz α -amilaz inhibisyon aktivite değerlerinden daha düşük değerler sergilediği görülmüştür.

Alıç (*Crataegus pinnatifida*) meyvesinden elde edilen pektininin biyoaktivitesini inceleyen Wei ve ark. (2024), mavi hanımeli meyvelerinden elde edilen polisakkaritin α -amilaz inhibitör aktivitesini inceleyen Fu vd. (2020), *Nannochloropsis oceanica* bitkisinden çözülebilir diyet lifi fraksiyonlarının α -amilaz inhibisyonu inceleyen Ding ve ark. (2020), Nohut (*Cicer arietinum* L.) kabuklarından elde edilen polisakkaritlerin α -amilaz inhibisyonunu inceleyen Akhtar ve ark., (2019), Frenk üzümü meyvelerinden elde edilen pektik polisakkaritlerin α -amilaz inhibisyonu inceleyen Xu vd. (2018) artan pektin ve pektik polisakkarit konsantrasyonuna bağlı olarak α -amilaz inhibisyon aktivite değerlerinin arttığını çalışmamızla benzer şekilde ifade etmişlerdir.

Bai vd. (2021) pektinlerin α -amilaz inhibisyonu aktivitelerini DE değerleriyle yüksek korelasyonlu ilişkisini belirtmiş ve bu bağlamda STM elma pektini örneğinin yüksek DE (%85,58) değerine sahip olmasından kaynaklı inhibisyon aktivitesinin görüldüğü söylenebilir. Wei ve ark. (2024) pektinlerin sindirim enzimlerini inhibe etme yeteneklerinin çeşitli faktörlerden etkilendiği, sadece pektinlerin yapısal özelliklerinin değil aynı zamanda pektin-enzim etkileşiminin bulunduğu ortamın kimyasal koşullarına bağlı olarak da inhibisyon mekanizmasının değiştiğini ifade etmişlerdir.

Polisakkaritlerin dallanmış zincirleri üzerindeki hidroksil ve karboksilik asit grupları, sindirim enzimlerinin kalıntılarıyla güçlü hidrojen bağları oluşturarak enzim aktivitesini etkili bir şekilde inhibe eden polisakkarit-enzim komplekslerinin oluşmasına neden olur (Cao vd., 2018). Bu nedenle, daha yüksek karboksilik asit içeriğine sahip polisakkaritlerin, aktif bölgelere daha fazla maruz kalmaları nedeniyle daha yüksek aktivitelere sahip olduklarını Zhu ve ark. (2016) raporlamışlardır. Benzer bir yaklaşımla STM elma pektini örneğinin ^1H ve ^{13}C NMR spektrumlarında görülen ekstraksiyonda karboksilik asit olan sitrik asit kullanımına bağlı oluşan sinyaller bu çıkarımı doğrulamakla birlikte karboksilik asit ekstraksiyonunun α -amilaz enzimi inhibisyonu aktivitelerine etki eden faktörlerden biri olabileceği düşünülmektedir.

Gözenekli lif ağlarının mikro yapısı ve yüzey alanındaki artışlar, daha fazla miktarda α -amilaz bağlanmasına ve daha yüksek inhibisyon aktivitesinin görülmesine sebep olacağını bildiren Qiao ve ark. (2021) ve Ma ve Mu (2016)' nun çalışmalarıyla benzer şekilde STM elma pektini örneğinin gözenekli yapısının enzim inhibisyonu üzerine etkili olabileceği tahmin edilmektedir.



4. BÖLÜM

SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Sonuç

Elma posası başta meyve suyu endüstrisi yan ürünü olmakla birlikte çok kıymetli bileşenlere sahip bir hammaddedir. Çalışmamız kapsamında bu kıymetli kaynaktan elma pektini üretimi ekstraksiyon şartları infrared destekli mikrodalga ve mikrodalga uygulamalarında farklı asit kullanımlarıyla optimize edilmiştir.

İnfrared destekli mikrodalga yöntemi pektin üretimi için yeni bir üretim metodu olmakla birlikte, elma posasından pektin üretiminde oldukça iyi sonuçlar verdiği ortaya çıkmıştır. Aynı süre ve koşullar altında mikrodalga yöntemine nazaran pektin verimini arttırdığı gözlemlenmiştir. Bunun temel sebebinin mikrodalga yöntemi uygulaması moleküler titreşim ile oluşan iç sıcaklığa ilave olarak dışarıdan yönlendirilen eş zamanlı infrared dalgalarının dış sıcaklığı arttırmasıyla pektin difüzivitesini arttırmasından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

Aynı zamanda, inorganik asitlerin yer aldığı üretim koşullarında klasik üretime yakın verim değerleri elde edildiği tespit edilmiştir. Organik asitlerin yer aldığı üretim koşullarında ise hem klasik hem de mikrodalga yöntemine kıyasla çok daha yüksek elma pektini verimi elde edilmiştir. Bir saatlik klasik ekstraksiyona kıyasla neredeyse 10 kat bir süre kısalmasıyla 7 dakika içerisinde infrared destekli mikrodalga yöntemiyle daha yüksek verim elde edilebileceği görülmüştür.

Elma pektini üretiminde uygulanan yöntemin yanı sıra, kullanılan asit türünün ve konsantrasyonunun, katı-sıvı oranlarının ve ekstraksiyon süresinin de pektinin verimi ve

pektinle eş zamanlı olarak solventte çözünen biyoaktif bileşenlerin miktarlarını önemli derecede değiştirdiği belirlenmiştir.

Pektin verimi üzerine önemli derecede etki eden infrared destekli mikrodalga yöntemi ve mikrodalga yöntemi biyoaktif maddelerin geri kazanımı üzerine de klasik yöntemle kıyasla daha etkili olmuştur.

Üretilen elma pektinlerinin fizikokimyasal özellikleri de farklı asit kullanımlarına ve farklı yöntem uygulamalarına bağlı olarak değişmiştir. Genel olarak organik ve inorganik asit kullanımlarında klasik yöntemle kıyasla infrared destekli mikrodalga yöntemi ve mikrodalga yöntemi ile üretilen elma pektinlerinin parlaklık (L^*) değerlerinin, su tutma kapasitelerinin, galakturonik asit içeriklerinin, DE değerlerinin ve homogalakturonan oranlarının çok daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Su tutma kapasitesi, galakturonik asit miktarı, homogalakturonan oranlarının ve DE değerlerinin laktik asit kullanımında, 360W mikrodalga gücü uygulamalarıyla ekstrakte edilen elma pektininde olduğu belirlenmiştir. Monosakkarit yapıların pektinin galakturonik asit zincirini önemli düzeyde etkilediği bununla birlikte en yüksek RG-I yapılarının sülfirik asit kullanımında infrared destekli 360W mikrodalga uygulamasıyla, asetik ve laktik asit kullanımında 360W mikrodalga uygulamasıyla elde edilen elma pektinlerinde olduğu belirlenmiştir. Bu sebeple bu pektin örneklerinin diğer pektin örneklerine kıyasla galakturonik asit zincirlerindeki dallanmaların yüksek olduğu anlaşılmaktadır.

Elma pektini üretiminde sülfirik asit kullanımının pektinin kristal yapısını önemli derecede etkilediği ve kristallenmeyi arttırdığı gözlemlenmiştir.

İnorganik asit kullanımları, pektinin karbon bağlanmalarını ve hidrojen bağlanmalarını önemli derecede değiştirmezken, organik asit kullanımında elma pektinlerinin karbon ve hidrojen bağlanmalarının önemli derecede değiştiği gözlemlenmiştir. Özellikle laktik ve sitrik asit kullanımına bağlı olarak metil ester gruplarına ait bağların yer değiştirdiği, asetik asit kullanıma bağlı olarak asetil grupların pektin yapısında yer aldığı belirlenmiştir.

Genel olarak elma pektini ekstraksiyonunda mikrodalga ve infrared destekli mikrodalga ekstraksiyon uygulamaları pektinin gözenekli bir yapı kazanmasında önemli olmuştur. Klasik yöntem uygulamalarında ise elma pektini örneklerinin morfolojilerinde derin

çatlak oluşumları gözlemlenmiştir. Bunun ise yüksek sıcaklıkta asidik ortamla beraber uzun ekstraksiyon koşullarının etkili olduğu anlaşılmaktadır.

Elma pektini solüsyonlarının tipik psödoplasik newton olmayan akış davranışı gösterdiği gözlemlenmiştir. Tüm elma pektini solüsyonları viskoz akış ve zayıf jel özelliği göstermiştir. Görünür viskozite değerlerinin ve kıvam katsayısı değerlerinin pektinlerin galakturonik asit içerikleriyle, homogalakturonan oranlarıyla, DE değerleriyle, arabinogalaktan yapıların varlığıyla ve pektinlerin gözenekli yapısıyla doğrudan ilişkili olduğu tespit edilmiştir.

İnfrared destekli mikrodalga ve mikrodalga yöntem uygulamalarının yanı sıra fosforik asit ve laktik kullanımlarının pektinlere ait fizikokimyasal, yapısal ve reolojik karakteristiğini olumlu şekilde etkilediği sonucuna varılmıştır.

Aynı zamanda elma pektinlerinin 20mg/mL konsantrasyonda hazırlanmış solüsyonlarının α -glukozidaz, pankreatik α -amilaz ve pankreatik lipaz enzimleri üzerine iyi derecede inhibisyon aktivitesi gösterdiği öne çıkmıştır. Bu bağlamda, pektinlerin antidiyabetik ve antikolesterol özellik sergilediği tespit edilmiştir.

Öneriler;

- ❖ İnfrared destekli mikrodalga yönteminin farklı pektince zengin kaynaklarda ekstraksiyonlarının incelemesi yapılarak uygulanabilecek diğer farklı yöntemler ile kıyaslaması yapılabilir.
- ❖ Pektin üretiminde endüstriyel olarak kullanılan klasik yöntem nazaran, kısa sürede daha efektif bir yöntem olması sebebiyle sanayiye aktarılabilmesi önemli derecede üretim maliyetlerini düşürebilir.
- ❖ Ayrıca farklı materyallerden biyoaktif bileşenlerin ekstraksiyonunda farklı bir yenilikçi yöntem olarak kullanılabilir.
- ❖ Enzim inhibisyonları dikkate alındığında pektinlerin simbiyotik fonksiyonel gıda formülasyonlarında antidiyabetik ve antikolesterol ajan olarak kullanılabilir.
- ❖ Pektinlerin su tutma ve yağ tutma kapasiteleri göz önüne alındığında emülsifiye edici ajan olarak kullanılabilir.

KAYNAKÇA

- Abid, M., Renard, C. M. G. C., Watrelot, A. A., Fendri, I., Attia, H., & Ayadi, M. A. (2016). "Yield and composition of pectin extracted from Tunisian pomegranate peel". **International Journal of Biological Macromolecules**, **93**, 186-194. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.033>
- Aburto, J., Moran, M., Galano, A., & Torres-garcía, E. (2015). "Journal of Analytical and Applied Pyrolysis Non-isothermal pyrolysis of pectin : A thermochemical and kinetic approach". **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, **112**, 94–104. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2015.02.012>
- Adetunji, L. R., Adekunle, A., Orsat, V., & Raghavan, V. (2017). "Advances in the pectin production process using novel extraction techniques: A review". **Food Hydrocolloids**, **62**, 239–250. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.08.015>
- Adimas, M. A., & Abera, B. D. (2023). "Valorization of fruit and vegetable by-products for extraction of pectin and its hydrocolloidal role in low-fat yoghurt processing". **Lwt**, **189** (October 2023), 115534. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2023.115534>
- Aguilera-Angel, E. Y., Espinal-Ruiz, M., & Narváez-Cuenca, C. E. (2018). "Pectic polysaccharides with different structural characteristics as inhibitors of pancreatic lipase". **Food Hydrocolloids**, **83**, 229–238. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.05.009>
- Ahmadi, S., Yu, C., Zaeim, D., Wu, D., Hu, X., Ye, X., & Chen, S. (2022). "Increasing RG-I content and lipase inhibitory activity of pectic polysaccharides extracted from goji berry and raspberry by high-pressure processing". **Food Hydrocolloids**, **126**(December 2021), 107477. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107477>
- Akhtar, H. M. S., Abdin, M., Hamed, Y. S., Wang, W., Chen, G., Chen, D., Chen, C., Li, W., Mukhtar, S., & Zeng, X. (2019). "Physicochemical, functional, structural, thermal characterization and α -amylase inhibition of polysaccharides from chickpea (*Cicer arietinum* L.) hulls". **Lwt**, **113**(June), 108265. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108265>
- Al-Ezzi, M., Muhammad, K., Gannasin, S. P., Hamzah, M. Y., Shukri, R., & Carew, I. (2024). "Physicochemical, in vitro bile-acid binding and hypoglycaemic properties of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel pectin". **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, **31**(January), 100402. <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2024.100402>
- Alba, K., & Kontogiorgos, V. (2017). "Pectin at the oil-water interface: Relationship of

- molecular composition and structure to functionality". **Food Hydrocolloids**, **68**, 211-218. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.07.026>
- Alba, K., Sagis, L. M. C., & Kontogiorgos, V. (2016). "Engineering of acidic O/W emulsions with pectin". **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, **145**, 301-308. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2016.05.016>
- Albarri, R., & Şahin, S. (2024). "Monitoring the recovery of bioactive molecules from *Moringa oleifera* leaves: microwave treatment vs ultrasound treatment". **Biomass Conversion and Biorefinery**, **14**(1), 1059–1071. <https://doi.org/10.1007/s13399-021-02232-z>
- Aldemir, H., Kamiloğlu, A., & Çakır, Ö. (2024). "Optimization of pectin extraction from crab apple peel and usage in a model meat emulsion system". **Journal of Food Measurement and Characterization**, 3827–3838. <https://doi.org/10.1007/s11694-024-02458-1>
- Amin, M., Najwa, K., Hosseinmardi, A., Martin, D. J., & Annamalai, P. K. (2022). "A mixed acid methodology to produce thermally stable cellulose nanocrystal at high yield using phosphoric acid". **Journal of Bioresources and Bioproducts**, **7**(2), 99–108. <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2021.12.002>
- Amorim, J. C., Vriesmann, L. C., Petkowicz, C. L. O., Martinez, G. R., & Noleto, G. R. (2016). "Modified pectin from *Theobroma cacao* induces potent pro-inflammatory activity in murine peritoneal macrophage". **International Journal of Biological Macromolecules**, **92**, 1040–1048. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.015>
- AOAC. (1990). "AOAC Official Methods of Analysis. In Association of Official Analytical Chemists, Inc Washington, D.C. (Vol. 15, Issue 1)".
- AOAC. (2000). "In Official Methods of Analysis of AOAC International. In Washington DC: Association of Official Analytical Chemists (Vol. 1, Issue 4)".
- Arora, S., Kataria, P., Ahmad, W., Mishra, R., & Upadhyay, S. (2024). "Microwave Assisted Green Extraction of Pectin from *Citrus maxima* Albedo and Flavedo , Process Optimization, Characterisation and Comparison with Commercial Pectin". **Food Analytical Methods**, **17**, 105–118. <https://doi.org/10.1007/s12161-023-02547-9>
- Assifaoui, A., Hayrapetyan, G., Gallery, C., & Agoda-Tandjawa, G. (2024). "Exploring techno-functional properties, synergies, and challenges of pectins: A review". **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, 7(March).

<https://doi.org/10.1016/j.carpta.2024.100496>

- Atalay, D., Türken, T., & Erge, H. S. (2018). Pektin Kaynakları ve Ekstraksiyon Yöntemleri. **Gıda**, **43**(6), 1002–1018. <https://doi.org/10.15237/gida.gd18089>
- Awasthi, M. K., Ferreira, J. A., Sirohi, R., Sarsaiya, S., Khoshnevisan, B., Baladi, S., Sindhu, R., Binod, P., Pandey, A., Juneja, A., Kumar, D., Zhang, Z., & Taherzadeh, M. J. (2021). "A critical review on the development stage of biorefinery systems towards the management of apple processing-derived waste". **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, **143**(March), 110972. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.110972>
- Azman, E. M., Charalampopoulos, D., & Chatzifragkou, A. (2020). "Acetic acid buffer as extraction medium for free and bound phenolics from dried blackcurrant (*Ribes nigrum* L.) skins". **Journal of Food Science**, **85**(11), 3745–3755. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.15466>
- Babayigit, B., Senyigit, E., & Mumcu, G. (2016). "Optimum broadband E-patch antenna design with Taguchi method". **Journal of Electromagnetic Waves and Applications**, **30**(7), 915–927. <https://doi.org/10.1080/09205071.2016.1164631>
- Bagal-Kestwal, D. R., Pan, M. H., & Chiang, B. H. (2019). "Properties and applications of gelatin, pectin, and carrageenan gels". **Bio Monomers for Green Polymeric Composite Materials**, 117–140. <https://doi.org/10.1002/9781119301714.ch6>
- Bai, X. L., Yue, T. L., Yuan, Y. H., & Zhang, H. W. (2010). "Optimization of microwave-assisted extraction of polyphenols from apple pomace using response surface methodology and HPLC analysis". **Journal of Separation Science**, **33**(23–24), 3751–3758. <https://doi.org/10.1002/jssc.201000430>
- Bai, Y., Atluri, S., Zhang, Z., Gidley, M. J., Li, E., & Gilbert, R. G. (2021). "Structural reasons for inhibitory effects of pectin on α -amylase enzyme activity and in-vitro digestibility of starch". **Food Hydrocolloids**, **114**(January), 106581. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106581>
- Baltacıoğlu, H., Baltacıoğlu, C., Okur, I., Tanrıvermiş, A., & Yalıcı, M. (2021). "Optimization of microwave-assisted extraction of phenolic compounds from tomato: Characterization by FTIR and HPLC and comparison with conventional solvent extraction". **Vibrational Spectroscopy**, **113**(November 2019). <https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2020.103204>
- Barba, F. J., Zhu, Z., Koubaa, M., Sant'Ana, A. S., & Orlén, V. (2016). "Green

- alternative methods for the extraction of antioxidant bioactive compounds from winery wastes and by-products: A review". **Trends in Food Science and Technology**, **49**(March), 96-109. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2016.01.006>
- Basanta, M. F., Ponce, N. M. A., Rojas, A. M., & Stortz, C. A. (2012). "Effect of extraction time and temperature on the characteristics of loosely bound pectins from Japanese plum". **Carbohydrate Polymers**, **89**(1), 230–235. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.03.001>
- Begum, R., Aziz, M. G., Uddin, M. B., & Yusof, Y. A. (2014). "Characterization of Jackfruit (*Artocarpus Heterophyllus*) Waste Pectin as Influenced by Various Extraction Conditions". **Agriculture and Agricultural Science Procedia**, **2**, 244–251. <https://doi.org/10.1016/j.aaspro.2014.11.035>
- Belkheiri, A., Forouhar, A., Ursu, A. V., Dubessay, P., Pierre, G., Delattre, C., Djelveh, G., Abdelkafi, S., Hamdami, N., & Michaud, P. (2021). "Extraction, Characterization and Applications of Pectins from Plant By-Products". **Applied Sciences**, **11**(14), 1–25.
- Benmebarek, I. E., Gonzalez-serrano, D. J., Aghababaei, F., Ziogkas, D., Serrano-garcia, M. R., Boukhari, A., Moreno, A., & Hadidi, M. (2024). "Optimizing the microwave-assisted hydrothermal extraction of pectin from tangerine by-product and its physicochemical, structural, and functional properties". **Food Chemistry: X**, **24**, 101615. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2024.101615>
- Benvenutti, L., Zielinski, A. A. F., & Ferreira, S. R. S. (2022). "Subcritical water extraction (SWE) modified by deep eutectic solvent (DES) for pectin recovery from a Brazilian berry by-product". **Journal of Supercritical Fluids**, **189**(June), 105729. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2022.105729>
- Bhat, M. I., Rashid, S. J., Ahmad, M. I., Rafiq, S., Fayaz, I., Mir, M. J., Amin, T., Majid, D., Dar, B. N., & Makroo, H. A. (2024). "Comparative study on thermo-mechanical, structural and functional properties of pectin extracted from immature wasted apples and commercial pectin". **International Journal of Biological Macromolecules**, **254**, 127658. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127658>
- Bhushan, S., Kalia, K., Sharma, M., Singh, B., & Ahuja, P. S. (2008). "Processing of apple pomace for bioactive molecules". **Critical Reviews in Biotechnology**, **28**(4), 285–296. <https://doi.org/10.1080/07388550802368895>
- Blumenkrantz, N., & Asboe-Hansen, G. (1973). "New Method for Quantitative

- Determination of Uronic Acids". **Analytical Biochemistry**, **54**, 484–489.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). "Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity". **LWT - Food Science and Technology**, **28**(1), 25–30. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
- Busato, B., de Almeida Abreu, E. C., de Oliveira Petkowicz, C. L., Martinez, G. R., & Rodrigues Noleto, G. (2020). "Pectin from Brassica oleracea var. italica triggers immunomodulating effects in vivo". **International Journal of Biological Macromolecules**, **161**, 431–440. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.06.051>
- Butler, I. P., Banta, R. A., Tyuftin, A. A., Holmes, J., Pathania, S., & Kerry, J. (2023). "Pectin as a biopolymer source for packaging films using a circular economy approach: Origins, extraction, structure and films properties". **Food Packaging and Shelf Life**, **40**(November), 101224. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2023.101224>
- Byun, C., Zheng, Y., Pierce, A., Wagner, W. L., Scheller, H. V., Mohnen, D., Ackermann, M., & Mentzer, S. J. (2020). "The effect of calcium on the cohesive strength and flexural properties of low-methoxyl pectin biopolymers". **Molecules**, **25**(1), 1–11. <https://doi.org/10.3390/molecules25010075>
- Caffall, K. H., & Mohnen, D. (2009). "The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides". **Carbohydrate Research**, **344**(14), 1879–1900. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2009.05.021>
- Calvete-Torre, I., Muñoz-Almagro, N., Pacheco, M. T., Antón, M. J., Dapena, E., Ruiz, L., Margolles, A., Villamiel, M., & Moreno, F. J. (2021). "Apple pomaces derived from mono-varietal Asturian ciders production are potential source of pectins with appealing functional properties". **Carbohydrate Polymers**, **264**, 117980. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117980>
- Cao, C., Huang, Q., Zhang, B., Li, C., & Fu, X. (2018). "Physicochemical characterization and in vitro hypoglycemic activities of polysaccharides from Sargassum pallidum by microwave-assisted aqueous two-phase extraction". **International Journal of Biological Macromolecules**, **109**, 357–368. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.12.096>
- Cao, L., Lu, W., Mata, A., Nishinari, K., & Fang, Y. (2020). "Egg-box model-based gelation of alginate and pectin: A review". **Carbohydrate Polymers**, **242**, 116389. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116389>
- Carbonell-Capella, J. M., Šic Žlabur, J., Rimac Brnčić, S., Barba, F. J., Grimi, N.,

- Koubaa, M., Brnčić, M., & Vorobiev, E. (2017). "Electrotechnologies, microwaves, and ultrasounds combined with binary mixtures of ethanol and water to extract steviol glycosides and antioxidant compounds from *Stevia rebaudiana* leaves". **Journal of Food Processing and Preservation**, **41**(5), 1–8. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13179>
- Chalapud, M. C., Salgado-Cruz, M. de la P., Bäuml, E. R., Carelli, A. A., Morales-Sánchez, E., Calderón-Domínguez, G., & García-Hernández, A. B. (2023). "Study of the Physical, Chemical, and Structural Properties of Low- and High-Methoxyl Pectin-Based Film Matrices Including Sunflower Waxes". **Membranes**, **13**(10). <https://doi.org/10.3390/membranes13100846>
- Chan, S. Y., Choo, W. S., Young, D. J., & Loh, X. J. (2017). "Pectin as a rheology modifier: Origin, structure, commercial production and rheology". **Carbohydrate Polymers**, **16**, 118–139. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.12.033>
- Chandrasekar, V., Martín-González, M. F. S., Hirst, P., & Ballard, T. S. (2015). "Optimizing Microwave-Assisted Extraction of Phenolic Antioxidants from Red Delicious and Jonathan Apple Pomace". **Journal of Food Process Engineering**, **38**(6), 571–582. <https://doi.org/10.1111/jfpe.12187>
- Chawafambira, A. (2021). "Extraction and Characterization of Pectin from Snot Apple (*Azanza garckeana*) Fruits with Potential Use in Zimbabwe". **International Journal of Fruit Science**, **21**(1), 791–803. <https://doi.org/10.1080/15538362.2021.1932693>
- Chen, H., Fu, X., & Luo, Z. gang. (2016). "Effect of molecular structure on emulsifying properties of sugar beet pulp pectin". **Food Hydrocolloids**, **54**, 99–106. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.09.021>
- Chen, J., Liu, W., Liu, C. M., Li, T., Liang, R. H., & Luo, S. J. (2015). "Pectin Modifications: A Review". **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, **55**(12), 1684–1698. <https://doi.org/10.1080/10408398.2012.718722>
- Chen, J., Zhang, X., Huo, D., Cao, C., Li, Y., Liang, Y., Li, B., & Li, L. (2019). "Preliminary characterization, antioxidant and α -glucosidase inhibitory activities of polysaccharides from *Mallotus furetiensis*". **Carbohydrate Polymers**, **215**(March), 307–315. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.03.099>
- Chen, R., Jin, C., Tong, Z., Lu, J., Tan, L., Tian, L., & Chang, Q. (2016). "Optimization extraction, characterization and antioxidant activities of pectic polysaccharide from

- tangerine peels". **Carbohydrate Polymers**, **136**, 187–197. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.09.036>
- Chen, R., Ratcliffe, I., Williams, P. A., Luo, S., Chen, J., & Liu, C. (2021). "The influence of pH and monovalent ions on the gelation of pectin from the fruit seeds of the creeping fig plant". **Food Hydrocolloids**, **111**(August 2020), 106219. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106219>
- Chen, S., Zheng, J., Zhang, L., Cheng, H., Orfila, C., Ye, X., & Chen, J. (2021). "Synergistic gelling mechanism of RG-I rich citrus pectic polysaccharide at different esterification degree in calcium-induced gelation". **Food Chemistry**, **350**(December2020), 129177. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.129177>
- Chen, W. H., Carrera Uribe, M., Kwon, E. E., Lin, K. Y. A., Park, Y. K., Ding, L., & Saw, L. H. (2022). "A comprehensive review of thermoelectric generation optimization by statistical approach: Taguchi method, analysis of variance (ANOVA), and response surface methodology (RSM)". **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, **169**(March), 112917. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2022.112917>
- Chen, W. H., Chen, C. J., & Hung, C. I. (2013). "Taguchi approach for co-gasification optimization of torrefied biomass and coal". **Bioresource Technology**, **144**, 615–622. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.07.016>
- Chen, Y., Wang, Y., Xu, L., Jia, Y., Xue, Z., Zhang, M., Phisalaphong, M., & Chen, H. (2020). "Ultrasound-assisted modified pectin from unripe fruit pomace of raspberry (*Rubus chingii* Hu): Structural characterization and antioxidant activities". **Lwt**, **134**(February), 110007. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110007>
- Cho, E. H., Jung, H. T., Lee, B. H., Kim, H. S., Rhee, J. K., & Yoo, S. H. (2019). "Green process development for apple-peel pectin production by organic acid extraction". **Carbohydrate Polymers**, **204**, 97–103. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.09.086>
- Çilingir, S., Goksu, A., & Sabanci, S. (2021). "Production of Pectin from Lemon Peel Powder Using Ohmic Heating-Assisted Extraction Process". **Food and Bioprocess Technology**, **14**(7), 1349–1360. <https://doi.org/10.1007/s11947-021-02636-9>
- Colodel, C., & Petkowicz, C. L. de O. (2019). "Acid extraction and physicochemical characterization of pectin from cubiu (*Solanum sessiliflorum* D.) fruit peel". **Food Hydrocolloids**, **86**(May2018), 193–200.

<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.06.013>

- Corrêa-Ferreira, M. L., Ferreira, D. M., Dallazen, J. L., Silva, A. M. S., Werner, M. F. de P., & Petkowicz, C. L. de O. (2018). "Gastroprotective effects and structural characterization of a pectic fraction isolated from *Artemisia campestris* subsp *maritima*". **International Journal of Biological Macromolecules**, *107*, 2395–2403. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.10.127>
- Costa, J. M., Ampese, L. C., Ziero, H. D. D., Sganzerla, W. G., & Forster-Carneiro, T. (2022). "Apple pomace biorefinery: Integrated approaches for the production of bioenergy, biochemicals, and value-added products - An updated review". **Journal of Environmental Chemical Engineering**, *10*(5). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.108358>
- Cui, J., Ren, W., Zhao, C., Gao, W., Tian, G., Bao, Y., Lian, Y., & Zheng, J. (2020). "The structure–property relationships of acid- and alkali-extracted grapefruit peel pectins". **Carbohydrate Polymers**, *229*(1 February 2020), 115524 <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115524>
- Cui, Y., Wu, Q., He, J., Li, M., Zhang, Z., & Qiu, Y. (2020). "Porous nano-minerals substituted apatite/chitin/pectin nanocomposites scaffolds for bone tissue engineering". **Arabian Journal of Chemistry**, *13*(10), 7418–7429. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.08.018>
- Da Silva, I. S. V., de Sousa, R. M. F., de Oliveira, A., Motta, L. A. C., Pasquini, D., & Otaguro, H. (2018). "Polymeric blends of hydrocolloid from chia seeds/apple pectin with potential antioxidant for food packaging applications". **Carbohydrate Polymers**, *202*, 203–210. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.08.061>
- Dawidowicz, A. L., & Olszowy, M. (2015). "Depletion/protection of β -carotene in estimating antioxidant activity by β -carotene bleaching assay". **Journal of Food Science and Technology**, *52*(11), 7321–7328. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-1820-5>
- De Moura, F. A., Macagnan, F. T., dos Santos, L. R., Bizzani, M., de Oliveira Petkowicz, C. L., & da Silva, L. P. (2017). "Characterization and physicochemical properties of pectins extracted from agroindustrial by-products". **Journal of Food Science and Technology**, *54*(10), 3111–3117. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2747-9>
- Denman, L. J., & Morris, G. A. (2015). "An experimental design approach to the

- chemical characterisation of pectin polysaccharides extracted from *Cucumis melo Inodorus*". **Carbohydrate Polymers**, **117**, 364–369. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.09.081>
- Dhillon, G. S., Kaur, S., & Brar, S. K. (2013). "Perspective of apple processing wastes as low-cost substrates for bioproduction of high value products: A review". **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, **27**, 789-805. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.06.046>
- Ding, Q., Li, Z., Wu, W., Su, Y., Sun, N., Luo, L., Ma, H., & He, R. (2020). "Physicochemical and functional properties of dietary fiber from *Nannochloropsis oceanica*: A comparison of alkaline and ultrasonic-assisted alkaline extractions". **Lwt**, **133**(February). <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110080>
- Djaoud, K., Muñoz-Almagro, N., Benítez, V., Martín-Cabrejas, M. Á., Madani, K., Boulekbache-Makhlouf, L., & Villamiel, M. (2022). "New valorization approach of Algerian dates (*Phoenix dactylifera* L.) by ultrasound pectin extraction: Physicochemical, techno-functional, antioxidant and antidiabetic properties". **International Journal of Biological Macromolecules**, **212**(May), 337–347. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.05.115>
- Dominiak, M., Søndergaard, K. M., Wichmann, J., Vidal-Melgosa, S., Willats, W. G. T., Meyer, A. S., & Mikkelsen, J. D. (2014). "Application of enzymes for efficient extraction, modification, and development of functional properties of lime pectin". **Food Hydrocolloids**, **40**, 273–282. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.03.009>
- Dong, H., Dai, T., Liang, L., Deng, L., Liu, C., Li, Q., Liang, R., & Chen, J. (2021). "Physicochemical properties of pectin extracted from navel orange peel dried by vacuum microwave". **Lwt**, **151**(July), 112100. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.112100>
- Dong, M., Sun, Y., Xiong, D., Song, Q., Jia, J., Liu, X., Sheng, L., & Duan, X. (2024). "Comparison of the Effects of pH-Shifting, Acetic Acid Modification, and TGase Treatment on the Physicochemical and Functional Properties of Wheat Gluten Protein". **Food and Bioprocess Technology**, **17**(1), 245–256. <https://doi.org/10.1007/s11947-023-03130-0>
- Dranca, F., & Mironeasa, S. (2024). "Hot-air drying vs. lyophilization of sugar beet flakes for efficient pectin recovery and influence of extraction conditions on pectin physicochemical properties". **International Journal of Biological**

- Macromolecules**, **265**, 131063. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.131063>
- Dranca, F., & Oroian, M. (2018). "Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications". **Food Research International**, **113**, 327-350. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.06.065>
- Dranca, F., Talón, E., Vargas, M., & Oroian, M. (2021). "Microwave vs. conventional extraction of pectin from *Malus domestica* 'Fălticeni' pomace and its potential use in hydrocolloid-based films". **Food Hydrocolloids**, **121**(June), 107026. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107026>
- Dranca, F., Vargas, M., & Oroian, M. (2020). "Physicochemical properties of pectin from *Malus domestica* 'Fălticeni' apple pomace as affected by non-conventional extraction techniques". **Food Hydrocolloids**, **100**(May 2019), 105383. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105383>
- Dupont, C., & Vandenplas, Y. (2020). "Different thickening complexes with pectin in infant anti-regurgitation formula". **Acta Paediatrica, International Journal of Paediatrics**, **109**(3), 471–480. <https://doi.org/10.1111/apa.15015>
- Duwee, Y. S., Kiew, P. L., & Yeoh, W. M. (2022). "Multi-objective optimization of pectin extraction from orange peel via response surface methodology: yield and degree of esterification". **Journal of Food Measurement and Characterization**, **16**(2), 1710–1724. <https://doi.org/10.1007/s11694-022-01305-5>
- Egüés, I., Hernandez-Ramos, F., Rivilla, I., & Labidi, J. (2021). "Optimization of ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from apple pomace". **Molecules**, **26**(13), 3783. <https://doi.org/10.3390/molecules26133783>
- Einhorn-Stoll, U. (2018). "Pectin-water interactions in foods – From powder to gel". **Food Hydrocolloids**, **78**, 109-119. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.05.029>
- Espinal-Ruiz, M., Parada-Alfonso, F., Restrepo-Sánchez, L. P., & Narváez-Cuenca, C. E. (2014). "Inhibition of digestive enzyme activities by pectic polysaccharides in model solutions". **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, **4**(1), 27–38. <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2014.06.003>
- Ezzati, S., Ayaseh, A., Ghanbarzadeh, B., & Heshmati, M. K. (2020). "Pectin from sunflower by-product: Optimization of ultrasound-assisted extraction, characterization, and functional analysis". **International Journal of Biological Macromolecules**, **165**, 776–786. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.205>
- Fakayode, O. A., & Abobi, K. E. (2018). "Optimization of oil and pectin extraction

- from orange (*Citrus sinensis*) peels: a response surface approach". **Journal of Analytical Science and Technology**, 9(1). <https://doi.org/10.1186/s40543-018-0151-3>
- Fernandes, Pedro A.R.Silva, A. M. S., Evtuguin, D. V., Nunes, F. M., Wessel, D. F., Cardoso, S. M., & Coimbra, M. A. (2019). "The hydrophobic polysaccharides of apple pomace". **Carbohydrate Polymers**, 223(May), 115132. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115132>
- Ferreira, D., Barros, A., Coimbra, M. A., & Delgadillo, I. (2001). "Use of FT-IR spectroscopy to follow the effect of processing in cell wall polysaccharide extracts of a sun-dried pear". **Carbohydrate Polymers**, 45(2), 175–182. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(00\)00320-9](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(00)00320-9)
- Fishman, M. L., Chau, H. K., Hotchkiss, A. T., White, A., Garcia, R. A., & Cooke, P. H. (2019). "Effect of long term cold storage and microwave extraction time on the physical and chemical properties of citrus pectin". **Food Hydrocolloids**, 92, 104–116. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.12.047>
- Fracasso, A. F., Perussello, C. A., Carpiné, D., Petkowicz, C. L. de O., & Haminiuk, C. W. I. (2018). "Chemical modification of citrus pectin: Structural, physical and rheological implications". **International Journal of Biological Macromolecules**, 109. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.060>
- Fu, X., Yang, H., Ma, C., Li, X., Li, D., Yang, Y., Xu, Y., & Wang, L. (2020). "Characterization and inhibitory activities on α -amylase and α -glucosidase of the polysaccharide from blue honeysuckle berries". **International Journal of Biological Macromolecules**, 163, 414–422. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.06.267>
- Fuentes-Alventosa, J. M., Rodríguez-Gutiérrez, G., Jaramillo-Carmona, S., Espejo-Calvo, J. A., Rodríguez-Arcos, R., Fernández-Bolaños, J., Guillén-Bejarano, R., & Jiménez-Araujo, A. (2009). "Effect of extraction method on chemical composition and functional characteristics of high dietary fibre powders obtained from asparagus by-products". **Food Chemistry**, 113(2), 665–671. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.07.075>
- Galindo-Rosales, F. J., Rubio-Hernández, F. J., & Sevilla, A. (2011). "An apparent viscosity function for shear thickening fluids". **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, 166(5–6), 321–325. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2011.01.001>

- Gan, J., Huang, Z., Yu, Q., Peng, G., Chen, Y., Xie, J., Nie, S., & Xie, M. (2020). "Microwave assisted extraction with three modifications on structural and functional properties of soluble dietary fibers from grapefruit peel". **Food Hydrocolloids**, **101**(July 2019), 105549. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105549>
- Gao, W., Chen, F., Wang, X., & Meng, Q. (2020). "Recent advances in processing food powders by using superfine grinding techniques: A review". **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, **19**(4), 2222–2255. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12580>
- Garcia-Mendoza, M. del P., Espinosa-Pardo, F. A., Baseggio, A. M., Barbero, G. F., Maróstica Junior, M. R., Rostagno, M. A., & Martínez, J. (2017). "Extraction of phenolic compounds and anthocyanins from juçara (*Euterpe edulis* Mart.) residues using pressurized liquids and supercritical fluids". **Journal of Supercritical Fluids**, **119**, 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2016.08.014>
- Gavahian, M., Mathad, G. N., Pandiselvam, R., Lin, J., & Sun, D. W. (2021). "Emerging technologies to obtain pectin from food processing by-products: A strategy for enhancing resource efficiency". **Trends in Food Science and Technology**, **115**(June), 42–54. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.06.018>
- Gerschenson, L. N., Fissore, E. N., Rojas, A. M., Idrovo Encalada, A. M., Zukowski, E. F., & Higuera Coelho, R. A. (2021). "Pectins obtained by ultrasound from agroindustrial by-products". **Food Hydrocolloids**, **118**(April), 106799. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106799>
- Gharibzahedi, S. M. T., Smith, B., & Guo, Y. (2019). "Ultrasound-microwave assisted extraction of pectin from fig (*Ficus carica* L.) skin: Optimization, characterization and bioactivity". **Carbohydrate Polymers**, **222**. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.114992>
- Giacomazza, D., Bulone, D., San Biagio, P. L., Marino, R., & Lapasin, R. (2018). "The role of sucrose concentration in self-assembly kinetics of high methoxyl pectin". **International Journal of Biological Macromolecules**, **112**, 1183–1190. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.02.103>
- Girón-Hernández, J., Pazmino, M., Barrios-Rodríguez, Y. F., Turo, C. T., Wills, C., Cucinotta, F., Benlloch-Tinoco, M., & Gentile, P. (2023). "Exploring the effect of utilising organic acid solutions in ultrasound-assisted extraction of pectin from

- apple pomace, and its potential for biomedical purposes". **Heliyon**, **9**(7). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e17736>
- Göksu, A., Duran, G., Çilingir, S., Çevik, M., & Sabanci, S. (2022). "Performance evaluation of pectin extraction from grapefruit peel powder by ohmic heating". **Journal of Food Processing and Preservation**, **46**(10), 1–12. <https://doi.org/10.1111/jfpp.16813>
- Gómez, B., Gullón, B., Yáñez, R., Schols, H., & Alonso, J. L. (2016). "Prebiotic potential of pectins and pectic oligosaccharides derived from lemon peel wastes and sugar beet pulp: A comparative evaluation". **Journal of Functional Foods**, **20**, 108–121. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.10.029>
- Grassino, A. N., Halambek, J., Djaković, S., Rimac Brnčić, S., Dent, M., & Grabarić, Z. (2016). "Utilization of tomato peel waste from canning factory as a potential source for pectin production and application as tin corrosion inhibitor". **Food Hydrocolloids**, **52**. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.06.020>
- Grispoldi, L., Ianni, F., Blasi, F., Pollini, L., Crotti, S., Cruciani, D., Cenci-Goga, B. T., & Cossignani, L. (2022). "Apple Pomace as Valuable Food Ingredient for Enhancing Nutritional and Antioxidant Properties of Italian Salami". **Antioxidants**, **11**(7). <https://doi.org/10.3390/antiox11071221>
- Gumul, D., Ziobro, R., Korus, J., & Kruczek, M. (2021). "Apple pomace as a source of bioactive polyphenol compounds in gluten-free breads". **Antioxidants**, **10**(5). <https://doi.org/10.3390/antiox10050807>
- Güneş, S., Manay, E., Şenyigit, E., & Özceyhan, V. (2011). "A Taguchi approach for optimization of design parameters in a tube with coiled wire inserts". **Applied Thermal Engineering**, **31**(14–15), 2568–2577. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2011.04.022>
- Guo, H., Li, H., Ran, W., Yu, W., Xiao, Y., Gan, R., & Gao, H. (2024). "Structural and functional characteristics of pectins from three cultivars of apple (*Malus pumila* Mill.) pomaces". **International Journal of Biological Macromolecules**, **269**, 132002. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.132002>
- Gurev, A., Cesko, T., Dragancea, V., Ghendov-Mosanu, A., Pintea, A., & Sturza, R. (2023). "Ultrasound- and Microwave-Assisted Extraction of Pectin from Apple Pomace and Its Effect on the Quality of Fruit Bars". **Foods**, **12**(14), 1–20. <https://doi.org/10.3390/foods12142773>

- Hamidon, N. H., & Zaidel, D. N. A. (2017). "Effect of extraction conditions on pectin yield extracted from sweet potato peels residues using hydrochloric acid". **Chemical Engineering Transactions**, **56**, 979–984. <https://doi.org/10.3303/CET1756164>
- Han, A. M., Yang, N., Jin, Y., Ali, B., & Xu, X. (2022). "Effects of induced voltage on pectin extraction from apple pomace compared with conventional heat extraction". **Journal of Food Process Engineering**, **45**(8). <https://doi.org/10.1111/jfpe.14064>
- Hassan, B., Chatha, S. A. S., Hussain, A. I., Zia, K. M., & Akhtar, N. (2018). "Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review". **International Journal of Biological Macromolecules**, **109**, 1095–1107. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.097>
- Hernández-Carranza, P., Ávila-Sosa, R., Guerrero-Beltrán, J. A., Navarro-Cruz, A. R., Corona-Jiménez, E., & Ochoa-Velasco, C. E. (2016). "Optimization of Antioxidant Compounds Extraction from Fruit By-Products: Apple Pomace, Orange and Banana Peel". **Journal of Food Processing and Preservation**, **40**(1), 103–115. <https://doi.org/10.1111/jfpp.12588>
- Hong, T., Yin, J. Y., Nie, S. P., & Xie, M. Y. (2021). "Applications of infrared spectroscopy in polysaccharide structural analysis: Progress, challenge and perspective". **Food Chemistry: X**, **12**(November), 100168. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2021.100168>
- Hoseinifar, S. H., Jahazi, M. A., Roghieh, M., Yousefi, M., Bayani, M., Mazandarani, M., Van Doan, H., & El-Haroun, E. R. (2021). "Dietary apple peel-derived pectin improved growth performance, antioxidant enzymes and immune response in common carp, *Cyprinus carpio*". **Aquaculture**, **535**(October 2020), 736311.
- Hosseini, S. S., Khodaiyan, F., Kazemi, M., & Najari, Z. (2019). "Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method". **International Journal of Biological Macromolecules**, **125**, 621–629. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.096>
- Hou, Z., Chen, S., & Ye, X. (2021). "High pressure processing accelerated the release of RG-I pectic polysaccharides from citrus peel". **Carbohydrate Polymers**, **263**(March), 118005. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118005>
- Hu, R., Lin, L., Liu, T., & Liu, S. (2010). "Dilute sulfuric acid hydrolysis of sugar maple wood extract at atmospheric pressure". **Bioresource Technology**, **101**(10),

- 3586–3594. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.01.005>
- Huang, J., Hu, Z., Hu, L., Li, G., Yao, Q., & Hu, Y. (2021). "Pectin-based active packaging: A critical review on preparation, physical properties and novel application in food preservation". **Trends in Food Science and Technology**, **118**, 167–178. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.09.026>
- Huang, J. yi, Liao, J. song, Qi, J. ru, Jiang, W. xin, & Yang, X. quan. (2021). "Structural and physicochemical properties of pectin-rich dietary fiber prepared from citrus peel". **Food Hydrocolloids**, **110**, 106140. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106140>
- Huang, X., Liu, Y., Zou, Y., Liang, X., Peng, Y., McClements, D. J., & Hu, K. (2019). "Encapsulation of resveratrol in zein/pectin core-shell nanoparticles: Stability, bioaccessibility, and antioxidant capacity after simulated gastrointestinal digestion". **Food Hydrocolloids**, **93**(December 2018), 261–269. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.02.039>
- Humerez-Flores, J. N., Verkempinck, S. H. E., Kyomugasho, C., Moldenaers, P., Van Loey, A. M., & Hendrickx, M. E. (2021). "Modified rhamnogalacturonan-rich apple pectin-derived structures: The relation between their structural characteristics and emulsifying and emulsion-stabilizing properties". **Foods**, **10**(7). <https://doi.org/10.3390/foods10071586>
- Huo, D., Dai, J., Yuan, S., Cheng, X., Pan, Y., Wang, L., & Wang, R. (2023). "Eco-friendly simultaneous extraction of pectins and phenolics from passion fruit (*Passiflora edulis* Sims) peel: Process optimization, physicochemical properties, and antioxidant activity". **International Journal of Biological Macromolecules**, **243**(June), 125229. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125229>
- Iñiguez-Moreno, M., Pizaña-Aranda, J. J. P., Ramírez-Gamboa, D., Ramírez-Herrera, C. A., Araújo, R. G., Flores-Contreras, E. A., Iqbal, H. M. N., Parra-Saldívar, R., & Melchor-Martínez, E. M. (2024). "Enhancing pectin extraction from orange peel through citric acid-assisted optimization based on a dual response". **International Journal of Biological Macromolecules**, **263**(January). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.130230>
- Jia, Y., Gao, X., Xue, Z., Wang, Y., Lu, Y., Zhang, M., Panichayupakaranant, P., & Chen, H. (2020). "Characterization, antioxidant activities, and inhibition on α -glucosidase activity of corn silk polysaccharides obtained by different extraction

- methods". **International Journal of Biological Macromolecules**, **163**, 1640–1648.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.068>
- Jiang, Y., Xu, Y., Li, F., Li, D., & Huang, Q. (2020). "Pectin extracted from persimmon peel: A physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation". **Food Hydrocolloids**, **101**, 105561. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105561>
- Jong, S. H., Abdullah, N., & Muhammad, N. (2023). "Effect of acid type and concentration on the yield, purity, and esterification degree of pectin extracted from durian rinds". **Results in Engineering**, **17**(February), 100974.
<https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.100974>
- Juarez-Enriquez, E., Olivas, G. I., Ortega-Rivas, E., Zamudio-Flores, P. B., Perez-Vega, S., & Sepulveda, D. R. (2019). "Water activity, not moisture content, explains the influence of water on powder flowability". **Lwt**, **100**(August 2018), 35–39.
<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.10.043>
- Kacuráková, M., Capek, P., Sasinková, V., Wellner, N., & Ebringerová, A. (2000). "FT-IR study of plant cell wall model compounds: Pectic polysaccharides and hemicelluloses". **Carbohydrate Polymers**, **43**(2), 195–203.
[https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(00\)00151-X](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(00)00151-X)
- Kaczmarek, A., Pieczywek, P. M., Cybulska, J., Cieśla, J., & Zdunek, A. (2024). "Structural and rheological properties of diluted alkali soluble pectin from apple and carrot". **Food Chemistry**, **446**(February).
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.138869>
- Kalapathy, U., & Proctor, A. (2001). "Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin". **Food Chemistry**, **73**(4), 393–396. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(00\)00307-1](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(00)00307-1)
- Kang, Y. R., & Chang, Y. H. (2024). "Structural and flow rheological properties of pumpkin pectic polysaccharide extracted by citric acid". **International Journal of Biological Macromolecules**, **265**, 130748.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.130748>
- Karbu, P., & Tugrul, N. (2021). "Microwave and ultrasound assisted extraction of pectin from various fruits peel". **Journal of Food Science and Technology**, **58**(2), 641–650. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04578-0>
- Karna, S. K., & Sahai, R. (2012). "An Overview on Taguchi Method An Overview on Taguchi Method". **International Journal of Engineering and Mathematical**

Sciences, **1**(June), 11–18

- Kausar, S., Murtaza, M. A., Hussain, A., Imran, M., Kabir, K., Najam, A., An, Q. U., Akram, S., Fatima, H., Batool, S. A., Shehzad, A., & Yaqub, S. (2024). "Apple pomace, a bioresource of functional and nutritional components with potential of utilization in different food formulations: A review". **Food Chemistry Advances**, **4**(June 2023), 100598. <https://doi.org/10.1016/j.focha.2023.100598>
- Kaya, M., Sousa, A. G., Crépeau, M. J., Sørensen, S. O., & Ralet, M. C. (2014). "Characterization of citrus pectin samples extracted under different conditions: Influence of acid type and pH of extraction". **Annals of Botany**, **114**(6), 1319–1326. <https://doi.org/10.1093/aob/mcu150>
- Kazemi, M., Khodaiyan, F., & Hosseini, S. S. (2019). "Utilization of food processing wastes of eggplant as a high potential pectin source and characterization of extracted pectin". **Food Chemistry**, **294**. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.063>
- Khamsucharit, P., Laohaphatanalert, K., Gavinlertvatana, P., Sriroth, K., & Sangseethong, K. (2018). "Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties". **Food Science and Biotechnology**, **27**(3). <https://doi.org/10.1007/s10068-017-0302-0>
- Kokkinaki, F., & Ordoudi, S. A. (2023). "Insights into the FTIR Spectral Fingerprint of Saffron (*Crocus sativus* L.) Stigmas After Gentle Drying Treatments". **Food and Bioprocess Technology**, **16**(12), 3057–3072. <https://doi.org/10.1007/s11947-023-03119-9>
- Kopac, J., Bahor, M., & Sokovic, M. (2002). "Optimal machining parameters for achieving the desired surface roughness in turning of cold pre-formed steel workpieces". **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, **42**, 707–716. <https://doi.org/10.24200/tjer.vol9iss1pp37-45>
- Korva, H., Kärkkäinen, J., Lappalainen, K., & Lajunen, M. (2016). "Spectroscopic study of natural and synthetic polysaccharide sulfate structures". **Starch/Staerke**, **68**(9–10), 854–863. <https://doi.org/10.1002/star.201600155>
- Koshy, J., & Sangeetha, D. (2024). "Recent progress and treatment strategy of pectin polysaccharide based tissue engineering scaffolds in cancer therapy, wound healing and cartilage regeneration". **International Journal of Biological Macromolecules**, **257**, 128594. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128594>

- Kruczek, M., Gumul, D., Kačániová, M., Ivanišková, E., Mareček, J., & Gambuś, H. (2017). "Industrial Apple Pomace By-Products As a Potential Source of Pro-Health Compounds in Functional Food". **Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences**, 7(1), 22–26. <https://doi.org/10.15414/jmbfs.2017.7.1.22-26>
- Kumar, A., & Chauhan, G. S. (2010). "Extraction and characterization of pectin from apple pomace and its evaluation as lipase (steapsin) inhibitor Extraction and characterization of pectin from apple pomace and its evaluation as lipase (steapsin) inhibitor". **Carbohydrate Polymers**, 82(2), 454–459. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.05.001>
- Kumar, A. M., Adesina, A. Y., Hussein, M. A., Umoren, S. A., Ramakrishna, S., & Saravanan, S. (2020). "Preparation and characterization of Pectin/Polypyrrole based multifunctional coatings on TiNbZr alloy for orthopaedic applications". **Carbohydrate Polymers**, 242(March), 116285. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116285>
- Kumar, K., Srivastav, S., & Sharanagat, V. S. (2021). "Ultrasound assisted extraction (UAE) of bioactive compounds from fruit and vegetable processing by-products: A review". **Ultrasonics Sonochemistry**, 70(August 2020), 105325. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105325>
- Kumar, S., Mukherjee, A., & Dutta, J. (2020). "Chitosan based nanocomposite films and coatings: Emerging antimicrobial food packaging alternatives". **Trends in Food Science and Technology**, 97(January), 196–209. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.01.002>
- Lal, A. M. N., Prince, M. V., Kothakota, A., Pandiselvam, R., Thirumdas, R., Mahanti, N. K., & Sreeja, R. (2021). "Pulsed electric field combined with microwave-assisted extraction of pectin polysaccharide from jackfruit waste". **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, 74(June), 102844. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2021.102844>
- Lee, K. Y., Shim, S. L., Jang, E. S., & Choi, S. G. (2024). "Ginsenoside stability and antioxidant activity of Korean red ginseng (*Panax ginseng* CA meyer) extract as affected by temperature and time". **Lwt**, 200(May), 116205. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.116205>
- Li, H., Li, Z., Wang, P., Liu, Z., An, L., Zhang, X., Xie, Z., Wang, Y., Li, X., & Gao, W. (2024). "Evaluation of citrus pectin extraction methods: Synergistic

- enhancement of pectin's antioxidant capacity and gel properties through combined use of organic acids, ultrasonication, and microwaves". **International Journal of Biological Macromolecules**, **266**, 131164. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.131164>
- Li, R., Xue, Z., Jia, Y., Wang, Y., Li, S., Zhou, J., Liu, J., Zhang, M., He, C., & Chen, H. (2021). "Polysaccharides from mulberry (*Morus alba* L.) leaf prevents obesity by inhibiting pancreatic lipase in high-fat diet induced mice". **International Journal of Biological Macromolecules**, **192**(September), 452–460. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.10.010>
- Li, W. J., Fan, Z. G., Wu, Y. Y., Jiang, Z. G., & Shi, R. C. (2019). "Eco-friendly extraction and physicochemical properties of pectin from jackfruit peel waste with subcritical water". **Journal of the Science of Food and Agriculture**, **99**, 5283–5292. <https://doi.org/10.1002/jsfa.9729>
- Li, X., Gao, K., Jinfeng, B., Wu, X., Li, X., & Guo, C. (2020). "Investigation of the effects of apple polyphenols on the chromatic values of weakly acidic lysine-fructose maillard system solutions". **Lwt**, **125**(December 2018), 109237. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109237>
- Liang, T., Hu, J., Song, H., Xiong, L., Li, Y., Zhou, Y., Mao, L., Tian, J., Yan, H., Gong, E., Fei, J., Sun, Y., Zhang, H., & Wang, X. (2022). "Comparative study on physicochemical characteristics, α -glucosidase inhibitory effect, and hypoglycemic activity of pectins from normal and Huanglongbing-infected navel orange peels". **Journal of Food Biochemistry**, **46**(10), 1–17. <https://doi.org/10.1111/jfbc.14280>
- Liang, Y., Yang, Y., Zheng, L., Zheng, X., Xiao, D., Wang, S., Ai, B., & Sheng, Z. (2022). "Extraction of Pectin from Passion Fruit Peel: Composition, Structural Characterization and Emulsion Stability". **Foods**, **11**(24), 1–12. <https://doi.org/10.3390/foods11243995>
- Licona-Aguilar, I., Torres-Huerta, A. M., Domínguez-Crespo, M. A., Palma-Ramírez, D., Conde-Barajas, E., Negrete-Rodríguez, M. X. L., Rodríguez-Salazar, A. E., & García-Zaleta, D. S. (2022). "Reutilization of waste biomass from sugarcane bagasse and orange peel to obtain carbon foams: Applications in the metal ions removal". **Science of the Total Environment**, **831**. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154883>
- Liew, S. Q., Ngoh, G. C., Yusoff, R., & Teoh, W. H. (2016). "Sequential ultrasound-

- microwave assisted acid extraction (UMAE) of pectin from pomelo peels". **International Journal of Biological Macromolecules**, **93**, 426–435. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.065>
- Liew, S. Q., Teoh, W. H., Tan, C. K., Yusoff, R., & Ngoh, G. C. (2018). "Subcritical water extraction of low methoxyl pectin from pomelo (*Citrus grandis* (L.) Osbeck) peels". **International Journal of Biological Macromolecules**, **116**, 128–135. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.05.013>
- Lin, D., Lopez-Sanchez, P., & Gidley, M. J. (2015). "Binding of arabinan or galactan during cellulose synthesis is extensive and reversible". **Carbohydrate Polymers**, **126**, 108–121. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.03.048>
- Ling, B., Ramaswamy, H. S., Lyng, J. G., Gao, J., & Wang, S. (2023). "Roles of physical fields in the extraction of pectin from plant food wastes and byproducts: A systematic review". **Food Research International**, **164**(December 2022), 112343. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.112343>
- Lingegowda, D. C., Kumar, J. K., Prasad, A. G. D., Zarei, M., & Gopal, S. (2013). "Ftir Spectroscopic Studies on Cleome Gynandra – Comparative". **Romanian Journal of Biophysics**, **22**(June 2014), 137–143.
- Lira-Ortiz, A. L., Reséndiz-Vega, F., Ríos-Leal, E., Contreras-Esquivel, J. C., Chavarría-Hernández, N., Vargas-Torres, A., & Rodríguez-Hernández, A. I. (2014). "Pectins from waste of prickly pear fruits (*Opuntia albicarpa* Scheinvar 'Reyna'): Chemical and rheological properties". **Food Hydrocolloids**, **37**, 93–99. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.10.018>
- Liu, D., Liu, X., Liu, J., Jermendi, É., Bi, J., & Schols, H. A. (2023). "A wide diversity exists in pectin structure from thirteen apple cultivars". **International Journal of Biological Macromolecules**, **244**(June). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125410>
- Liu, G., Xu, S., & Chen, L. (2012). "Chemical composition and bioactivities of a water-soluble polysaccharide from the endodermis of shaddock". **International Journal of Biological Macromolecules**, **51**(5), 763–766. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2012.07.012>
- Liu, H., Wei, X., Zu, S., Lin, X., Zhang, J., Shi, A., Wang, Q., & He, N. (2021). "Separation and identification of neutral oligosaccharides with prebiotic activities from apple pectin". **Food Hydrocolloids**, **121**(July), 107062.

<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107062>

- Liu, L., Cao, J., Huang, J., Cai, Y., & Yao, J. (2010). "Bioresource Technology Extraction of pectins with different degrees of esterification from mulberry branch bark". **Bioresource Technology**, **101**(9), 3268–3273. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.12.062>
- Liu, W., Xu, J., Shuai, X., Geng, Q., Guo, X., Chen, J., Li, T., Liu, C., & Dai, T. (2023). "The interaction and physicochemical properties of the starch-polyphenol complex: Polymeric proanthocyanidins and maize starch with different amylose/amylopectin ratios". **International Journal of Biological Macromolecules**, **253**(July). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126617>
- Liu, X. min, Liu, Y., Shan, C. hui, Yang, X. quan, Zhang, Q., Xu, N., Xu, L. ying, & Song, W. (2022). "Effects of five extraction methods on total content, composition, and stability of flavonoids in jujube". **Food Chemistry: X**, **14**(October 2021). <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2022.100287>
- Liu, X., Renard, C. M. G. C., Bureau, S., & Le Bourvellec, C. (2021). "Revisiting the contribution of ATR-FTIR spectroscopy to characterize plant cell wall polysaccharides". **Carbohydrate Polymers**, **262**(March), 117935. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117935>
- Liu, Y., Dong, M., Yang, Z., & Pan, S. (2016). "Anti-diabetic effect of citrus pectin in diabetic rats and potential mechanism via PI3K/Akt signaling pathway". **International Journal of Biological Macromolecules**, **89**, 484–488. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.05.015>
- Liu, Z., Guo, X., & Meng, H. (2020). "Added ferulic acid enhances the emulsifying properties of pectins from different sources". **Food Hydrocolloids**, **100**(July 2019), 105439. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105439>
- Luo, J., Xu, Y., & Fan, Y. (2019). "Upgrading Pectin Production from Apple Pomace by Acetic Acid Extraction". **Applied Biochemistry and Biotechnology**, **187**(4), 1300–1311. <https://doi.org/10.1007/s12010-018-2893-1>
- Lv, J. S., Liu, X. yan, Zhang, X. pan, & Wang, L. shuang. (2017). "Chemical composition and functional characteristics of dietary fiber-rich powder obtained from core of maize straw". **Food Chemistry**, **227**, 383–389. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.078>
- Lyu, F., Luiz, S. F., Azeredo, D. R. P., Cruz, A. G., Ajlouni, S., & Ranadheera, C. S.

- (2020). "Apple pomace as a functional and healthy ingredient in food products: A review". **Processes**, **8**(3). <https://doi.org/10.3390/pr8030319>
- M'sakni, N. H., Majdoub, H., Roudesli, S., Picton, L., Le Cerf, D., Rihouey, C., & Morvan, C. (2006). "Composition, structure and solution properties of polysaccharides extracted from leaves of *Mesembryanthemum crystallinum*". **European Polymer Journal**, **42**(4), 786–795. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2005.09.014>
- Ma, M. M., & Mu, T. H. (2016). "Effects of extraction methods and particle size distribution on the structural, physicochemical, and functional properties of dietary fiber from deoiled cumin". **Food Chemistry**, **194**, 237–246. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.07.095>
- Mahmoud, M. H., Abu-salem, F. M., & Azab, D. E. H. (2022). "Research Article A Comparative Study of Pectin Green Extraction Methods from Apple Waste : Characterization and Functional Properties". **International Journal of Food Science**, **2022**(1). <https://doi.org/10.1155/2022/2865921>
- Mai, X., Liu, Y., Tang, X., Wang, L., Lin, Y., Zeng, H., Luo, L., Fan, H., & Li, P. (2020). "Sequential extraction and enrichment of flavonoids from *Euonymus alatus* by ultrasonic-assisted polyethylene glycol-based extraction coupled to temperature-induced cloud point extraction". **Ultrasonics Sonochemistry**, **66**(December 2019), 105073. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105073>
- Mao, G., Wu, D., Wei, C., Tao, W., Ye, X., Linhardt, R. J., Orfila, C., & Chen, S. (2019). "Reconsidering conventional and innovative methods for pectin extraction from fruit and vegetable waste: Targeting rhamnogalacturonan I". **Trends in Food Science and Technology**, **94**, 65–78. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.11.001>
- Mao, Y., Lei, R., Ryan, J., Arrutia Rodriguez, F., Rastall, B., Chatzifragkou, A., Winkworth-Smith, C., Harding, S. E., Ibbett, R., & Binner, E. (2019). "Understanding the influence of processing conditions on the extraction of rhamnogalacturonan-I “hairy” pectin from sugar beet pulp". **Food Chemistry: X**, **2**, 100026. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2019.100026>
- Mao, Y., Robinson, J., & Binner, E. (2021). "Understanding heat and mass transfer processes during microwave-assisted and conventional solvent extraction". **Chemical Engineering Science**, **233**, 116418. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2020.116418>

- Maran, J. P., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K., & Sridhar, R. (2013). "Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel". **Carbohydrate Polymers**, *97*(2)703–709.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.05.052>
- Marcon, M., Carneiro, P. I. B., & Wosiacki, G. (2005). "Pectins from Apple Pomace - Characterization by ¹³ C and ¹H NMR Spectroscopy". **Ann. Magn. Reson.**, *4*(3), 56–63.
- Marić, M., Grassino, A. N., Zhu, Z., Barba, F. J., Brnčić, M., & Rimac Brnčić, S. (2018). "An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and by-products: Ultrasound-, microwaves-, and enzyme-assisted extraction". **Trends in Food Science and Technology**, *76*.
<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.03.022>
- McDougall, G. J., Shpiro, F., Dobson, P., Smith, P., Blake, A., & Stewart, D. (2005). "Different polyphenolic components of soft fruits inhibit α -amylase and α -glycosidase". **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, *53*(7), 2760–2766.
<https://doi.org/10.1021/jf0489926>
- Méndez, D. A., Fabra, M. J., Odriozola-Serrano, I., Martín-Belloso, O., Salvia-Trujillo, L., López-Rubio, A., & Martínez-Abad, A. (2022). "Influence of the extraction conditions on the carbohydrate and phenolic composition of functional pectin from persimmon waste streams". **Food Hydrocolloids**, *123*, 107066.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107066>
- Merheb, R., Abdel-Massih, R. M., & Karam, M. C. (2019). "Immunomodulatory effect of natural and modified Citrus pectin on cytokine levels in the spleen of BALB/c mice". **International Journal of Biological Macromolecules**, *121*, 1–5.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.09.189>
- Mierczyńska, J., Cybulska, J., & Zdunek, A. (2017). "Rheological and chemical properties of pectin enriched fractions from different sources extracted with citric acid". **Carbohydrate Polymers**, *156*. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.09.042>
- Mohamed, S. A. A., El-Sakhawy, M., & El-Sakhawy, M. A. M. (2020). "Polysaccharides, Protein and Lipid -Based Natural Edible Films in Food Packaging: A Review". **Carbohydrate Polymers**, *238*(February), 116178.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116178>
- Mohnen, D. (2008). "Pectin structure and biosynthesis". **Current Opinion in Plant**

- Biology**, *11*(3), 266–277). <https://doi.org/10.1016/j.pbi.2008.03.006>
- Morales-Contreras, B. E., Wicker, L., Rosas-Flores, W., Contreras-Esquivel, J. C., Gallegos-Infante, J. A., Reyes-Jaquez, D., & Morales-Castro, J. (2020). "Apple pomace from variety “Blanca de Asturias” as sustainable source of pectin: Composition, rheological, and thermal properties". **LWT**, *117*(January 2020), 108641. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108641>
- Morales-Contreras, B. E., Wicker, L., Rosas-Flores, W., Gallegos-Infante, J. A., Contreras-Esquivel, J. C., & Morales-Castro, J. (2024). "Enzymatic de-esterification and depolymerization of apple pomace (*Malus domestica* var. Blanca de Asturias) pectin impacts lipid digestion in vitro". **Food Hydrocolloids**, *146*, 109263. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.109263>
- Morris, G. A., Foster, T. J., & Harding, S. E. (2000). "The effect of the degree of esterification on the hydrodynamic properties of citrus pectin". **Food Hydrocolloids**, *14*(3), 227–235. [https://doi.org/10.1016/S0268-005X\(00\)00007-2](https://doi.org/10.1016/S0268-005X(00)00007-2)
- Muhidinov, Z. K., Ikromi, K. I., Jonmurodov, A. S., Nasriddinov, A. S., Usmanova, S. R., Bobokalonov, J. T., Strahan, G. D., & Liu, L. S. (2021). "Structural characterization of pectin obtained by different purification methods". **International Journal of Biological Macromolecules**, *183*(March), 2227–2237. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.05.094>
- Mukhiddinov, Z. K., Khalikov, D. K., Abdusamiev, F. T., & Avloev, C. C. (2000). "Isolation and structural characterization of a pectin homo and ramnogalacturonan". **Talanta**, *53*, 171–176.
- Muñoz-Almagro, N., Ruiz-Torralba, A., Méndez-Albiñana, P., Guerra-Hernández, E., García-Villanova, B., Moreno, R., Villamiel, M., & Montilla, A. (2021). "Berry fruits as source of pectin: Conventional and non-conventional extraction techniques". **International Journal of Biological Macromolecules**, *186*(2021), 962–974. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.016>
- Naik, M., Rawson, A., & Rangarajan, J. M. (2020). "Radio frequency-assisted extraction of pectin from jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) peel and its characterization". **Journal of Food Process Engineering**, *43*(6). <https://doi.org/10.1111/jfpe.13389>
- Nancy Picot-Allain, M. C., Amiri-Rigi, A., Abdoun-Ouallouche, K., Aberkane, L., Djefal-Kerrar, A., Mahomoodally, M. F., & Emmambux, M. N. (2022). "Assessing

- the bioactivity, cytotoxicity, and rheological properties of pectin recovered from citrus peels". **Food Bioscience**, **46**(September 2021), 101550. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.101550>
- Naqash, F., Masoodi, F. A., Gani, A., Nazir, S., & Jhan, F. (2021). "Pectin recovery from apple pomace: physico-chemical and functional variation based on methylesterification". **International Journal of Food Science and Technology**, **56**(9), 4669–4679. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15129>
- Naqash, F., Masoodi, F. A., Rather, S. A., Wani, S. M., & Gani, A. (2017). "Emerging concepts in the nutraceutical and functional properties of pectin—A Review". **Carbohydrate Polymers**, **168**. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.03.058>
- Nazzaro, F., Fratianni, F., Ombra, M. N., d'Acierno, A., & Coppola, R. (2018). "Recovery of biomolecules of high benefit from food waste". **Current Opinion in Food Science**, **22**, 43–54. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2018.01.012>
- Neckebroek, B., Verkempinck, S. H. E., Vaes, G., Wouters, K., Magnée, J., Hendrickx, M. E., & Van Loey, A. M. (2020). "Advanced insight into the emulsifying and emulsion stabilizing capacity of carrot pectin subdomains". **Food Hydrocolloids**, **102**, 10594. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105594>
- Orozco-Parra, J., Mejía, C. M., & Villa, C. C. (2020). "Development of a bioactive synbiotic edible film based on cassava starch, inulin, and Lactobacillus casei". **Food Hydrocolloids**, **104**(February), 105754. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105754>
- Ovodov, Y. S. (2009). "Current views on pectin substances". **Russian Journal of Bioorganic Chemistry**, **35**(3), 269–284. <https://doi.org/10.1134/S1068162009030017>
- Padmanabhan, P. A., Kim, D. S., Pak, D., & Sim, S. J. (2003). "Rheology and gelation of water-insoluble dextran from Leuconostoc mesenteroides NRRL B-523". **Carbohydrate Polymers**, **53**(4), 459–468. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(03\)00140-1](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(03)00140-1)
- Panwar, D., Panesar, P. S., & Chopra, H. K. (2024). "Green extraction of pectin from Citrus limetta peels using organic acid and its characterization". **Biomass Conversion and Biorefinery**, **14**, 159–171. <https://doi.org/10.1007/s13399-021-02127-z>

- Pasandide, B., Khodaiyan, F., Mousavi, Z. E., & Hosseini, S. S. (2017). "Optimization of aqueous pectin extraction from Citrus medica peel". **Carbohydrate Polymers**, **178**. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.08.098>
- Pasandide, B., Khodaiyan, F., Mousavi, Z., & Hosseini, S. S. (2018). "Pectin extraction from citron peel: optimization by Box–Behnken response surface design". **Food Science and Biotechnology**, **27**(4), 997–1005. <https://doi.org/10.1007/s10068-018-0365-6>
- Pattarapisitporn, A., Noma, S., Klangpetch, W., Demura, M., & Hayashi, N. (2024). "Extraction of citrus pectin using pressurized carbon dioxide and production of its oligosaccharides". **Food Bioscience**, **57**(January), 103584. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2024.103584>
- Pei, C. C., Hsien, T. S., Hsuan, F. C., Hsuan, H. L., Chi, C. C., & Yi, L. M. (2024). "Microwave- and ultrasound-assisted extraction of pectin yield and physicochemical properties from lemon peel". **Journal of Agriculture and Food Research**, **15**(January), 101009. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2024.101009>
- Peighambardoust, S. H. (2021). "Physicochemical, Thermal and Rheological Properties of Pectin". **Molecules**, **26**, 1413.
- Peng, J., Bu, Z., Ren, H., He, Q., Yu, Y., Xu, Y., Wu, J., Cheng, L., & Li, L. (2022). "Physicochemical, structural, and functional properties of wampee (Clausena lansium (Lour.) Skeels) fruit peel pectin extracted with different organic acids". **Food Chemistry**, **386**(October 2021). <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132834>
- Pereira, D. T. V., Tarone, A. G., Cazarin, C. B. B., Barbero, G. F., & Martínez, J. (2019). "Pressurized liquid extraction of bioactive compounds from grape marc". **Journal of Food Engineering**, **240**(February 2018), 105–113. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.07.019>
- Pereira, P. H. F., Oliveira, T. Í. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Moates, G. K., Wellner, N., Waldron, K. W., & Azeredo, H. M. C. (2016). "Pectin extraction from pomegranate peels with citric acid". **International Journal of Biological Macromolecules**, **88**. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.03.074>
- Périno, S., Pierson, J. T., Ruiz, K., Cravotto, G., & Chemat, F. (2016). "Laboratory to pilot scale: Microwave extraction for polyphenols lettuce". **Food Chemistry**, **204**, 108–114. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.02.088>

- Picot-Allain, M. C. N., Ramasawmy, B., & Emmambux, M. N. (2022). "Extraction, Characterisation, and Application of Pectin from Tropical and Sub-Tropical Fruits: A Review". **Food Reviews International**, *38*(3), 282–312. <https://doi.org/10.1080/87559129.2020.1733008>
- Pieczykolan, E., & Kurek, M. A. (2019). "Use of guar gum, gum arabic, pectin, beta-glucan and inulin for microencapsulation of anthocyanins from chokeberry". **International Journal of Biological Macromolecules**, *129*, 665–671. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.073>
- Pu, Y., Chen, L., He, X., Cao, J., & Jiang, W. (2023). "Soluble polysaccharides decrease inhibitory activity of banana condensed tannins against porcine pancreatic lipase". **Food Chemistry**, *418*(June 2022). <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.136013>
- Qi, T., Ren, J., Li, X., An, Q., Zhang, N., Jia, X., Pan, S., Fan, G., Zhang, Z., & Wu, K. (2023). "Structural characteristics and gel properties of pectin from citrus physiological premature fruit drop". **Carbohydrate Polymers**, *309*(February), 120682. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.120682>
- Qiao, H., Shao, H., Zheng, X., Liu, J., Liu, J., Huang, J., Zhang, C., Liu, Z., Wang, J., & Guan, W. (2021). "Modification of sweet potato (*Ipomoea batatas* Lam.) residues soluble dietary fiber following twin-screw extrusion". **Food Chemistry**, *335*(November 2019), 127522. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127522>
- Qin, C., Yang, G., Zhu, C., & Wei, M. (2022). "Characterization of edible film fabricated with HG-type hawthorn pectin gained using different extraction methods". **Carbohydrate Polymers**, *285*(February), 119270. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119270>
- Qin, D., & Xi, J. (2021). "Flash extraction: An ultra-rapid technique for acquiring bioactive compounds from plant materials". **Trends in Food Science and Technology**, *112*(April), 581–591. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.04.025>
- Qin, Z., Liu, H. M., Lv, T. T., & Wang, X. De. (2020). "Structure, rheological, thermal and antioxidant properties of cell wall polysaccharides from Chinese quince fruits". **International Journal of Biological Macromolecules**, *147*, 1146–1155. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.083>
- Qureshi, Z. S., Deshmukh, K. M., Jagtap, S. R., Nandurkar, N. S., & Bhanage, B. M. (2009). "Ultrasound assisted regioselective sulfonation of aromatic compounds with sulfuric acid". **Ultrasonics Sonochemistry**, *16*(3), 308–311.

<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2008.10.001>

- Rabetafika, H. N., Bchir, B., Blecker, C., & Richel, A. (2014). "Fractionation of apple by-products as source of new ingredients: Current situation and perspectives". **Trends in Food Science and Technology**, *40*(1), 99–114. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.08.004>
- Rahmani, Z., Khodaiyan, F., Kazemi, M., & Sharifan, A. (2020). "Optimization of microwave-assisted extraction and structural characterization of pectin from sweet lemon peel". **International Journal of Biological Macromolecules**, *147*. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.079>
- Ramos-Aguilar, A. L., Victoria-Campos, C. I., Ochoa-Reyes, E., Ornelas-Paz, J. de J., Zamudio-Flores, P. B., Rios-Velasco, C., Reyes-Hernández, J., Pérez-Martínez, J. D., & Ibarra-Junquera, V. (2017). "Physicochemical properties of apple juice during sequential steps of the industrial processing and functional properties of pectin fractions from the generated pomace". **Lwt**, *86*, 465–472. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.08.030>
- Rana, S., Gupta, S., Rana, A., & Bhushan, S. (2015). "Functional properties, phenolic constituents and antioxidant potential of industrial apple pomace for utilization as active food ingredient". **Food Science and Human Wellness**, *4*(4), 180–187. <https://doi.org/10.1016/j.fshw.2015.10.001>
- Rascón-Chu, A., Martínez-López, A. L., Carvajal-Millán, E., Ponce de León-Renova, N. E., Márquez-Escalante, J. A., & Romo-Chacón, A. (2009). "Pectin from low quality “Golden Delicious” apples: Composition and gelling capability". **Food Chemistry**, *116*(1), 101–103. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.02.016>
- Re, R., Pellegrini, Nicoletta Proteggente, Anna, Pannala, A., Yang, M., Rice-Evans, C. (1999). "Antioxidant Activity Applying An Improved Abts Radical". **Free Radical Biology & Medicine**, *26*(98), 1231–1237. [https://doi.org/10.1016/S0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/S0891-5849(98)00315-3)
- Reichembach, L. H., & de Oliveira Petkowicz, C. L. (2020). "Extraction and characterization of a pectin from coffee (*Coffea arabica* L.) pulp with gelling properties". **Carbohydrate Polymers**, *245*(June), 116473. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116473>
- Reichembach, L. H., Guerrero, P., Lúcia, C., Petkowicz, D. O., & De, K. (2024). "Valorization of pectins from coffee wastes for the development of pectin-chitosan

- films". **Carbohydrate Polymers**, **334**(February), 122057. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122057>
- Reichembach, L. H., & Lúcia de Oliveira Petkowicz, C. (2021). "Pectins from alternative sources and uses beyond sweets and jellies: An overview". **Food Hydrocolloids**, **118**(April), 106824. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106824>
- Reis, S. F., Rai, D. K., & Abu-Ghannam, N. (2012). "Water at room temperature as a solvent for the extraction of apple pomace phenolic compounds". **Food Chemistry**, **135**(3), 1991–1998. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.06.068>
- Ren, Y. yuan, Zhu, Z. Y., Sun, H. qing, & Chen, L. J. (2017). "Structural characterization and inhibition on α -glucosidase activity of acidic polysaccharide from *Annona squamosa*". **Carbohydrate Polymers**, **174**, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.05.092>
- Ribeiro, A. C. B., Cunha, A. P., Ribeiro, M. E. N. P., Trevisan, M. T. S., Azul, F. V. C. S., Leal, L. K. A. M., & Ricardo, N. M. P. S. (2021). "Cashew apple pectin as a carrier matrix for mangiferin : Physicochemical characterization , in vitro release and biological evaluation in human neutrophils". **International Journal of Biological Macromolecules**, **171**, 275–287. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.01.001>
- Riveros-Gomez, M., Zalazar-García, D., Mut, I., Torres-Sciancalepore, R., Fabani, M. P., Rodriguez, R., & Mazza, G. (2022). "Multiobjective Optimization and Implementation of a Biorefinery Production Scheme for Sustainable Extraction of Pectin from Quince Biowaste". **ACS Engineering Au**, **2**(6), 496–506. <https://doi.org/10.1021/acsengineeringau.2c00018>
- Rocha, C. M. R., Genisheva, Z., Ferreira-Santos, P., Rodrigues, R., Vicente, A. A., Teixeira, J. A., & Pereira, R. N. (2018). "Electric field-based technologies for valorization of bioresources". **Bioresource Technology**, **254**(January), 325–339. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.01.068>
- Rockwell, P. L., Kiechel, M. A., Atchison, J. S., Toth, L. J., & Schauer, C. L. (2014). "Various-sourced pectin and polyethylene oxide electrospun fibers". **Carbohydrate Polymers**, **107**(1), 110–118. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.026>
- Rodsamran, P., & Sothornvit, R. (2019). "Microwave heating extraction of pectin from lime peel: Characterization and properties compared with the conventional heating method". **Food Chemistry**, **278**, 364–372.

<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.11.067>

- Roman-Benn, A., Contador, C. A., Li, M. W., Lam, H. M., Ah-Hen, K., Ulloa, P. E., & Ravanal, M. C. (2023). "Pectin: An overview of sources, extraction and applications in food products, biomedical, pharmaceutical and environmental issues". **Food Chemistry Advances**, 2(January), 100192. <https://doi.org/10.1016/j.focha.2023.100192>
- Roy, S., Priyadarshi, R., Łopusiewicz, L., Biswas, D., Chandel, V., & Rhim, J. W. (2023). "Recent progress in pectin extraction, characterization, and pectin-based films for active food packaging applications: A review". **International Journal of Biological Macromolecules**, 239(December 2022). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124248>
- Rubio-Senent, F., Rodríguez-Gutiérrez, G., Lama-Muñoz, A., & Fernández-Bolaños, J. (2015). "Pectin extracted from thermally treated olive oil by-products: Characterization, physico-chemical properties, invitro bile acid and glucose binding". **Food Hydrocolloids**, 43, 311–321. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.06.001>
- Sabancı, S., Çevik, M., & Göksu, A. (2021). "Investigation of time effect on pectin production from citrus wastes with ohmic heating assisted extraction process". **Journal of Food Process Engineering**, 44(6), 1–10. <https://doi.org/10.1111/jfpe.13689>
- Saeidy, S., Omid, P., Nasirpour, A., & Keramat, J. (2023). "Physicochemical and functional properties of cross linked and high pressure homogenized sugar beet pectin: A comparative study". **Food Hydrocolloids**, 134(June 2022), 108041. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.108041>
- Salamon, I., Mariychuk, R., & Grulova, D. (2015). "Optimal extraction of pure anthocyanins from fruits of *Sambucus nigra*". **Acta Horticulturae**, 1061, 73–78. <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2015.1061.6>
- Santos, E. E., Amaro, R. C., Bustamante, C. C. C., Guerra, M. H. A., Soares, L. C., & Froes, R. E. S. (2020). "Extraction of pectin from agroindustrial residue with an ecofriendly solvent: use of FTIR and chemometrics to differentiate pectins according to degree of methyl esterification". **Food Hydrocolloids**, 107, 105921. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105921>
- Sayah, M. Y., Chabir, R., Benyahia, H., Kandri, Y. R., Chahdi, F. O., Touzani, H., &

- Errachidi, F. (2016). "Yield, esterification degree and molecular weight evaluation of pectins isolated from orange and grapefruit peels under different conditions". **Plos One**, *11*(9). <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0161751>
- Schmidt, U. S., Koch, L., Rentschler, C., Kurz, T., Endreß, H. U., & Schuchmann, H. P. (2015). "Effect of Molecular Weight Reduction, Acetylation and Esterification on the Emulsification Properties of Citrus Pectin". **Food Biophysics**, *10*(2), 217–227. <https://doi.org/10.1007/s11483-014-9380-1>
- Schmidt, U. S., Schütz, L., & Schuchmann, H. P. (2017). "Interfacial and emulsifying properties of citrus pectin: Interaction of pH, ionic strength and degree of esterification". **Food Hydrocolloids**, *62*, 288–298. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.08.016>
- Seixas, F. L., Fukuda, D. L., Turbiani, F. R. B., Garcia, P. S., Petkowicz, C. L. d. O., Jagadevan, S., & Gimenes, M. L. (2014). "Extraction of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f.flavicarpa*) by microwave-induced heating". **Food Hydrocolloids**, *38*, 186–192. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.001>
- Sengar, A. S., Rawson, A., Muthiah, M., & Kalakandan, S. K. (2020). "Comparison of different ultrasound assisted extraction techniques for pectin from tomato processing waste". **Ultrasonics Sonochemistry**, *61*. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.104812>
- Sengkhampan, N., Sagis, L. M. C., de Vries, R., Schols, H. A., Sajjaanantakul, T., & Voragen, A. G. J. (2010). "Physicochemical properties of pectins from okra (*Abelmoschus esculentus* (L.) Moench)". **Food Hydrocolloids**, *24*(1), 35–41. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.07.007>
- Setiowati, A. D., Saeedi, S., Wijaya, W., & Van der Meeren, P. (2017). "Improved heat stability of whey protein isolate stabilized emulsions via dry heat treatment of WPI and low methoxyl pectin: Effect of pectin concentration, pH, and ionic strength". **Food Hydrocolloids**, *63*, 716–726. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.10.025>
- Shalini, R., & Gupta, D. K. (2010). "Utilization of pomace from apple processing industries: A review". **Journal of Food Science and Technology**, *47*(4), 365–371. <https://doi.org/10.1007/s13197-010-0061-x>
- Sharifi, A., Hamidi-Esfahani, Z., Ahmadi Gavligi, H., & Saberian, H. (2022). "Assisted ohmic heating extraction of pectin from pomegranate peel". **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, *172*(December 2021),

108760. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2021.108760>
- Sharma, R., Kamboj, S., Khurana, R., Singh, G., & Rana, V. (2015). "Physicochemical and functional performance of pectin extracted by QbD approach from *Tamarindus indica* L. pulp". **Carbohydrate Polymers**, **134**. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.07.073>
- Shivamathi, C. S., Gunaseelan, S., Soosai, M. R., Vignesh, N. S., Varalakshmi, P., Kumar, R. S., Karthikumar, S., Kumar, R. V., Baskar, R., Rigby, S. P., Syed, A., Elgorban, A. M., & Ganesh Moorthy, I. M. (2022). "Process optimization and characterization of pectin derived from underexploited pineapple peel biowaste as a value-added product". **Food Hydrocolloids**, **123**(May 2021), 107141. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107141>
- Shivamathi, S. C., Gunaseelan, S., Rahul, M., Sakthi, N., Varalakshmi, P., Shyam, R., Karthikumar, S., Kumar, R. V., Baskar, R., Patrick, S., Syed, A., Elgorban, A. M., Muthu, I., & Moorthy, G. (2022). "Process optimization and characterization of pectin derived from underexploited pineapple peel biowaste as a value-added product". **Food Hydrocolloids**, **123**(August 2021), 107141. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107141>
- Shrestha, L., Kulig, B., Moschetti, R., Massantini, R., Pawelzik, E., Hensel, O., & Sturm, B. (2020). "Optimisation of physical and chemical treatments to control browning development and enzymatic activity on fresh-cut apple slices". **Foods**, **9**(1). <https://doi.org/10.3390/foods9010076>
- Shurvell, H. F. (2001). "Spectra– Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared". **Handbook of Vibrational Spectroscopy**. <https://doi.org/10.1002/0470027320.s4101>
- Singh, R. P., Chidambara Murthy, K. N., & Jayaprakasha, G. K. (2002). "Studies on the antioxidant activity of pomegranate (*Punica granatum*) peel and seed extracts using in vitro models". **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, **50**(1), 81–86. <https://doi.org/10.1021/jf010865b>
- Singhal, S., & Swami Hulle, N. R. (2022). "Citrus pectins: Structural properties, extraction methods, modifications and applications in food systems – A review". **Applied Food Research**, **2**(2), 100215. <https://doi.org/10.1016/j.afres.2022.100215>
- Singleton, V. L., Orthofer, R., Lamuela-Raventós, R. M. (1999). "Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu

- reagent". **Methods in Enzymology**, **299**(1974), 152–178.
[https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99017-1](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99017-1)
- Spinei, M., & Oroian, M. (2023). "Structural, functional and physicochemical properties of pectin from grape pomace as affected by different extraction techniques". **International Journal of Biological Macromolecules**, **224**(August 2022), 739–753. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.10.162>
- Su, D. L., Li, P. J., Quek, S. Y., Huang, Z. Q., Yuan, Y. J., Li, G. Y., & Shan, Y. (2019). "Efficient extraction and characterization of pectin from orange peel by a combined surfactant and microwave assisted process". **Food Chemistry**, **286**(February), 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.01.200>
- Sucheta, Misra, N. N., & Yadav, S. K. (2020). "Extraction of pectin from black carrot pomace using intermittent microwave, ultrasound and conventional heating: Kinetics, characterization and process economics". **Food Hydrocolloids**, **102**. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105592>
- Sun, X., Cameron, R. G., & Bai, J. (2020). "Effect of spray-drying temperature on physicochemical, antioxidant and antimicrobial properties of pectin/sodium alginate microencapsulated carvacrol". **Food Hydrocolloids**, **100**(July 2019), 105420. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105420>
- Sun, X., Wang, H., Han, X., Chen, S., Zhu, S., & Dai, J. (2014). "Fingerprint analysis of polysaccharides from different Ganoderma by HPLC combined with chemometrics methods". **Carbohydrate Polymers**, **114**, 432–439. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.08.048>
- Sun, Z., Wang, S., Zhou, C., Ma, Z., & Qian, F. (2023). "Optimization of ultrasound assisted organic acid extraction of pectin from pomelo peel by response surface methodology and its preliminary characterization". **Biomass Conversion and Biorefinery**, **14**, 20129-20141 . <https://doi.org/10.1007/s13399-023-04200-1>
- Taboada, E., Fisher, P., Jara, R., Zúñiga, E., Gidekel, M., Carlos, J., Pereira, E., Gutiérrez-moraga, A., Villalonga, R., & Cabrera, G. (2010). "Isolation and characterisation of pectic substances from murta (Ugni molinae Turcz) fruits". **Food Chemistry**, **123**(3), 669–678. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.05.030>
- Talekar, S., Patti, A. F., Vijayraghavan, R., & Arora, A. (2018). "Bioresource Technology An integrated green biore fi nery approach towards simultaneous

- recovery of pectin and polyphenols coupled with bioethanol production from waste pomegranate peels". **Bioresource Technology**, **266**(June), 322–334. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.06.072>
- Talens, P., Castells, M. L., Verdú, S., Barat, J. M., & Grau, R. (2021). "Flow, viscoelastic and masticatory properties of tailor made thickened pea cream for people with swallowing problems". **Journal of Food Engineering**, **292**(May 2020), 110265. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110265>
- Tamaki, Y., Konishi, T., Fukuta, M., & Tako, M. (2008). "Isolation and structural characterisation of pectin from endocarp of Citrus depressa". **Food Chemistry**, **107**, 352–361. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.08.027>
- Tan, H., & Nie, S. (2020). "Deciphering diet-gut microbiota-host interplay: Investigations of pectin". **Trends in Food Science and Technology**, **106**(October), 171–181. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.10.010>
- Tan, J., Hua, X., Liu, J., Wang, M., Liu, Y., Yang, R., & Cao, Y. (2020). "Extraction of sunflower head pectin with superfine grinding pretreatment". **Food Chemistry**, **320**. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126631>
- Tan, Y., Chang, S. K. C., & Zhang, Y. (2017). "Comparison of α -amylase, α -glucosidase and lipase inhibitory activity of the phenolic substances in two black legumes of different genera". **Food Chemistry**, **214**, 259–268. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.06.100>
- Tang, Y., He, X., Liu, G., Wei, Z., Sheng, J., Sun, J., Li, C., Xin, M., Li, L., & Yi, P. (2023). "Effects of different extraction methods on the structural, antioxidant and hypoglycemic properties of red pitaya stem polysaccharide". **Food Chemistry**, **405**(May 2022), 134804. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.134804>
- Tao, Y., Wu, P., Dai, Y., Luo, X., Manickam, S., Li, D., Han, Y., & Loke Show, P. (2022). "Bridge between mass transfer behavior and properties of bubbles under two-stage ultrasound-assisted physisorption of polyphenols using macroporous resin". **Chemical Engineering Journal**, **436**(January), 135158. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.135158>
- Taqi, A., Farcot, E., Robinson, J. P., & Binner, E. R. (2020). "Understanding microwave heating in biomass-solvent systems". **Chemical Engineering Journal**, **393**(January), 124741. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124741>
- Teng, H., He, Z., Li, X., Shen, W., Wang, J., Zhao, D., Sun, H., Xu, X., Li, C., & Zha,

- X. (2022). "Chemical structure, antioxidant and anti-inflammatory activities of two novel pectin polysaccharides from purple passion fruit (*Passiflora edulia* Sims) peel". **Journal of Molecular Structure**, **1264**, 133309. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2022.133309>
- Thu Dao, T. A., Webb, H. K., & Malherbe, F. (2021). "Optimization of pectin extraction from fruit peels by response surface method: Conventional versus microwave-assisted heating". **Food Hydrocolloids**, **113**. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106475>
- Tian, L., Singh, A., & Singh, A. V. (2020). "Synthesis and characterization of pectin-chitosan conjugate for biomedical application". **International Journal of Biological Macromolecules**, **153**, 533–538. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.02.313>
- Tovar, A. K., Godínez, L. A., Espejel, F., Ramírez-zamora, R., & Robles, I. (2019). "Optimization of the integral valorization process for orange peel waste using a design of experiments approach : Production of high-quality pectin and activated carbon". **Waste Management**, **85**, 202–213. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.12.029>
- Tran, N. T. K., Bao, V., Tran, T. Van, & Nguyen, T. T. T. (2023). "Microwave-assisted extraction of pectin from jackfruit rags: Optimization, physicochemical properties and antibacterial activities". **Food Chemistry**, **418**(March), 135807. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.135807>
- Vaez, S., Karimi, K., Denayer, J. F. M., & Kumar, R. (2023). "Evaluation of apple pomace biochemical transformation to biofuels and pectin through a sustainable biorefinery". **Biomass and Bioenergy**, **172**(November 2022), 106757. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2023.106757>
- Van Der Gonde, T., Hartog, A., Van Hees, C., Pellikaan, H., & Pieters, T. (2016). "Systematic review of the mechanisms and evidence behind the hypocholesterolaemic effects of HPMC, pectin and chitosan in animal trials". **Food Chemistry**, **199**, 746–759. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.12.050>
- Vendruscolo, F., Albuquerque, P. M., Streit, F., Esposito, E., & Ninow, J. L. (2008). "Apple pomace: A versatile substrate for biotechnological applications". **Critical Reviews in Biotechnology**, **28**(1), 1–12. <https://doi.org/10.1080/07388550801913840>

- Venzon, S. S., Canteri, M. H. G., Granato, D., Demczuk, B., Maciel, G. M., Stafussa, A. P., & Haminiuk, C. W. I. (2015). "Physicochemical properties of modified citrus pectins extracted from orange pomace". **Journal of Food Science and Technology**. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1419-2>
- Verkempinck, S. H. E., Kyomugasho, C., Salvia-Trujillo, L., Denis, S., Bourgeois, M., Van Loey, A. M., Hendrickx, M. E., & Grauwet, T. (2018). "Emulsion stabilizing properties of citrus pectin and its interactions with conventional emulsifiers in oil-in-water emulsions". **Food Hydrocolloids**, **85**. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.07.014>
- Villamil-Galindo, E., & Piagentini, A. M. (2022). "Sequential ultrasound-assisted extraction of pectin and phenolic compounds for the valorisation of 'Granny Smith' apple peel". **Food Bioscience**, **49**(August), 101958. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.101958>
- Vojvodić Cebin, A., Komes, D., & Ralet, M. C. (2022). "Development and Validation of HPLC-DAD Method with Pre-Column PMP Derivatization for Monomeric Profile Analysis of Polysaccharides from Agro-Industrial Wastes". **Polymers**, **14**(3). <https://doi.org/10.3390/polym14030544>
- Voragen, A. G. J., Coenen, G. J., Verhoef, R. P., & Schols, H. A. (2009). "Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls". **Structural Chemistry**, **20**(2), 263–275. <https://doi.org/10.1007/s11224-009-9442-z>
- Wan, L., Yang, Z., Cai, R., Pan, S., Liu, F., & Pan, S. (2021). "Calcium-induced-gel properties for low methoxyl pectin in the presence of different sugar alcohols. **Food Hydrocolloids**, **112**(August 2020), 106252. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106252>
- Wang, H., Ding, J., & Ren, N. (2016). "Recent advances in microwave-assisted extraction of trace organic pollutants from food and environmental samples". **Trends in Analytical Chemistry**, **75**, 197–208. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2015.05.005>
- Wang, H., Kong, L., & Ziegler, G. R. (2019). "Food Hydrocolloids Fabrication of starch - Nanocellulose composite fibers by electrospinning". **Food Hydrocolloids**, **90**(August 2018), 90–98. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.11.047>
- Wang, J., Hu, S., Nie, S., Yu, Q., & Xie, M. (2016). "Reviews on Mechanisms of in Vitro Antioxidant Activity of Polysaccharides". **Oxidative Medicine and Cellular**

- Longevity**. <https://doi.org/10.1155/2016/5692852>
- Wang, R., Liang, R., Dai, T., Chen, J., Shuai, X., & Liu, C. (2019). "Pectin-based adsorbents for heavy metal ions: A review". **Trends in Food Science and Technology**, **91**(July), 319–329. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.07.033>
- Wang, S., Chen, F., Wu, J., Wang, Z., Liao, X., & Hu, X. (2007). "Optimization of pectin extraction assisted by microwave from apple pomace using response surface methodology". **Journal of Food Engineering**, **78**(2), 693–700. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.11.008>
- Wang, W., Chen, W., Zou, M., Lv, R., Wang, D., Hou, F., Feng, H., Ma, X., Zhong, J., Ding, T., Ye, X., & Liu, D. (2018). "Applications of power ultrasound in oriented modification and degradation of pectin: A review". **Journal of Food Engineering**, **234**, 98–107. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.04.016>
- Wang, W., Ma, X., Jiang, P., Hu, L., Zhi, Z., Chen, J., Ding, T., Ye, X., & Liu, D. (2016). "Characterization of pectin from grapefruit peel: A comparison of ultrasound-assisted and conventional heating extractions". **Food Hydrocolloids**, **61**, 730–739. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.06.019>
- Wang, W., Ma, X., Xu, Y., Cao, Y., Jiang, Z., Ding, T., Ye, X., & Liu, D. (2015). "Ultrasound-assisted heating extraction of pectin from grapefruit peel: Optimization and comparison with the conventional method". **Food Chemistry**, **178**, 106–114. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.01.080>
- Wang, W., Tang, R., Li, C., Liu, P., & Luo, L. (2018). "A BP neural network model optimized by Mind Evolutionary Algorithm for predicting the ocean wave heights". **Ocean Engineering**, **162**(April), 98–107. <https://doi.org/10.1016/j.oceaneng.2018.04.039>
- Wang, X., Chen, Q., & Lü, X. (2014). "Pectin extracted from apple pomace and citrus peel by subcritical water". **Food Hydrocolloids**, **38**, 129–137. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.003>
- Wang, X., & Lü, X. (2014). "Characterization of pectic polysaccharides extracted from apple pomace by hot-compressed water". **Carbohydrate Polymers**, **102**(1), 174–184. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.11.012>
- Wang, Y., Yang, Z., & Wei, X. (2010). "Sugar compositions, α -glucosidase inhibitory and amylase inhibitory activities of polysaccharides from leaves and flowers of *Camellia sinensis* obtained by different extraction methods". **International**

- Journal of Biological Macromolecules**, **47**(4), 534–539.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2010.07.007>
- Wathoni, N., Yuan Shan, C., Yi Shan, W., Rostinawati, T., Indradi, R. B., Pratiwi, R., & Muchtaridi, M. (2019). "Characterization and antioxidant activity of pectin from Indonesian mangosteen (*Garcinia mangostana* L.) rind". **Heliyon**.
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02299>
- Wefers, D., Bindereif, B., Karbstein, H. P., & van der Schaaf, U. S. (2018). "Whey protein-pectin conjugates: Linking the improved emulsifying properties to molecular and physico-chemical characteristics". **Food Hydrocolloids**, **85**(March), 257–266. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.06.030>
- Wei, X., Xu, K., Qin, W., Lv, S., & Guo, M. (2024). "Hawthorn (*Crataegus pinnatifida*) berries ripeness induced pectin diversity: A comparative study in physicochemical properties, structure, function and fresh-keeping potential". **Food Chemistry**, **455**(April), 139703. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.139703>
- Wen, C., Zhang, J., Zhang, H., Dzah, C. S., Zandile, M., Duan, Y., Ma, H., & Luo, X. (2018). "Advances in ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from cash crops – A review". **Ultrasonics Sonochemistry**, **48**(May), 538–549. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.07.018>
- Wikiera, A., Maja, G., Łukasz, B., Bożena, S., & Magdalena, M. (2021). "Enzymatically Extracted Apple Pectin Possesses Antioxidant and Antitumor Activity". **Molecules**, **26**(5), 1434.
- Wikiera, A., Mika, M., Starzyńska-Janiszewska, A., Stodolak, B. (2015). "Application of Celluclast 1.5L in apple pectin extraction". **Carbohydrate Polymers**, **134**, 251–257. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.07.051>
- Xi, J. (2017). "Ultrahigh pressure extraction of bioactive compounds from plants—A review". **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, **57**(6), 1097–1106. <https://doi.org/10.1080/10408398.2013.874327>
- Xiao, J., Huo, J., Jiang, H., & Yang, F. (2011). "Chemical compositions and bioactivities of crude polysaccharides from tea leaves beyond their useful date". **International Journal of Biological Macromolecules**, **49**(5), 1143–1151. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2011.09.013>
- Xu, F., Zhang, S., Waterhouse, G. I. N., Zhou, T., Du, Y., Sun-Waterhouse, D., & Wu, P. (2022). "Yeast fermentation of apple and grape pomaces affects subsequent

- aqueous pectin extraction: Composition, structure, functional and antioxidant properties of pectins". **Food Hydrocolloids**, **133**(June), 107945. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.107945>
- Xu, Y., Guo, Y., Gao, Y., Niu, X., Wang, L., Li, X., Chen, H., Yu, Z., & Yang, Y. (2018). "Seperation, characterization and inhibition on α -glucosidase, α -amylase and glycation of a polysaccharide from blackcurrant fruits". **Lwt**, **93**(September 2017), 16–23. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.03.023>
- Yang, H., Wang, T., Oehme, D., Petridis, L., Hong, M., & Kubicki, J. D. (2018). "Structural factors affecting ^{13}C NMR chemical shifts of cellulose: a computational study". **Cellulose**, **25**(1), 23–36. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1549-6>
- Yang, J. S., Mu, T. H., & Ma, M. M. (2019). "Optimization of ultrasound-microwave assisted acid extraction of pectin from potato pulp by response surface methodology and its characterization". **Food Chemistry**, **289**, 351–359. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.027>
- Yang, N., Jin, Y., Zhou, Y., & Zhou, X. (2024). "Physicochemical characterization of pectin extracted from mandarin peels using novel electromagnetic heat". **International Journal of Biological Macromolecules**, **262**, 130212. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.130212>
- Yang, Y., Wang, Z., Hu, D., Xiao, K., & Wu, J. Y. (2018). "Efficient extraction of pectin from sisal waste by combined enzymatic and ultrasonic process". **Food Hydrocolloids**, **79**. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.11.051>
- Yapo, B. M. (2011a). "Pectic substances: From simple pectic polysaccharides to complex pectins - A new hypothetical model". **Carbohydrate Polymers**, **86**(2), 373–385. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.05.065>
- Yapo, B. M. (2011b). "Pectin Rhamnogalacturonan II: On the “Small Stem with Four Branches” in the Primary Cell Walls of Plants". **International Journal of Carbohydrate Chemistry**, 1–11. <https://doi.org/10.1155/2011/964521>
- Yi, T., Huang, X., Pan, S., & Wang, L. (2014). "Physicochemical and functional properties of micronized jincheng orange by-products (*Citrus sinensis* Osbeck) dietary fiber and its application as a fat replacer in yogurt". **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, **65**(5), 565–572. <https://doi.org/10.3109/09637486.2014.898252>

- Yilmaz-Turan, S., Gál, T., Lopez-Sanchez, P., Martinez, M. M., Menzel, C., & Vilaplana, F. (2023). "Modulating temperature and pH during subcritical water extraction tunes the molecular properties of apple pomace pectin as food gels and emulsifiers". **Food Hydrocolloids**, **145**(June). <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.109148>
- Yu, M., Xia, Y., Zhou, M., Guo, Y., Zheng, J., & Zhang, Y. (2021). "Effects of different extraction methods on structural and physicochemical properties of pectins from finger citron pomace". **Carbohydrate Polymers**, **258**. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117662>
- Yu, Y., Cui, L., Liu, X., Wang, Y., Song, C., Pak, U., Mayo, K. H., Sun, L., & Zhou, Y. (2022). "Determining Methyl-Esterification Patterns in Plant-Derived Homogalacturonan Pectins". **Frontiers in Nutrition**, **9**(July), 1–15. <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.925050>
- Yue, X. J., Xu, P. W., Zhu, Y., Hou, S. B., Luo, X. C., & Zhao, B. (2024). "Effect of hydrochloric acid and citric acid with ultrasound processing on characteristics of superfine-ground pectic polysaccharides from okra (*Abelmoschus esculentus* L.) peel". **International Journal of Biological Macromolecules**, **259**, 129076. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.129076>
- Yue, Y., Wang, B., Xi, W., Liu, X., Tang, S., Tan, X., Li, G., Huang, L., Liu, Y., & Bai, J. (2023). "Modification methods, biological activities and applications of pectin: A review". **International Journal of Biological Macromolecules**, **253**, 127523. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127523>
- Zannou, O., Pashazadeh, H., Ghellam, M., Ali Redha, A., & Koca, I. (2024). "Enhanced ultrasonically assisted extraction of bitter melon (*Momordica charantia*) leaf phenolic compounds using choline chloride-acetic acid-based natural deep eutectic solvent: an optimization approach and in vitro digestion". **Biomass Conversion and Biorefinery**, **14**(10), 11491–11503. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-03146-0>
- Zhang, F., Wang, T., Wang, X., & Lü, X. (2021). "Apple pomace as a potential valuable resource for full-components utilization: A review". **Journal of Cleaner Production**, **329**(22), 129676. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.129676>
- Zhang, F., Zhang, L., Chen, J., Du, X., Lu, Z., Wang, X., Yi, Y., Shan, Y., Liu, B., Zhou, Y., Wang, X., & Lü, X. (2022). "Systematic evaluation of a series of pectic

- polysaccharides extracted from apple pomace by regulation of subcritical water conditions". **Food Chemistry**, **368**(22), 130833. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130833>
- Zhang, L., Ye, X., Ding, T., Sun, X., Xu, Y., & Liu, D. (2013). "Ultrasound effects on the degradation kinetics, structure and rheological properties of apple pectin". **Ultrasonics Sonochemistry**, **20**(1), 222–231. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.07.021>
- Zhang, L., Zhang, X., Liu, D., Ding, T., & Ye, X. (2015). "Effect of degradation methods on the structural properties of citrus pectin". **Lwt**, **61**(2), 630–637. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.11.002>
- Zhang, S., He, Z., Cheng, Y., Xu, F., Cheng, X., & Wu, P. (2021). "Physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation of RG-I enriched pectic polysaccharides from *Cerasus humilis*". **Carbohydrate Polymers**, **260**(December 2020), 117824. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117824>
- Zhang, T., Wei, X., Miao, Z., Hassan, H., Song, Y., & Fan, M. (2016). "Screening for antioxidant and antibacterial activities of phenolics from Golden Delicious apple pomace". **Chemistry Central Journal**, **10**(1), 1–9. <https://doi.org/10.1186/s13065-016-0195-7>
- Zhang, W., Xu, P., & Zhang, H. (2015). "Pectin in cancer therapy: A review". **Trends in Food Science and Technology**, **44**(2). <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.04.001>
- Zhao, S., Yang, F., Liu, Y., Sun, D., Xiu, Z., Ma, X., Zhang, Y., & Sun, G. (2018). "Study of chemical characteristics, gelation properties and biological application of calcium pectate prepared using apple or citrus pectin". **International Journal of Biological Macromolecules**, **109**, 180–187. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.12.082>
- Zheng, J., Chen, J., Zhang, H., Wu, D., Ye, X., Linardt, R. J., & Chen, S. (2020). "Gelling mechanism of RG-I enriched citrus pectin: Role of arabinose side-chains in cation- and acid-induced gelation". **Food Hydrocolloids**, **101**(October 2019), 105536. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105536>
- Zheng, J., Li, H., Wang, D., Li, R., Wang, S., & Ling, B. (2021). "Radio frequency assisted extraction of pectin from apple pomace: Process optimization and comparison with microwave and conventional methods". **Food Hydrocolloids**, **121**(April), 107031. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107031>

- Zhishen, J., Mengcheng, T., & Jianming, W. (1999). "The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals". **Food Chemistry**, **64**(4), 555–559. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00102-2](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00102-2)
- Zhou, J., Liu, D., Xia, W., Guo, Y., Luo, Y., & Xue, J. (2023). "International Journal of Biological Macromolecules Physicochemical and functional properties of RG-I enriched pectin extracted from thinned-young apples". **International Journal of Biological Macromolecules**, **236**(December 2022), 123953. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.123953>
- Zhou, S., Xu, Y., Wang, C., & Tian, Z. (2011). "Pyrolysis behavior of pectin under the conditions that simulate cigarette smoking". **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, **91**(1), 232–240. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2011.02.015>
- Zhu, Z., Song, X., Yao, J., Li, Z., Jiang, Y., Yu, Q., Huang, Z., Liu, H., Xiao, Y., & Dai, F. (2023). "Structural characteristics, functional properties, antioxidant and hypoglycemic activities of pectins from feijoa (*Acca sellowiana*) peel". **Food Chemistry**, **428**(July), 136819. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.136819>
- Zhu, Z. Y., Guo, M. Z., Liu, F., Luo, Y., Chen, L., Meng, M., Wang, X. T., & Zhang, Y. M. (2016). "Preparation and inhibition on α -D-glucosidase of low molecular weight polysaccharide from *Cordyceps militaris*". **International Journal of Biological Macromolecules**, **93**, 27–33. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.058>

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı: Mehmet HORZUM

Uyruğu: Türkiye (T.C)

Doğum Tarihi ve Yeri:

Medeni Durum:

E-mail:

Yazışma Adresi:

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Erciyes Üniversitesi. Gıda Mühendisliği	2018
Lisans	Erciyes Üniversitesi. Gıda Mühendisliği	2014
Lise	Aksu Anadolu Öğretmen Lisesi. Antalya	2009

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2018-2022	Göknur Gıda Maddeleri Enerji İmalat İthalat İhracat Ticaret ve Sanayi A.Ş.	Arge Proje Yürütücüsü

YABANCI DİL

İngilizce

YAYINLAR

Çevik K., Horzum M., Alaşalvar H., Yalçın H., Doğan M., 2023. Investigating the Effects of Various Surfactants on the Emulsion and Powder of Hazelnut Oil, Food and Bioprocess Technology. <https://doi.org/10.1007/s11947-023-03031-2>

Yetiman A., Horzum M., Bahar D., Akbulut M., 2023. Assessment of Genomic and Metabolic Characteristics of Cholesterol-Reducing and GABA Producer *Limosilactobacillus fermentum* AGA52 Isolated from Lactic Acid Fermented Shalgam

Based on "In Silico" and "In Vitro" Approaches, Probiotics and Antimicrobial Proteins.
<https://doi.org/10.1007/s12602-022-10038-2>

Tanrısevdi H., Doğan M., Horzum M., " Wheat Bran Fiber Production by Pre-Applied Ultrasound Method: Mixed Level Taguchi L18 Orthogonal Array Optimization", 13. Uluslararası Bilimsel Araştırmalar Kongresi, Ankara, TÜRKİYE, 12-18 Mart 2022 (Oral Presentation).

Doğan, M., Horzum, M., "Effect of the particle size on the technological properties of apple dietary insoluble fiber obtained by using different drying and milling techniques", 4th International Conference on Food Chemistry and Technology, Berlin, Germany, November 5-7, 2018 (Oral Presentation).