



ALKOLSÜZ İÇECEKLERDE BAZI KALİTE KRİTERLERİNİN BELİRLENMESİ

HANİFE ALTINSOY

YÜKSEK LİSANS TEZİ

BESİN ANALİZLERİ VE BESLENME BİLİM DALI

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

TEMMUZ 2023

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Hanife ALTINSOY

14/07/2023

ALKOLSÜZ İÇECEKLERDE BAZI KALİTE KRİTERLERİNİN BELİRLENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hanife ALTINSOY

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Temmuz 2023

ÖZET

Bu çalışmada, meyve sularında pH, briks, elektrik iletkenliği, toplam fenolik madde içeriği, furfural bileşiklerinin miktarı gibi kalite kriterlerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında Ankara'da tüketime sunulan 100 adet olmak üzere yedi farklı markanın (A, B, C, D, E, F, G) 4 çeşit meyve suyu (ananas, elma, nar, üzüm) ve şalgam suyu örnekleri analiz edilmiştir. Meyve sularında furfural bileşiklerinin analizleri diyot dizinli dedektörlü, yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC-DAD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. 5-hidroksimetilfurfural (5-HMF) ve furfural analizleri geniş konsantrasyon aralıklarında doğrusal sonuç vermiştir (5-HMF: $R^2 > 0,999$; furfural: $R^2 > 0,999$). 5-HMF ve furfural'ın ortalama geri kazanımları sırasıyla %109,1 ve %98,5 olarak bulunmuştur. 5-HMF'nin tespit sınırı (LOD) ve ölçme sınırı (LOQ) değerleri sırasıyla 0,0153 mg/L ve 0,0463 mg/L olarak tespit edilmiştir. Bu değerler furfural için sırasıyla 0,0136 mg/L ve 0,0413 mg/L olarak belirlenmiştir. Meyve sularında ortalama 5-HMF değerleri ananas, elma, nar ve üzüm suları için sırasıyla $0,054 \pm 0,034$ mg/L, $0,052 \pm 0,056$ mg/L, $0,661 \pm 0,451$ mg/L, $0,092 \pm 0,047$ mg/L olarak bulunmuştur. Şalgam suyunda 5-HMF miktarı $0,003 \pm 0,003$ mg/L olarak belirlenmiştir. Meyve sularında ortalama furfural değerleri ananas, elma, nar ve üzüm suları için sırasıyla $0,007 \pm 0,004$ mg/L, $0,006 \pm 0,008$ mg/L, $0,087 \pm 0,059$ mg/L ve $0,012 \pm 0,006$ mg/L olarak bulunmuştur. Şalgam suyunda furfural tespit edilememiştir. En yüksek toplam fenolik madde (TFM) nar suyunda ($399,87 \pm 149,80$ mg/L), en düşük TFM ananas suyunda ($49,31 \pm 16,54$ mg/L) belirlenmiştir. pH, elektrik iletkenliği, briks gibi diğer parametreler genel olarak standartlara uygun bulunmuştur. 5-HMF içeriği işlem sırasında aşırı ısınmaya veya yetersiz depolama koşullarına işaret ettiği için genellikle gıda endüstrisinde bir kalite göstergesi olarak kabul edilmektedir. Tüketici sağlığı ve gıda güvenliği açısından potansiyel olarak toksik olan bu proses kirleticilerinin tespit edilmesi oldukça önemlidir.

Bilim Kodu : 1064.1

Anahtar Kelimeler : 5-HMF, Furfural, Toplam Fenolik Madde, Alkolsüz içecek, HPLC

Sayfa Adedi : 72

Danışman : Doç. Dr. Burak DEMİRHAN

DETERMINATION OF SOME QUALITY CRITERIA IN NON-ALCOHOLIC
BEVERAGES

(M. Sc. Thesis)

Hanife ALTINSOY

GAZİ UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF HEALTH SCIENCES

July 2023

ABSTRACT

In this study, the aim was to determine quality criteria such as pH, Brix, electrical conductivity, total phenolic content, and the amount of furfural compounds in fruit juices. As part of the study, 4 different fruit juice samples (pineapple, apple, pomegranate, grape) and turnip juice sample from seven different brands (A, B, C, D, E, F, G), totaling 100 samples available in Ankara, were analyzed. The analysis of furfural compounds in the fruit juices was carried out using high-performance liquid chromatography with a diode array detector (HPLC-DAD). The analysis of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) and furfural provided linear results over a wide concentration range (5-HMF: $R^2 > 0.999$; furfural: $R^2 > 0.999$). The average recoveries of 5-HMF and furfural were found to be 109.1% and 98.5%, respectively. The limit of detection (LOD) and the limit of quantification (LOQ) values for 5-HMF were determined as 0.0153 mg/L and 0.0463 mg/L, respectively. These values were determined as 0.0136 mg/L and 0.0413 mg/L for furfural. The mean 5-HMF values in fruit juices were found as 0.054 ± 0.034 mg/L, 0.052 ± 0.056 mg/L, 0.661 ± 0.451 mg/L, 0.092 ± 0.047 mg/L for pineapple, apple, pomegranate and grape juices, respectively. The amount of 5-HMF in turnip juice was determined as 0.003 ± 0.003 mg/L. The mean furfural values in fruit juices were found as 0.007 ± 0.004 mg/L, 0.006 ± 0.008 mg/L, 0.087 ± 0.059 mg/L and 0.012 ± 0.006 mg/L for pineapple, apple, pomegranate and grape juices, respectively. Furfural could not be detected in turnip juice. The highest total phenolic content (TPC) determined in pomegranate juice (399.87 ± 149.80 mg/L), the lowest TPC determined in pineapple juice (49.31 ± 16.54 mg/L). Other parameters such as pH, electrical conductivity, brix were generally found to compliance with the standards. The 5-HMF content is generally accepted as a quality indicator in the food industry, as it indicates overheating during processing or inadequate storage conditions. The detection of these process contaminants, which can potentially be toxic for consumer health and food safety, is of great importance.

Science Code : 1064.1

Key Words : 5-HMF, Furfural, Total Phenolic Content, Non-Alcoholic Beverage, HPLC

Page Number : 72

Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Burak DEMİRHAN

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca bana desteklerini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübeleriyle bana yol gösteren, yüksek lisans tezimin oluşmasında her aşamada yanımda olan Sayın Danışman Hocam Doç. Dr. Burak DEMİRHAN'a,

Yüksek lisans eğitimimi tamamlamama olan inancıyla her konuda bana yardımcı olan ve yol gösteren Sayın Hocam Prof. Dr. Buket ER DEMİRHAN'a,

Laboratuvar çalışmalarımda her zaman yanımda olan ve beni destekleyen Sayın Hocam Arş. Gör. Dr. İnci BARUT'a,

Eğitim öğretim hayatım boyunca benden maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen annem Güler ALTINSOY, babam Ahmet ALTINSOY ve canım kardeşlerime,

Sevgi ve dostluğu ile her zaman yanımda olan arkadaşım Ece AKGÜL'e,

Son olarak, bana bilimsel çalışma ortamı ve fırsatı veren Gazi Üniversitesi'ne,

Tüm içtenliğimle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER	4
2.1. 5-HMF Yapısı ve Özellikleri	4
2.2. 5-HMF Oluşum Mekanizmaları.....	5
2.3. 5-HMF Oluşumunu Etkileyen Faktörler	6
2.4. 5-HMF Metabolizması.....	6
2.5. 5-HMF'nin Sağlık Üzerine Etkileri	7
2.6. Gıdalarda 5-HMF Oluşumu	8
2.7. Yasal Düzenlemeler	11
2.8. 5-HMF Tayini	12
2.9. Meyve Suyu Tüketiminin Sağlık Üzerine Etkileri.....	12
2.10. Şalgam Suyu.....	16
2.11. Gıdalarda Fenolik Bileşikler.....	17
3. GEREÇ VE YÖNTEM.....	23
3.1. Gereç ve Kimyasallar	23
3.1.1. Gereç	23
3.1.2. Deneylerde kullanılan kimyasallar	23

	Sayfa
3.1.3. Deneylerde kullanılan cihaz ve ekipmanlar	24
3.2. Meyve Sularında 5-HMF ve Furfural Tayini	25
3.2.1. Kalibrasyon	25
3.2.2. Gıda örneklerinin analize hazırlanması ve yöntemin uygulanması	25
3.2.3. Standart eğrinin oluşturulması	26
3.2.4. Yöntemin tekrarlanabilirliği.....	27
3.2.5. Yöntemin doğruluğu ve verimin hesaplanması	29
3.2.6. Tespit sınırı (LOD) ve ölçme sınırı (LOQ) değerleri.....	29
3.3. Meyve Sularında Toplam Fenolik Bileşik Tayini	30
3.3.1. Kalibrasyon	30
3.3.2. Gıda örneklerinin analize hazırlanması ve yöntemin uygulanması	30
3.3.3. Standart eğrinin oluşturulması	31
3.4. pH Ölçümü	32
3.5. Briks Ölçümü	32
3.6. Elektrik İletkenliği Ölçümü	32
3.7. İstatistiksel Analiz.....	32
4. BULGULAR	35
5. TARTIŞMA.....	45
6. SONUÇ VE ÖNERİLER	53
KAYNAKLAR	55
EKLER.....	65
Ek-1. 25 mg/L’de 5-HMF ve furfural kalibrasyonuna ait kromatogramlar	66
Ek-2. Ananas suyu örneğine ait kromatogramlar	67
Ek-3. Elma suyu örneğine ait kromatogramlar	68
Ek-4. Nar suyu örneğine ait kromatogramlar	69
Ek-5. Üzüm suyu örneğine ait kromatogramlar	70

Sayfa

Ek-6. Şalgam suyu örneğine ait kromatogramlar	71
ÖZGEÇMİŞ	72



ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Meyve suyu ve püresinin briks değerleri (TGK 2014)	14
Çizelge 3.1. 5-HMF ve furfural analizinde kullanılan cihaz, ekipman ve genel laboratuvar malzeme bilgileri.....	24
Çizelge 3.2. 5-HMF standartlarına ait konsantrasyonlar ve pik alanları	26
Çizelge 3.3. Furfural standartlarına ait konsantrasyonlar ve pik alanları	27
Çizelge 3.4. 5-HMF için gün içi tekrarlanabilirlik ve %RSD değeri	28
Çizelge 3.5. Furfural için gün içi tekrarlanabilirlik ve %RSD değeri	28
Çizelge 3.6. 5-HMF % verim değeri	29
Çizelge 3.7. Furfural % verim değeri	29
Çizelge 3.8. Meyve sularının fenolik madde standart eğrisi	31
Çizelge 4.1. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin 5-HMF değerleri.....	35
Çizelge 4.2. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin furfural değerleri.....	36
Çizelge 4.3. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin pH değerleri	37
Çizelge 4.4. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin briks değerleri.....	37
Çizelge 4.5. Meyve suyu örneklerinin iletkenlik değerleri	38
Çizelge 4.6. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin TFM değerleri.....	38
Çizelge 4.7. Ananas suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması	39
Çizelge 4.8. Elma suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması.....	40
Çizelge 4.9. Nar suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması	41
Çizelge 4.10. Üzüm suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması	42
Çizelge 4.11. Şalgam suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması	43

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Furfural kimyasal yapısı (Koskinen 2021).....	4
Şekil 2.2. 5-Hidroksimetil furfural kimyasal yapısı (Koskinen 2021).....	4
Şekil 3.1. Meyve sularına ait 5-HMF kalibrasyon eğrisi.	26
Şekil 3.2. Meyve sularına ait furfural kalibrasyon eğrisi.	27
Şekil 3.3. Meyve suyu fenolik madde kalibrasyon eğrisi	31



SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklamalar

%	Yüzde
µg/L	Mikrogram /Litre
µg/mL	Mikrogram/Mililitre
µS/cm	Mikrosiemens/Santimetre
°C	Santigrat Derece
pH	Asitlik Bazlık Birimi
GAE/L	Gallik Asit Eşdeğeri/Litre
mg/kg	Miligram/Kilogram
mg/L	Miligram/Litre
°Briks	Sulu Bir Çözeltideki Çözünmüş Şeker Derecesi
g/hl	Gram/Hektolitre

Kısaltmalar

Açıklamalar

ABD	Amerika Birleşik Devletleri
DG	Deoksiglukozon
DGE	Dideoksiglukozon
DNA	Deoksiribo Nükleik Asit
DSÖ	Dünya Sağlık Örgütü
EFSA	European Food Safety Authority
FAO	The Food and Agriculture Organization of the United Nations
FDA	U.S. Food and Drug Administration
FDCA	Furandikarboksilik Asit

Kısaltmalar**Açıklamalar****5-HMF**

5-Hidroksimetilfurfural

HMFA

Hidroksimetilfuroik Asit

HPLC

High Performance Liquid Chromatography

IARC

The International Agency for Research on Cancer

IFFJP

The International Federation of Fruit Juice Processors

IHC

The International Honey Commission

KVH

Kardiyovasküler Hastalıklar

LOD

Limit of Detection

LOQ

Limit of Quantification

MS

Mass Spectrometry

NEB

Non-Enzymatic Browning

NTP

National Toxicology Program

ROS

Reactive Oxygen Species

SMF

Sülfoksimetilfurfural

TGK

Türk Gıda Kodeksi

TED

Tespit Edilemeyen Düzey

TFM

Toplam Feanolik Madde

TSE

Türk Standartları Enstitüsü

UV

Ultraviyole

VA

Vücut Ağırlığı

1. GİRİŞ

İnsanların yaşam tarzındaki değişiklikler, gıda maddelerinin endüstriyel işleme, depolama ve nakliyesindeki değişiklikleri teşvik etmiştir. Gıda endüstrisindeki en yaygın uygulamalardan biri olan ısıtma işlemi, gıda güvenliğini sağlamak, gıda kalitesi ve raf ömrünü iyileştirmektedir (Martins, Alcantara, Silva, Melchert ve Rocha, 2022).

Isıtma işlemi, bazı gıdaların tekstürel ve duyu özelliklerinin şekillenmesi ve mikrobiyolojik güvenliğin sağlanması gibi gerekli özelliklerini elde etmek için uygulanan zorunlu bir işlemdir (Kowalski, Lukaszewicz, Duda-Chodak ve Zięć, 2013). Isıtma işlemi kullanılarak üretilen gıdalar içerisinde genellikle unlu mamuller, kahvaltılık tahıllar, kakao, kahve, meyve suları, reçeller, meyve bazlı bebek mamaları ve kahverengi şeker yer almaktadır (Arribas-Lorenzo ve Morales, 2010; Delgado-Andrade, Seiquer, Navarro ve Morales, 2008; Lee, Sakai, Manaf, Rodhi ve Saad, 2014; Petisca, Henriques, Pérez-Palacios, Pinho ve Ferreira, 2014; Polovková ve Šimko, 2017; Rada-Mendoza, Olano ve Villamiel, 2002; Sacchetti, Iannone, De Gregorio, Di Mattia, Serafini ve Mastrocola, 2016). Isıtma işlemi sırasında Maillard reaksiyonu, karamelizasyon, lipid oksidasyonu gibi farklı reaksiyonlar meydana gelmektedir. Bu reaksiyonlar sonucunda, duyumlarımız ve sağlığımız üzerinde olumlu etkileri olan maddeler ortaya çıkabildiği gibi, aynı zamanda kirletici maddeler de meydana gelebilmektedir (Švecová ve Mach, 2017). Bu kirleticilerden birisi de furanik bir bileşik olan 5-hidroksimetilfurfural (5-HMF)'dir (Capuano ve Fogliano, 2011).

5-HMF içeriği işlem sırasında aşırı ısınmaya veya yetersiz depolama koşullarına işaret ettiği için genellikle gıda endüstrisinde bir kalite göstergesi olarak kabul edilmektedir (Lee, Chen, Lin, Chen, Chen, Wu ve Hsieh, 2019).

Furfural ve 5-HMF, şekerin bozunmasıyla ortaya çıkan yan ürünler olup, gıda ürünlerinin ambalajlanması ve işlenmesi sırasında oluşan veya ayrı olarak ekstraksiyon çözücüsü ve aroma maddesi olarak eklenmesiyle meydana gelen ürünlerdir. Isıtma işlemi, meyve sularının asidik ortamında glikoz ve fruktoz gibi heksoz şekerlerini parçalayarak Maillard Reaksiyonu'nun ara ürünleri olan furanların oluşmasına neden olmaktadır. Ayrıca, C vitamini (askorbik asit), düşük pH ve yüksek sıcaklıkta furfural oluşturmak üzere parçalanmaktadır. İnsanlar furfural ve türevlerine gıda yoluyla maruz kalmaktadır ve furfural'ın oral toksisitesinin sıçanlarda 80 - 127 mg/kg vücut ağırlığı (va) ve farelerde 418

- 500 mg/kg va arasında olduđu bildirilmiřtir. Furfural ve turevleri, meyve sularında bozulmaya bađlı olarak oluřan enzimatik olmayan kahverengileřmenin gořtergeleridir. Bu nedenle ieceklerde ve meyve sularında ieriklerinin belirlenmesi nem tařıamaktadır (Mehrotra, Rai ve Sharma, 2022).

Trk Gıda Kodeksi Meyve Suyu ve Benzeri rnler Tebliđi’ne gre meyve suyu “Sađlam, olgun, taze veya sođukta ya da dondurularak muhafaza edilmiř, tek meyvenin veya daha fazla meyve karıřımının yenilebilir kısımlarından elde edilen, elde edildiđi meyve ve meyvelerin karakteristik renk, aroma ve tadına sahip, fermente olmamıř ancak fermente olabilen rn” řeklinde tanımlanmaktadır (TGK, 2014).

Meyve sularının retiminde mikrobiyal riskleri ve enzim aktivitesini azaltmak, rn stabilitesini sađlamak ve muhafazasını kolaylařtırmak iin ayıklama, presleme, durultma, pastrizasyon ve konsantrasyon gibi iřlemlere ihtiya duyulmaktadır (Cemerođlu ve Karadeniz, 2001). Pastrizasyon, bu iřlemler arasında insan sađlıđını ve rn kalitesini en ok etkileyen kritik adımlardan biridir. Amerikan Gıda ve İla Dairesi (FDA), meyve suyunda hedeflenen mikroorganizma sayısında 5 log azalmaya yol aan bir iřlemi pastrizasyon standardı olarak belirlemiřtir. Meyve suyu pastrizasyonu genellikle ısıl iřlemle gerekleřtirilmektedir. Ancak bu iřlem uucu bileřenler, C ve E vitaminleri, karotenoidler, antosiyaninler, organik asitler, pH ve renk gibi besleyici ve fizikokimyasal zelliklerde olumsuz deđiřikliklere neden olabilmektedir (Diner ve Topuz, 2018).

Meyve suyu kalitesinin ođu ham maddesinin veya ieriđinin, yani meyveler, su, tatlandırıcılar, katkı maddeleri ve koruyucuların kalitesine bađlıdır (Ashurst, Hargitt ve Palmer, 2017).

Trk Standartları Enstitsne gre řalgam suyu, “Bulgur unu, ekři hamur, ime suyu ve yemeklik tuzun karıřtırılıp laktik asit fermantasyonuna tabi tutulduktan sonra elde edilen ztn, kara havu, řalgam ve istenirse acı toz biber ilave edilerek hazırlanan karıřımın tekrar laktik asit fermantasyonuna tabi tutulması ile elde edilen ve istenildiđinde ısıl iřlem ile dayanıklı hale getirilen bir rn” olarak tanımlanmıřtır (Anonymous, 2003).

Fenolik bileřikler, yiyecek, meyve suları ve ieceklerin antioksidan zelliklerine katkıda bulunur ve beslenme iin gereklidir. eřitli koruyucu ve hastalıkla mcadele edici

özellikleri vardır. Fenolik bileşikler antioksidan özelliklere katkıda bulunur ve bu bileşikler arasında flavonoid, flavonol, flavonolol, flavonon, izoflavon, flavon, antosiyanidin, flavanalol, kalkon, antosiyanin, klorojenik asit izomeri, sinnamik ve benzoik asit, stilben, lignin, lignan, tanen, tokoferol ve tokotrienoller bulunur. Meyvelerde, sebzelerde, tahıllarda, kabuklu yemişlerde, yağlı tohumlarda, otlarda ve diğer bitki materyallerinde bulunurlar (Medina, 2011).

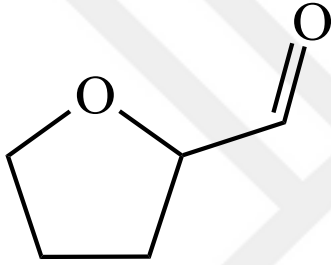
Bu çalışmada, Ankara piyasasından sağlanan 4 çeşit meyve suyu ve şalgam suyunda pH, briks, elektrik iletkenliği, toplam fenolik madde içeriği, furfural bileşiklerinin miktarı gibi kalite kriterleri belirlenmiştir. Tüketici sağlığı ve gıda güvenliği düşünüldüğünde ülkemizde yaygın olarak tüketilen bu alkolsüz içeceklerin; uygun endüstriyel işleme ve uygun depolama koşullarına sahip olup olmadığı, sağlık için yararlı fenolik bileşik içerikleri değerlendirilmiş ve bu doğrultuda tüketiciyi bilinçlendirmek amaçlanmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. 5-HMF Yapısı ve Özellikleri

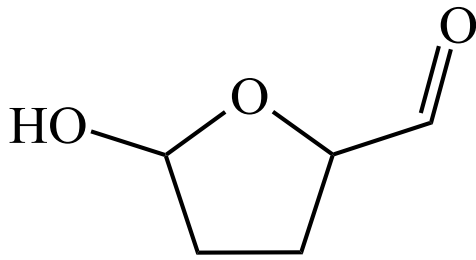
Gıdalarda doğal olarak bulunan bir bileşik olan 5-HMF, yüksek sıcaklık işlemlerine tabi tutulan gıdalardaki monosakkaritlerin (glikoz ve fruktoz) dehidrasyonundan elde edilmektedir (Godoy, Valderrama, Furtado ve Boroski, 2022).

Furfural, Şekil 2.1'de görülebileceği gibi, bir furan halkası ve halkaya bağlı bir aldehit fonksiyonel grubu (-CHO) içeren organik bileşiklerdir (Koskinen 2021).



Şekil 2.1. Furfural kimyasal yapısı (Koskinen 2021).

5-HMF, furfuralların furan halkası ve aldehit fonksiyonel grubuna ek olarak, Şekil 2.2'de görüldüğü gibi bir alkol fonksiyonel grubuna (-OH) sahiptir (Koskinen, 2021).



Şekil 2.2. 5-Hidroksimetil furfural kimyasal yapısı (Koskinen 2021).

5-HMF, düşük erime noktasına sahip, ancak suda yüksek oranda çözünür olan katı, sarı bir maddedir (Shapla, Solayman, Alam, Khalil ve Gan, 2018). Aromatik alkol, aromatik aldehit ve furan halkasına sahip olan 5-HMF'nin ($C_6O_6H_3$) molekül ağırlığı 126,11 gr/mol ve yoğunluğu 1,29 gr/cm³'tür (Alpözen, 2009).

Furfural, yaygın olarak Maillard Reaksiyonu sırasında oluşan ve gıda ürünlerinin tadında, tekstüründe ve renginde değişikliklere yol açan güçlü bir aroma bileşiğidir. Isıl işlem görmüş gıda ürünlerinde kolay biriktiği için, özellikle ısıtma adımlarının ürünün kalitesini ve güvenliğini değiştirebileceği proseslerde belirteç olarak kullanılabilir. Furfural, yüksek konsantrasyonlarda istenmeyen tatları belirlemek için bir tat bozukluğu göstergesi olarak da kullanılabilir (Gong, Zhou, Liu, Zhu, Li, Zhong ve Mao, 2021).

2.2. 5-HMF Oluşum Mekanizmaları

Gıdalarda termal işleme bağlı reaksiyonlar, aroma, tat ve renk gibi duysal özelliklerin meydana gelmesi açısından çok önemlidir. Bu termal işlemler gıda koruma sürecinde gerçekleştiğinde her zaman kalite üzerinde etkisi olmaktadır. Gıda ürünlerinin termal işlemi sırasında, Maillard Reaksiyonu veya enzimatik olmayan esmerleşme olarak adlandırılan süreçler meydana gelmektedir (Kowalski ve diğerleri, 2013).

5-HMF oluşumu için iki ana yol vardır. Birincisi, ısıtma işlemi ve asit katalizi altında şekerlerin karamelleştirilmesidir. Bu şekilde sükröz, serbest fruktoz ve fruktofuranozil katyonuna ayrıştırılabilir. Bu reaksiyon 250 °C'nin üzerindeki bir sıcaklıkta ve kuru pirolitik koşullar altında devam ederken, fruktofuranozil katyonu 5-HMF'ye dönüştürülebilir. 5-HMF'nin ikinci oluşum yolu Maillard Reaksiyonu'dur (Nguyen, Van der Fels-Klerx, Peters ve Van Boekel, 2016).

Maillard Reaksiyonu, işlenmiş gıdalarda yaygın olarak görülen enzimatik olmayan bir esmerleşme reaksiyonudur. Reaksiyon, ısı varlığında, bir Schiff bazı oluşturan indirgeyici şekerler (örneğin, glikoz, fruktoz) ve amino asitlerle başlamaktadır. Daha sonra Schiff bazı siklizasyonu, Heyns yeniden düzenleme ürünlerinin ve Amadori dönüşüm ürünlerinin oluşumuyla sonuçlanmaktadır. Bu ürünler kararsızdır ve esas olarak pH 7'nin altındaki değerlerde 1,2-enolizasyon ile çoğunlukla 1,2-eneaminole bozunmaktadırlar. 1,2-enolizasyon, 5-HMF oluşumunda belirleyici olan bir adımdır. Daha sonra 1,2-eneaminolün dehidrasyonu, 5-HMF oluşumunda önemli bir ara ürün olarak kabul edilen 3-deoksiglukozon (3-DG)'nin oluşumuna neden olmaktadır. Siklizasyon yoluyla 5-HMF elde edilmesinde son aşamada 3-DG dehidrasyonla 3,4-didesoksiglukozon (3,4-DGE) oluşturmaktadır (Lee ve diğerleri, 2019).

Lisinin ve/veya diğer aminoasitlerin serbest amino grubu ve glikoz veya maltoz gibi indirgeyici sakkaritlerin karbonil grupları öncül olarak Maillard Reaksiyonu'na girmektedir (Delgado-Andrade, Rufián-Henares ve Morales, 2009). Şekerlerin türü ve konsantrasyonu, aminoasitler, sıcaklık, zaman, pH, su aktivitesi, ayrılan maddeler, antioksidanlar, NaHSO_3 içeriği ve E vitamini 5-HMF oluşumunu etkileyen parametrelerdir (Nguyen ve diğerleri, 2016).

2.3. 5-HMF Oluşumunu Etkileyen Faktörler

Gıdada furan türevlerinin oluşumu, şekerin konsantrasyonu ve türü, pH, su aktivitesi ve pişirme sıcaklığından etkilenmektedir (Prata, Petrarca, Filho ve Godoy, 2021). Gökmen, Açar, Köksel ve Acar (2007), 5-HMF içeriğinin asidik koşullarda alkali koşullara göre daha yüksek olduğunu bildirmiştir.

5-HMF oluşumu ayrıca şekerin türüne de bağlıdır. Fruktoz, kararsız halka yapısı nedeniyle 250°C 'nin üzerindeki sıcaklıklarda glikozdan daha reaktiftir ve 5-HMF'nin neredeyse %90'ı fruktozdan kaynaklanmaktadır. Su aktivitesi, 5-HMF üretimi için temel bir parametre olup su aktivitesinin 5-HMF oluşumundaki etkisi üzerine yapılan araştırmalar sonucunda yüksek su aktivitesinin dehidrasyonu engellediği ve 5-HMF oluşumunu azalttığı belirtilmiştir. Kızartma, ızgara ve paneleme gibi ısı işlemlerle pişirilen gıdalarda 5-HMF içeriğinin nispeten yüksek olduğu ve bunun nedeninin, Maillard Reaksiyonu ürünlerinin oluşumunu hızlandıran yüksek sıcaklık ile ilgili olabileceği belirtilmektedir. Glikozun fruktoza izomerizasyon etkinliği de 5-HMF oluşumunu etkileyen bir faktördür. İzomerizasyon, glikozun 5-HMF'ye dönüşümünde ayrıca hız sınırlayıcı bir adımdır ve pH değişikliklerinden etkilenmektedir. (Lee ve diğerleri, 2019).

Örneğin pH 4,6'da fruktozun glikozdan beş kat daha fazla reaktiviteye sahip olduğu ve yüksek bir fruktoz:glikoz oranının reaksiyonu hızlandıracağı belirtilmektedir (Shapla ve diğerleri, 2018).

2.4. 5-HMF Metabolizması

5-HMF vücutta çoğunlukla mutajenik ve genotoksik olan 5-sülfooksimetilfurfurala (SMF) dönüştürülmektedir. Yapılan çalışmalarda sıçanlara ve farelere farklı dozlarda (0,08-500

mg/kg) 14C-işaretli 5-HMF'nin oral yolla verilmesi sonucunda, mide ve kolondan emilimin olduğu ve emilen 5-HMF'nin çoğunun kısa sürede idrar yoluyla atıldığı veya metabolize edildiği bildirilmiştir. In vivo çalışmalarda 0,08–500 mg/kg dozlarda 5-HMF'nin oral yoldan alınması sonucunda idrarda 2,5-furandikarboksilik asit (FDCA), 5-hidroksimetilfuroik asit (HMFA) ve 5-(hidroksimetil)-2-furoil glisin (HMFG) olmak üzere 3 farklı metabolit bulunduğu belirtilmiştir (Lee ve diğerleri, 2019).

Hardt-Stremayr ve diğerleri (2013), oral veya intravenöz olarak uygulanan 5-HMF'nin vücutta tamamen metabolize edildiğini ve HMFA, FDCA ve HMFG dahil olmak üzere üç metabolit ürettiğini, ancak dördüncü bir metabolit olan SMF'nin üretilebileceğini belirtmişlerdir. Godfrey, Chen, Griffin, Lebetkin ve Burka (1999), fare ve sıçanların idrarında HMFA, HMFG ve FDCA-6 tanımlamıştır. İnsanlarda da HMFA gibi metabolitlerin gıdalardan kaynaklandığı kanıtlanmıştır (Husoy ve diğerleri, 2008). HMF'nin erken aşamada 5-hidroksimetil-2-furanoik asite (HMFA) oksidasyonu ve ardından glisin ile konjugasyonu sonucunda N-(5-hidroksimetil-2-furoil) glisin (HMFG, HMFA'nın glisin konjugatı) olarak adlandırılan başlıca metabolitlerin oluşmasına ve bu metabolitlerin kolaylıkla idrarla atılmasına neden olmaktadır (Capuano ve Fogliano, 2011).

Delgado-Andrade ve diğerleri (2008), hücrelerin daha yüksek 5-HMF konsantrasyonuna maruz kaldığında 5-HMF'nin emilim ve taşınmasının daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Araştırmacılar, lif içeriği gibi gıda bileşiminin 5-HMF alımını etkileyebileceğini belirtmektedirler. Bunun yanı sıra, gastrointestinal sindirimden kaçan 5-HMF'nin enterik bakteri suşları tarafından kısmen furfuril alkolüne dönüştürülebileceği ileri sürülmüştür. [14C]-HMF kullanılarak yapılan bazı çalışmaların sonucunda, gıdayla birlikte alınan 5-HMF'nin hızla metabolize edildiğini ve başlıca idrar yoluyla atıldığını göstermektedir, ancak bazı kovalent bağlanmaların böbrek, mesane ve daha az bir ölçüde karaciğerde meydana geldiği belirtilmiştir (Capuano ve Fogliano, 2011).

2.5. 5-HMF'nin Sağlık Üzerine Etkileri

5-HMF'nin gıdalarla alınması, insanlar üzerinde kanserojen, genotoksik, organotoksik gibi olumsuz yan etkilere neden olabilmektedir (Choudhary ve diğerleri 2020).

5-HMF'nin yüksek konsantrasyonlarının sitotoksik olduđu gözleri, üst solunum yollarını, deriyi ve mukozayı tahriş ettiđi bildirilmiştir. 5-HMF'nin toksikolojik önemi belirsiz olmasına ve in vitro genotoksisite ve mutajenite çalışmalarında tartışmalı olmasına rağmen, termal olarak işlenmiş gıdalarda varlığı istenmeyen bir durumdur (Li ve diğeri, 2019).

2004 yılında FDA, başta kahve, konserve yiyecekler, bebek mamaları ve meyve suyu olmak üzere birçok ısıt işlemler görmüş gıdada furan tanımlamıştır (FDA, 2004). Konserve gıdalarda ısıt sterilizasyon sırasında oluşan furan buharlaşma ile kaybolmamakta ve birikmesine neden olmaktadır. Furan renksiz bir sıvıdır ve kaynama noktası 31 °C olduğundan oldukça uçucudur (Park, Jo ve Lee, 2021). Uluslararası Kanseri Araştırma Ajansı furan'ı, insanlar için muhtemel kanserojen (Grup 2B kanserojen) olarak belirtmiştir (IARC,1995).

5-HMF'nin mutajenik ve DNA üzerindeki etkileri nedeniyle gıda araştırmalarında önemi artmıştır (Güray ve diğeri, 2019).

5-HMF için başlıca endişe, SMF'ye dönüşümüyle ilgilidir. Furan türevleri hakkındaki görüşünde, EFSA, SMF'nin mutajenik özelliklerine dayanarak genotoksik potansiyel konusunda endişe duyulması gerektiği yönünde yeterli kanıt olduğunu belirtmiştir. Son araştırmalar, 5-HMF'in vücutta SMF'ye dönüşebildiğini göstermiştir. İnsanlarda ve hayvanlarda yapılan çalışmalarda bu dönüşümün gerçekleştiği tespit edilmiştir. İnsanlarda SMF'ye karşı daha duyarlı olan enzimlerin varlığı, fare deneylerinden elde edilen sonuçlardan daha yüksek bir risk olabileceğini göstermektedir. Yüksek miktarda 5-HMF alınmasa bile insanların sağlık açısından olumsuz etkilenebilecek miktarda SMF'ye maruz kalabileceği belirtilmektedir (Capuano ve Fogliano, 2011).

2.6. Gıdalarda 5-HMF Oluşumu

Gıda maddelerinin üretimi sırasında arzu edilen tatlar ve renkler gibi duyu niteliklerin yanı sıra sindirilebilirlik, güvenlik ve raf ömrünü iyileştirmek için farklı ısıt işlemler kullanılmaktadır. Bu işlemler sırasında potansiyel olarak toksik bileşikler, daha doğrusu bazı furan türevleri gibi ısı kaynaklı proses kirleticileri üretilmektedir (Prata ve diğeri, 2021).

Meyve suyunda 5-HMF oluşumuna hem Maillard tepkimesinin hem de asidik ortamdaki heksozların ısı etkisiyle dönüşümünün etkisi vardır (Ekşi ve Artık, 1986). 5-HMF ve furfural, meyve sularında aşırı termal işlem, depolama sıcaklığı ve depolama süresi tarafından indüklenen genel kalite bozulmasının bir göstergesi olarak kabul edilebilmektedir (Agcam, 2022).

Portakal suyu, limon suyu, çilek suyu vb. meyve sularının depolama sırasında esmerleşmesi, meyve suyu endüstrisinde önemli kalite bozulmalarındandır. Meyve suyunda esmerleşme, enzimatik ve/veya enzimatik olmayan esmerleşme (NEB) şeklinde meydana gelebilmektedir. Bununla birlikte, yoğun pastörizasyon işlemiyle kaliteyi düşüren enzimlerin çoğunun etkisiz hale getirilmesi sonucunda raf ömrü uzun olan pastörize meyve sularında, esmerleşmenin esas olarak NEB reaksiyonlarından kaynaklandığı belirtilmektedir. Askorbik asit bozunması, asit katalizli şeker bozunması ve Maillard Reaksiyonu, meyve sularının NEB'inden sorumlu reaksiyonlar olarak bildirilmiştir. Bununla birlikte, rafa dayanıklı narenciye sularında, askorbik asit bozunması NEB'e katkıda bulunmaktadır (Pham, Kityo, Buvé, Hendrickx ve Van Loey, 2020).

Isıl işlemler genellikle meyve ürünlerinin raf ömrünü uzatmak için uygulanmaktadır. Bununla birlikte, ısıl işlem sonucunda C vitamini kayıpları ve enzimatik olmayan esmerleşme nedeniyle meyve suyunun beslenme ve duyu kalite özelliği olumsuz etkilenebilmektedir (Hounhouigan, Linnemann, Soumanou ve Van Boekel, 2020).

5-HMF genellikle taze ve işlenmemiş gıdalarda bulunmaktadır. Ancak, ısıtma işlemlerinin bir sonucu olarak veya uzun süreli depolama nedeniyle konsantrasyonunun arttığı bildirilmektedir. Bu nedenle 5-HMF, bu tür gıdaların tazeliği ve kalitesi ile ilgili bilinen bir parametredir (Khalil, Sulaiman ve Gan, 2010).

Meyve suyu, bal, brendi, güçlendirilmiş şaraplar ve diğer içecekler gibi şeker açısından zengin gıdalarda ve ayrıca süt ürünleri, kahve, kurabiye, bira, soya sosu ve sirke gibi protein içeren gıdalarda furfurallar tespit edilmiştir (Gong ve diğerleri, 2021).

Ayrıca portakal, elma ve çilek suları ile balzamik sirkenin depolanması sırasında oluşan özellikle asidik veya yüksek sıcaklık ortamında ketopentoz ve heksozların dehidrasyonu

sonucu da 5-HMF oluşabilmektedir (Gaspar ve Lucena, 2009). Taze meyvelerin neredeyse 5-HMF içermediği belirtilmektedir (Güray, Yılmaz Tuncel, Tunçel ve Uysal, 2019).

Bal, nektar veya bal öz suyundan dehidrasyon ve sükrözün enzimatik reaksiyonu ile elde edilen doğal tatlı bir maddedir. Bal, antioksidan ve antimikrobiyal aktivitesi ve bağışıklığı geliştirici ve antitümör aktivitesi nedeniyle geleneksel bir ilaç olarak kullanılmaktadır. Balda iyi bilinen bir heterosiklik bileşik olan 5-HMF, genellikle uzun süreli depolama sırasında veya yüksek sıcaklığa veya her ikisine birden maruz kaldıktan sonra oluşmaktadır. 5-HMF oluşumunun balın kalitesini düşüren ve pigment gibi polimer öncüllerini oluşturan en önemli faktörlerden biri olduğu belirtilmektedir (Yang, Zhang, Li, Huang ve Miao, 2019). Balda 5-HMF oluşumunun, asitlerin indirgeyici şekerlerin parçalanmasını katalize ettiği Maillard reaksiyonundan kaynaklandığı bildirilmektedir (Capuano ve Fogliano, 2011).

5-HMF içeriği balın saflığının bir göstergesidir ve baldaki yüksek konsantrasyonları aşırı ısınma, kötü saklama koşulları sonucunda meydana gelmektedir. 5-HMF oluşumunun işleme sıcaklığı ve süresi, bal türleri, saklama koşulları ve diğer faktörlerden etkilendiği belirtilmektedir (Khalil ve diğerleri, 2010).

Şeker, tatlı unlu mamullerin ana bileşenlerinden birisidir. Yükseltilmiş pişirme sıcaklıkları altında, indirgeyici şekerler, gıda ürünlerinin istenen tatlarını ve renklerini oluşturmak için karamelizasyona ve Maillard reaksiyonuna katılmaktadır (Nguyen ve diğerleri, 2016).

Çocuklara yönelik bisküvilerinde yüksek bir 5-HMF konsantrasyonuna sahip olduğu, ancak sağlık riski oluşturabilmesi için 20 kg'lık bir çocuk için kabul edilebilir günlük alım miktarının yaklaşık 0,5 kg bisküvi olduğu belirtilmektedir. Bununla birlikte oldukça fazla sayıda gıda ürününün 5-HMF içerdiğinden günlük beslenmeye dikkat edilmesi gerektiği bildirilmektedir (Švecová ve Mach, 2017).

Bazı araştırmacılara göre, tahıllar ve ekmek de dahil olmak üzere tahıl ürünleri, insanın 5-HMF'ye maruz kalmasının en önemli kaynakları arasında yer almaktadır. Tahıl ürünlerinde 5-HMF oluşumunun kapsamı büyük ölçüde sıcaklık, hamur fermentasyon süreci, su aktivitesi, meyvelerin, tahılların ve diğer katkı maddelerinin (kakao, malt, sükröz, glikoz, tuz ve bal gibi) varlığı gibi birçok faktöre bağlıdır (Shapla ve diğerleri, 2018).

Mańkowska, Majak, Bartos, Słowianek, Łačka ve Leszczyńska (2017) 41 gıda ürünündeki 5-HMF konsantrasyonlarını inceledikleri çalışmada, cranberry meyvesi içeren buğday ekmeğinin en yüksek miktarda 5-HMF (210 mg/kg) içerdiğini, bunu ballı mısır gevreği gibi kahvaltılık tahılların (85,09 mg/kg) izlediğini bildirmişlerdir. En düşük 5-HMF miktarının glutensiz pandispanya ve tam tahıllı yulaf ezmesinde meydana geldiğini belirtmişlerdir.

Kahve, 5-HMF içerdiği bildirilen en yaygın içeceklerden biridir. Kahvedeki 5-HMF konsantrasyonu, kullanılan kahvenin türüne, demleme işlemlerine (mocha, espresso, filtre kahve veya French press kahve) ve kahveye eklenen şeker miktarına bağlıdır (Shapla ve diğerleri, 2018).

Mortas, Gul, Yazici ve Dervisoğlu (2017) HPLC yöntemiyle Türk kahvelerindeki 5-HMF konsantrasyonlarını araştırdıkları çalışmada demlemeden önce, hazır ve geleneksel Türk kahvesi numunelerinin sırasıyla 336,03–362,05 ve 213,02–238,99 mg/kg aralığında 5-HMF içerdiğini bildirmişlerdir.

2.7. Yasal Düzenlemeler

Dünya Sağlık Örgütü ve Avrupa Birliği'nin Codex Alimentarius'u, bozulma ve ısıtma işlem göstergesi olarak balda (40 mg/kg) ve elma suyunda (50 mg/kg) maksimum 5-HMF kalite seviyesini belirlemiştir. Uluslararası Meyve Suyu İşleyicileri Federasyonu (IFFJP), meyve sularında maksimum 5–10 mg/L ve meyve konsantrelerinde 25 mg/L 5-HMF konsantrasyonu önermektedir. Diğer furfurallar için herhangi bir sınır belirlenmemiştir (Gaspar ve Lucena, 2009).

Türk Gıda Kodeksi'nde meyve sularında 5-HMF ve furfural miktarı ile ilgili sınır değeri belirtilmemektedir. Türk Standartları Enstitüsünde üzüm suyu (TS 3632), ananas suyu (TS 12895), elma suyu (TS 3633) ve nar suyu standardında (TS 12918) 5-HMF sınır miktarı 20 mg/L olarak belirtilmektedir (Anonymous, 2009, 2012, 2016a, 2016b). Şalgam suyu için sınır değeri belirtilmemektedir.

2.8. 5-HMF Tayini

Çeşitli gıda ürünlerindeki 5-HMF içeriğini belirlemek ve miktarını ölçmek için spektrofotometri, kolorimetri ve sıvı kromatografisi gibi birçok analitik yöntem geliştirilmiş ve kullanılmıştır (Adu, Amengor, Orman, Ibrahim, Ifunanya ve Arthur, 2019). 5-HMF'nin doğru kantitatif analizi büyük önem taşımaktadır. Çünkü 5-HMF, kalite bozulması, ısıl işlem ve diğer taşıyıcı uygulamalarının bir belirteçidir. Uluslararası bal komisyonu (IHC), 5-HMF tayini için White ve Winkler tarafından gerçekleştirilen iki spektrofotometrik yöntem ve bir ters fazlı yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) yöntemi olmak üzere üç ana yöntem önermiştir (Zappala, Fallico, Arena ve Verzera, 2005).

HPLC bal, şeker şurupları, sirke ve elma suyu gibi çeşitli gıda matrikslerinde furfural tespiti için en yaygın kullanılan tekniktir (Mehrotra ve diğerleri, 2022). Ayrıca, RP-HPLC yöntemi ile bebek formüllerinde furfural analiz edildiği bildirilmiştir (Ferrer, Alegría, Farré, Abellán ve Romero, 2005). HPLC ile furfural tahmini uzun zaman almaktadır. Sonuçlar ise furanoz şekerlerinin girişiminden etkilenmektedir (Mehrotra ve diğerleri, 2022). Kromatografik yöntemler spektrofotometrik yöntemlerin kullanımında ortaya çıkan olumsuzluklar nedeniyle şu anda en yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir. Bu olumsuzluklar arasında özgüllük eksikliği, sürecin karmaşık olması ve toksik veya tehlikeli kimyasalların kullanılması bulunmaktadır (Adu ve diğerleri, 2019).

2.9. Meyve Suyu Tüketiminin Sağlık Üzerine Etkileri

Meyve suyu tüketimi çok eski zamanlardan beri belgelenmiştir. İlk kaynaklar Eski Yunan, Mısır ve Roma öncesi yazılara aittir. Ancak “meyvelerin sulu kısmı” anlamına gelen “juice” kelimesi ilk olarak 14. yüzyılın başlarında kaydedilmiştir (Rajauria ve Tiwari, 2018).

Amerika Birleşik Devletleri'nde 1870'lerde endüstriyel meyve suyu üretimi concord üzümeleri kullanılarak başlamıştır. Avrupa meyve suyu endüstrisi, 1896'da fermente edilmemiş meyve sularının ticari üretimi için ayrıntılı talimatların yayınlanmasıyla başlamıştır. Aynı yıl, ticari olarak ilk kez İsviçre'nin Berne kentinde elma ve üzüm suları

üretilmiştir. 1930'larda pastörizasyon tekniklerinin gelişmesi ile üstün kaliteye sahip ürünlerin üretilmesi meyve suyu endüstrisinde büyüme sağlamıştır (Ashurst, 2016).

Meyve suyu, en genel anlamda “bitkisel hücre veya dokuların özütlenebilen sıvı içerikleri” olarak tanımlanmaktadır. Botanik olarak meyve, temel biyolojik amacı doğal bitki çoğalmasının bir parçası olarak tohumları korumak ve nihayetinde beslemek olan bir bitki organıdır. Normalde olgun meyvenin yenilebilir kısmı olan etli bileşen, esas olarak ince hücre duvarlarına ve hücre hacminin çoğunu kaplayan bir vakuol halindeki parankime sahiptir. Böylece, vakuol içinde bulunan hücre özü, meyve suyunun ana bileşenini temsil etmektedir (Mihalev, Dinkova, Shikov ve Mollov, 2018).

Genel olarak meyve suyu işleme, temizleme, meyve suyunun çıkarılması (örneğin, parçalama ve sıkma yoluyla) ve bir koruma sürecini içermektedir. Meyve suyu ya doğrudan şişelenmekte (konsantre olmayan meyve suyu) ya da konsantre edilip yeniden oluşturma sürecinden geçmektedir (konsantre meyve suyu) (Borghoff, Strassner ve Herzig, 2023).

Elma, üzüm, vişne gibi meyvelerden elde edilen berrak meyve suları konsantre edilirken, kayısı, şeftali, erik gibi meyvelerden elde edilen pulp konsantre edilmeden doğrudan depolanmaktadır (Cemeroğlu, 1977).

Piyasa ve düzenleyici standartlar, tek sertlikte meyve suyu oluşturmak için eklenen su miktarını kontrol edecek şekilde belirlenmektedir. Su içeriği genellikle meyve suyu için doğrudan bir kalite göstergesi olarak kullanılmamaktadır. Bunun yerine, meyve suyunun toplam çözünür katı içeriği kullanılmaktadır. Meyve suyundaki çözünür katıların miktarına Briks değeri denilmektedir ve Briks hidrometresi veya refraktometre ile belirlenmektedir (Huang, Yiqun, 2009).

Meyve suyunda çözünmüş şeker Briks, Baume veya Oechsle cinsinden ölçülmektedir. Ancak gıda endüstrisinde en çok kullanılan birim Briks'tir. Briks bir sıvının çözünmüş katı maddelerinin sayısını, özgül ağırlığı (SG) aracılığıyla ölçerek göstermektedir ve bir derece Briks, 100 g solüsyondaki 1 g sükrözür ($1^\circ\text{Briks} = \%1 \text{ şeker}$) (Jaywant, Singh ve Arif, 2022).

Türk Gıda Kodeksi Meyve Suyu ve Benzeri Ürünler Tebliği'ne göre konsantreden elde edilen meyve suyu ve püresi için minimum briks derecesi Çizelge 2.1'de gösterilmektedir.

Çizelge 2.1. Meyve suyu ve püresinin briks değerleri (TGK 2014)

Meyvenin Adı	Botanik Adı	Konsantreden elde edilen meyve suyu ve püresi için minimum briks derecesi
Elma (*)	<i>Malus domestica</i> Borkh.	11,2
Üzüm (*)	<i>Vitis vinifera</i> L.ve hibritleri <i>Vitis labrusca</i> L.ve hibritleri	15,9
Ananas (*)	<i>Ananas comosus</i> (L.) Merr.	12,8
Nar	<i>Punica granatum</i> L.	13,0

(*) Meyve suyu olarak üretilir, 20/20°C'deki suya karşılık minimum relatif yoğunluk hesaplanır.

Meyve suyu için bir başka temel kalite göstergesi olan asitlik, genellikle standart bir sodyum hidroksit çözeltisi ve fenolftalein göstergesi kullanan bir titrasyon yöntemiyle belirlenmektedir. Sonuç, portakal suyu için sitrik asit, elma suyu için malik asit ve üzüm suyu için tartarik asit olarak hesaplanmaktadır. Asit miktarı ve briks-asit oranı ticari meyve suları için standardize edilmiştir ve belirli bir aralıkta olmalıdır. Çok yüksek veya çok düşük asit içeriği veya briks-asit oranı, kabul edilemez ürünle sonuçlanmaktadır. Meyve suyu nispeten yüksek bir organik asit konsantrasyonuna veya yüksek titre edilebilir bir asitliğe sahip olabilir, ancak düşük bir pH'a ($-\log_{10}[\text{H}^+]$) sahip olamaz. Meyve suyunun pH'ı depolama sırasında meyve suyunun güvenliğine bağlıdır. Çünkü patojenler de dahil olmak üzere belirli mikroflora türleri daha düşük bir pH'taki meyve suyunda hayatta kalabilir, ancak meyve suyunun pH'ı biraz daha yüksek olmadıkça gelişemez. Isıtma sıcaklığı ve süresi gibi pastörizasyon koşulları, pH'a ve meyve suyu katı konsantrasyonuna bağlıdır. (Huang, Yiqun, 2009).

Meyve ve sebzeler koruyucu veya hastalık önleyici özelliklere sahip fitokimyasal kaynaklarıdır. Dünya Sağlık Örgütü (WHO) ve Gıda ve Tarım Örgütü (FAO), kanser, diyabet, obezite ve kalp rahatsızlıkları gibi kronik hastalıklardan kaçınmak için günde en az 400 g meyve ve sebze tüketilmesini önermektedir. Bu durumda mikrobelerin eksikliğinin azaltılabileceği belirtilmektedir (Toushik, Lee, Lee ve Kim, 2017).

Meyve ve sebzeler, K, Mg, diyet lifi, folat, A ve C vitaminleri ve biyoaktif maddeler dahil olmak üzere bir dizi temel besin maddesinin önemli kaynaklarıdır. Besin değerleri nedeniyle, dünya çapında halk sağlığı yetkilileri tarafından sürekli olarak tavsiye edilmekte ve tüketimlerini artırmak önemli bir halk sağlığı hedefi olmaktadır (Agarwal ve diğerleri, 2019).

%100 meyve suyu, flavonoidler, karotenoidler ve pektin gibi besin ögesi ve sağlığa yararlı biyoaktif maddelerin kaynağıdır ve birçok ülkede bir porsiyon meyve olarak kabul edilmektedir (Ruxton ve diğerleri, 2021).

Birleşik Krallık, İspanya, Avusturya, Danimarka, Fransa, Macaristan ve İrlanda gibi ülkelerde, bir porsiyon meyve suyu, meyve ve sebzeler için günlük tavsiyeler arasında sayılmaktadır. Amerikalılar için Beslenme Yönergeleri (2020–2025), önerilen günlük meyve alımının yarısına kadarının meyve suyu ile değiştirilmesine izin vermektedir. Tersine, Hollanda gibi diğer ülkelerde, meyve suyu şekerli bir içecek olarak sınıflandırılmakta ve önerilmemektedir (Ruxton ve Myers, 2021).

Meyve sularını tüketmenin riskleri hakkında yapılan varsayımlar, kardiyovasküler sağlık, vücut ağırlığı/vücut kitle indeksi, glisemik kontrol ve tip 2 diyabet riski üzerinde potansiyel olarak olumsuz etkileri içermektedir. Meyve sularının bütün meyve yerine tercih edilebileceği veya aşırı miktarda tüketilebileceğine dair inançlar da vardır. Endişeler, Dünya Sağlık Örgütü tarafından serbest şekerler olarak sınıflandırılan meyve sularında doğal olarak bulunan şekerlere odaklanmaktadır. Dünya Sağlık Örgütü hem yetişkinlerde hem de çocuklarda serbest şeker alımının toplam enerji alımının %10'undan daha azına indirilmesini önermektedir (WHO, 2015).

Türkiye Beslenme Rehberi'ne göre önerilen meyve miktarının (günde 2-3 porsiyon) en az yarısı tam meyvelerden gelmelidir. Meyve suları daima %100 meyveden, pastörize edilmiş ve şeker ilavesiz olmalıdır. Konserve meyve seçerken, %100 meyve suyu içeren ve şeker ilavesi en düşük olan tercih edilmelidir (TÜBER, 2022).

2.10. Şalgam Suyu

Türk Standartları Enstitüsüne göre şalgam suyu, “Bulgur unu, ekşi hamur, içme suyu ve yemeklik tuzun karıştırılıp laktik asit fermentasyonuna tabi tutulduktan sonra elde edilen özütün, kara havuç, şalgam ve istenirse acı toz biber ilave edilerek hazırlanan karışımın tekrar laktik asit fermentasyonuna tabi tutulması ile elde edilen ve istenildiğinde ısıtma işlemi ile dayanıklı hale getirilen bir ürün” olarak tanımlanmıştır. Bu standarda göre şalgam suyunun çözünür katı madde miktarı en az %2,8 (m/m), pH’ı en çok 3,8; titre edilebilir asitlik (laktik asit olarak) en az 6,0 g/L, tuz oranı en çok %1,7 (m/m) olmalıdır (Anonymous, 2003).

Şalgam suyu üretimi için iki yöntem kullanılmaktadır: Geleneksel yöntem ve direkt yöntem. Geleneksel yöntem, hamur fermentasyonu ve havuç fermentasyonundan oluşmaktadır. Direkt yöntemde ise hamur fermentasyonu yapılmamakta ve direkt havuç fermentasyonu yapılmaktadır. Mayalanma esnasında, laktik asit bakterileri etanol ve bazı diğer organik bileşikler üreterek şalgam suyuna tipik tat ve aromasını vermektedir (Erten, Tangüler ve Canbaş, 2008).

Şalgam suyu laktik asit fermentasyonu ile üretilmektedir. Şalgam suyunun mikrobiyotası esas olarak laktik asit bakterilerinden oluşmaktadır. *Lactobacillus plantarum*, *Lactobacillus brevis* ve *Lactobacillus paracasei* subsp. fermentasyonda baskındır (Altay, Karbancıoğlu-Güler, Daskaya-Dikmen ve Heperkan, 2013).

Şalgam suyu iyi miktarda mineral, vitamin, amino asit ve polifenol içeriği nedeniyle besleyici bir içecektir (Incedayı, Uylaser ve Copur, 2008).

Şalgam suyu, siyah havuç içeriğinden dolayı yoğun kırmızı-mor renge sahiptir ve bu da yüksek miktarda antosiyanin içerdiğini göstermektedir. Son yıllarda kronik hastalık ve kanser vakalarındaki artış nedeniyle doğal ve sağlıklı gıdalara olan talep artmaktadır. Özellikle kırmızı-mor polifenolik pigmentlerin büyük bir grubu olan antosiyaninleri içeren besinler çeşitli hastalıkları önleyebilmektedir (Erten ve diğerleri, 2008).

Antosiyaninler, birçok tahıl, meyve ve sebzenin kırmızı-mavi renginden sorumlu, doğal olarak oluşan bir grup pigmenttir. Antosiyaninlerin diyetle alımı, bitkisel gıdalardaki geniş

dağılımları nedeniyle diğer flavonoidlere kıyasla yüksektir. Çok sayıda çalışma, bu flavonoid ailesinin, antosiyanin açısından zengin gıda alımı yoluyla kardiyovasküler hastalık, kanser, hiperlipidemi ve diğer insülin direnciyle ilişkili hastalık insidansını azaltmada sahip olabileceği potansiyel etkiyi göstermektedir (Guo ve Xia, 2014).

2.11. Gıdalarda Fenolik Bileşikler

Tarihsel olarak, meyveler bazı temel besin maddeleri ve liflerin zengin bir kaynağı olarak kabul edilmiş ve daha yakın zamanda, tek başına veya kombinasyon halinde sağlığa fayda sağlayabilecek geniş bir fitokimyasal yelpazenin önemli bir kaynağı olarak tanınmıştır (Haminiuk, Maciel, Plata-Oviedo ve Peralta, 2012). Doğal ortamda eugenol, timol, pirogallol, guaiakol veya pirokatekol gibi bazı fenolik bileşikler doğal yollarla oluşurken, çok büyük çoğunluğu insanların endüstriyel, tarımsal ve toplumsal faaliyetleri sonucunda ortaya çıkmaktadır. İlk grup doğal süreçler sonucunda nötralize edilirken, ikinci grup çevre için ciddi bir risk oluşturmaktadır (Sobiesiak, 2017).

'Fenolik' veya 'polifenol' terimi, kimyasal olarak, fonksiyonel türevler (esterler, metil eterler, glikozitler, vb.) dahil olmak üzere bir veya daha fazla hidroksi ikame edici taşıyan aromatik bir halkaya sahip bir madde olarak tanımlanabilmektedir. Çoğu fenolik bileşik, iki veya daha fazla hidroksil grubuna sahiptir ve önemli sayıda insan tarafından düzenli olarak yenen bitkilerde yaygın olarak bulunan biyoaktif maddelerdir (Shahidi ve Ho, 2005). Fenolik bileşikler bitki krallığında en önemli, yaygın olarak bulunan bileşik grupları olarak kabul edilmiştir (Naczki ve Shahidi, 2004). Bu maddeler bitkinin normal gelişimi sırasında sentezlenirken, stres ve UV ışınları gibi farklı durumlara yanıt olarak da sentezlenebilmektedir (Haminiuk ve diğerleri, 2012).

Polifenoller, doğadaki en yaygın metabolit sınıfları arasındadır ve dağılımları neredeyse her yerde bulunur. 100,000 ile 200,000 ikincil metabolitin var olduğu ve fotosentezle sabitlenen karbonun yaklaşık %20'sinin fenilpropanoid yoluna kanalize edildiği ve böylece flavonoidler ve stilbenler gibi doğal olarak oluşan fenoliklerin çoğunluğunun olduğu tahmin edilmektedir (Pereira, Valentão, Pereira ve Andrade, 2009). Fenol bu bileşiklerin basit yapı şeklidir. Kimyasal olarak, bir veya daha fazla hidroksil grubuna aromatik halka bağlı olan bileşiklerdir ve fenolün hidroksil grubu asitliğini, benzen halkası ise bazlığını karakterize etmektedir (Sulusoglu, 2014).

Fenolik asitler (C6—C1) genellikle gallik, p-hidroksibenzoik, protokatekuik, vanilik ve siringik asitlerle temsil edilmektedir. Fenolik asitler genellikle şekerler veya organik asitlerle konjuge bağlı çözünür formda bulunur ve tipik olarak ligninler ve hidrolize edilebilir tanenler gibi karmaşık yapıların bileşenleridir (Lattanzio, 2013).

Fenolik bileşikler, çoğu bitkinin acılığı, burukluğu ve pigmentasyonuna katkıda bulunan bileşenlerdir. Bu bileşiklerin bitkilerdeki fizyolojik rolü, çiçeklere renk sağlamanın yanı sıra, ultraviyole ışınlarının neden olduğu zararlara, böcekler ve otçullar tarafından beslenmeye ve patojenik mikroorganizmalara karşı biyolojik koruma sağlamaktır (Matsumura, Kitabatake, Kayano ve Ito, 2023).

Fenolik bileşikler, anti-alerjenik, anti-aterojenik, anti-enflamatuar, antimikrobiyal, antioksidan, antitrombotik, kardiyoprotektif ve damar genişletici özelliklerinden dolayı sağlığa olumlu etkileri bulunmaktadır. Genellikle tüm bitkisel kaynaklı gıdalarda bulunmalarına rağmen, insan diyetindeki fenoller esas olarak meyve, sebze ve içeceklerden gelmektedir (Dias, Oliveira, Fernandes, Simal-Gandara ve Perez-Gregorio, 2020).

Diyette en bol bulunan flavonoidler flavanoller (kateşinler ve proantosiyanidinler), antosiyininler ve bunların oksidasyon ürünleridir. Ana polifenol besin kaynakları, meyve ve içecekler (meyve suyu, şarap, çay, kahve, çikolata ve bira), daha az ölçüde sebzeler, kuru baklagiller ve tahıllardır. Toplam alım miktarı yaklaşık 1 g/gün'dür. Polifenollerin kimyasal yapısı, bağırsak emiliminin hızını ve kapsamını ve plazmada dolaşan metabolitlerin doğasını belirlemektedir. İnsanlarda yapılan birkaç biyoyararlanım çalışması, idrarda bozulmamış olarak bulunan polifenol miktarlarının bir fenolik bileşikten diğerine değiştiğini göstermektedir. Kuersetin ve kuersetin'in bir glikozidi olan rutin (%0,3-1,4) için özellikle düşüktür. Ancak yeşil çaydaki kateşinler, soyadaki izoflavonlar, turunçgillerdeki flavanonlar veya kırmızı şaraptaki antosiyanidinler (%3-26) için daha yüksek değerlere ulaşmaktadır. Bireyler arasında da farklılıklar gözlenmiştir: Greyfurt suyu ile tüketilen naringinin bireye göre %5-57'si idrarda bulunmaktadır (Scalbert ve Williamson, 2000).

İyi bilinen antioksidan özellikleri ile karakterize edilen ana polifenolik maddeler, hidroksibenzoik ve hidroksisinnamik asitler, flavonoidler, lökoantosiyanidinler, proantosiyanidinler, antosiyininler ve yoğunlaştırılmış ve hidrolize edilebilir tanenlerdir

(Esposto ve diğeri, 2021). Bitkilerde ikincil metabolitler olarak sınıflandırılan fenolik bileşikler suda çözünebilir bileşikler (fenolik asitler, fenilpropanoidler, flavonoidler ve kinonlar) ve suda çözünmeyen bileşikler (kondanse tanenler, ligninler ve hücre duvarına bağlı hidroksisinnamik asitler) olarak sınıflandırılabilir (Haminiuk ve diğeri, 2012).

Oksidatif stres, kardiyovasküler hastalıklar, diyabet, yaşlanma, kanser ve nörodejeneratif hastalıklar gibi birçok insan hastalığının başlangıcında ve gelişiminde yer almaktadır. Oksidatif strese karşı koyan kişinin diyetindeki antioksidanlar, bu patolojik durumlara karşı koruma sağlayabilmektedir (Nardini, 2022).

Fenolik bileşiklerin antioksidan aktivitesi üzerine yapılan çalışmalar, aşırı reaktif oksijen türlerinin (ROS) detoksifikasyonundaki ve yaşam tarzıyla ilgili hastalıkların önlenmesindeki rollerini doğrulamıştır. Fenolik bileşiklerin biyolojik etkileri, tüketilen miktara ve bunların sindirimine, emilimine ve biyoyararlanımına bağlıdır. Bu bileşiklerin çoğu ince bağırsakta emilmez ve kolona ulaşır, burada glikozitler bağırsak bakterileri tarafından hidrolize edilir, parçalanır ve çeşitli katabolitler oluşur. Bu katabolitlerin insan sağlığına katkı sağladığı bulunmuştur (Matsumura ve diğeri, 2023).

Üzüm, üzüm çekirdeği ekstresi, nar suyu ve kıvılcık suyu gibi bazı polifenol açısından zengin gıdaların, metabolik sendromlu ve tip 2 diyabetli hastalarda kardiyovasküler risk unsurlarını azaltmada yararlı bir rol oynadığı bildirilmiştir (Lin ve diğeri, 2016).

Obezite başta diyabet, hipertansiyon, osteoartrit, kalp hastalığı ve hatta kanser olmak üzere birçok hastalığın gelişiminde önemli bir risk faktörüdür (Hsu ve Yen, 2008). Doğal kaynaklarda bulunan fenoliklerin potansiyel in vitro ve in vivo anti-obezite özellikleri araştırmalarda belirtilmiştir (Bhuyan ve Basu, 2017). Doğal ürünler kullanarak pankreatik lipazın inhibisyonu yoluyla diyet trigliserit emiliminin inhibisyonu, obezite tedavisinde uygulanan en yeni yaklaşımlardan biridir (Birari ve Bhutani 2007). Üzüm çekirdeği, *Eriochloa villosa*, *Orixa japonica* ve *Setaria italic* 'de bulunan biyoaktif fitokimyasallar, in vitro olarak güçlü anti-lipaz aktivitesi sergilemiştir (Moreno, Ilic, Poulev, Brasaemle, Fried ve Raskin, 2003). *Salacia reticulata*, yer fıstığı kabuğu, *Mangifera indica* yaprağı ve gövde kabuğunun fenolik zengin özleri ve Sinameki meyvelerinin sulu etanol özütünün proantosiyanidin açısından zengin fraksiyonu da anti-lipaz aktiviteleri açısından gözden geçirilmiştir (Bhuyan ve Basu, 2017). Sergeant, Vanderstraeten, Winand, Beguin ve

Schneider (2012), epigallokateşin gallat (EGCG), kaempferol ve quercetin'in güçlü pankreatik lipaz inhibitörleri olduğunu göstermiştir.

Epidemiyolojik veriler, belirli iyileştirmelerin (malign büyüme öngören ajanlar, E ve B vitaminleri ve çoklu doymamış doymamış yağlar gibi) ve yiyecek çeşitlerinin (şarap, balık ve sebzeler gibi) bilişsel bozuklukları, özellikle Alzheimer hastalığı için önleyebileceğini veya geciktirebileceğini göstermektedir. ROS'taki azalmalar ve kanseri önleme ve koruyucu maddeler, nörodejeneratif hastalıklarda kritik öneme sahiptir. Hücrel destek, örneğin diyet bitkilerinden elde edilen fenolik bileşikler, Alzheimer gelişimi sırasında oksidatif stresin etkilerini destekleyen kanıtlar göz önüne alındığında, Alzheimer 'in önlenmesinde ve tedavisinde rol oynayabilir. Bu fenolik bileşiklerin doğal kaynakları ve çok hedefli reaktiviteleri, onları çok faktörlü hastalıkları yönetmek için potansiyel olarak değerli araçlar haline getirmiştir. Diyetteki fenolik bileşiklerin etkilerini incelerken göz önünde bulundurulması gereken bir diğer faktör de felç riskini azaltabilen lipid sindirimi üzerindeki etkileri yoluyla kan-beyin bariyerinin geçirgenliğini değiştirme kapasiteleridir (Rahman ve diğerleri, 2021).

Epidemiyolojik kanıtlar, yüksek oranda antioksidan bakımından zengin meyve ve sebze tüketimi içeren bir diyetin birçok kanser riskini önemli ölçüde azalttığını göstermektedir; bu da bazı diyet antioksidanlarının kanser insidansını ve ölüm oranını önlemede etkili maddeler olabileceğini düşündürmektedir. Fenolik asitler hidroksibenzoik ve hidroksisinnamik asit olmak üzere temel olarak iki alt gruba ayrılmaktadır. Hidroksibenzoik ve hidroksisinnamik asitler bileşikteki hidroksil (OH) ve metoksi (OCH₃) fonksiyonel gruplarının sayısına bağlı olarak farklı antimikrobiyal aktivite göstermektedir. Hidroksibenzoik ve hidroksisinnamik asitler bunların türevleri, kanserin önlenmesinde ve tedavisinde hayati bir rol oynamaktadır. Genotoksik moleküllerin oluşumunu önlemek ve mutajenleri dönüştüren enzimlerin aktivitesini bloke etmek; hem içeren faz I enzimlerini, kanserojen detoksifiye edici faz II enzimlerini düzenlemek ve ayrıca DNA eklentilerinin oluşumunu durdurmak gibi çeşitli mekanizmalar yoluyla tümör başlangıcını azaltırlar (Kumar ve Goel, 2019).

Meyve ve sebzeler açısından zengin diyetlerin tüketiminin, başta kardiyovasküler hastalıklar, spesifik kanserler ve nörodejeneratif hastalıklar olmak üzere bir dizi kronik hastalık riskinde azalma ile ilişkili olduğunu gösteren önemli epidemiyolojik kanıtlar

vardır. Bu tür diyetlerin yararlı etkileri genellikle içerdikleri polifenollerden kaynaklanmaktadır. Polifenollerin diyetle alımı ile bu tür kronik hastalık riskindeki azalmalar arasında da ilişkiler gözlemlenmiştir (Del Rio, Rodriguez-Mateos, Spencer, Tognolini, Borges ve Crozier, 2013).

UV spektrofotometre kullanılarak fenolik bileşiklerin ölçümü ilk olarak 1950'lerin sonlarında Ribereau-Gayon tarafından önerilmiştir (Aleixandre-Tudo, Buica, Nieuwoudt, Aleixandre ve du Toit, 2017).

Spektrofotometrik yöntemler analitik kimya laboratuvarlarında hala yaygın olarak kullanılmaktadır. Doğrudan spektrofotometrik ölçümlerin önemli bir analitik dezavantajı, fenolik içeriği olduğundan fazla tespit etmeleridir. Bu durum uygun seçicilik eksikliği ile bağlantılıdır (Escarpa ve González, 2001).



3. GEREÇ VE YÖNTEM

3.1. Gereç ve Kimyasallar

3.1.1. Gereç

Çalışmada, Ankara piyasasından sağlanan yedi ayrı markaya ait (A, B, C, D, E, F, G) dört çeşit meyve suyu (ananas, elma, üzüm, nar) ve şalgam suyundan 20'şer adet olmak üzere toplam 100 adet örnek kullanılmıştır.

Ananas suyu örneklerinde meyve oranı en az %10 olarak belirtilmektedir. Elma suyu örnekleri %100 konsantreden üretilmiştir. Üzüm ve nar suyunda D markasına ait örnekler %100 konsantreden üretilmiştir. Üzüm ve nar suyunda C ve E markalarının ise meyve oranı %100'dür (sıkma meyve suyu). Çalışmada kullanılan şalgam suları acısızdır.

Bu araştırmada kullanılan meyve suyu örnekleri farklı semtlerdeki süpermarketlerden temin edilmiştir. Örneklerin seri numaralarının ve üretim tarihlerinin farklı olmasına dikkat edilmiştir. Örnekler buzdolabında kapalı şekilde muhafaza edilerek ve ambalajları analize alınmadan hemen önce açılmıştır.

Meyve suyu örneklerinin analize hazırlanma aşaması Gazi Üniversitesi Eczacılık Fakültesi, Eczacılık Temel Bilimleri Anabilim Dalı Araştırma Laboratuvarında, HPLC ölçümleri, Farmakognozi Anabilim Dalı Araştırma Laboratuvarında, fenolik bileşik tayini Analitik Kimya Anabilim Dalı Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

3.1.2. Deneylerde kullanılan kimyasallar

- *Formik asit: Merck 111670 (Germany)
- *Potasyum ferrocyanide: Carlo Erba 360557 (Italy)
- *Çinko asetat: Panreac 29731 (Spain)
- *Sodyum karbonat: Merck 1.06392 (Germany)
- *Folin: Sigma Aldrich 47641 (Germany)
- *5-HMF standardı: Sigma Aldrich 137316 (Germany)
- *Furfural standardı: Merck 804012 (Germany)

3.1.3. Deneylerde kullanılan cihaz ve ekipmanlar

Gıdaların 5-HMF ve furfural analizinde kullanılan cihaz, alet ve genel laboratuvar malzemelerine ait bilgiler Çizelge 3.1’de belirtilmiştir.

Çizelge 3.1. 5-HMF ve furfural analizinde kullanılan cihaz, ekipman ve genel laboratuvar malzeme bilgileri

Cihaz/Ekipman	Marka
Hassas terazi	(Shimadzu AW 320, Philippines)
HPLC	(Agilent 1260 Infinity II, USA)
pH metre	(Hanna pH 211, Romania)
Refraktometre	(ATC, Türkiye)
İletkenlik ölçer	(S3 Seven2Go Conductivity meter, Mettler-Toledo International Inc., Switzerland).
Sıcak su banyosu	(Memmert, Germany)
Santrifüj cihazı	(Sigma 2-16 KL, Germany)
Spektrofotometre	(Specord 50 Plus, Germany)
Vorteks	(Firlabo, France)
Distile su cihazı	(Şimşek Labor Teknik SS 200, Türkiye)
Saf su cihazı	(Direct-Q 3 UV Water Purification System)
Buzdolabı	(Arçelik)
Genel laboratuvar malzemeleri	
*Santrifüj tüpleri	
*Steril Petriler	
*Steril Poşetler	
*Mikropipetler	
*Makropipetler	
*Diğer cam ve sarf malzemeler	

3.2. Meyve Sularında 5-HMF ve Furfural Tayini

Bu çalışmada, 5-HMF ve furfural'ın analitik ölçümü, diyot dizinli dedektörlü, yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC-DAD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yöntemde, 80:20 (v/v) oranında su ve asetonitrilden oluşan bir mobil faz ile izokratik elüsyon kullanılmıştır (Aktağ ve Gökmen, 2020).

3.2.1. Kalibrasyon

Cihazın kalibrasyonunda sertifikalı 5-HMF ve furfural standart maddeleri (Sigma Aldrich, Germany) kullanılmıştır. Ana Stok Çözeltisi (1000 ppm) hazırlanırken 0,1 g 5-HMF standardı $\pm 0,001$ hassasiyetli terazide tartılmıştır ve 100 ml'lik balon joje içerisinde saf su ile balon joje hacmine tamamlanmıştır. Bu stok çözeltiden 0,25, 0,5, 1, 5, 25, 50 mg/L aralığında çalışma standartları hazırlanmıştır.

3.2.2. Gıda örneklerinin analize hazırlanması ve yöntemin uygulanması

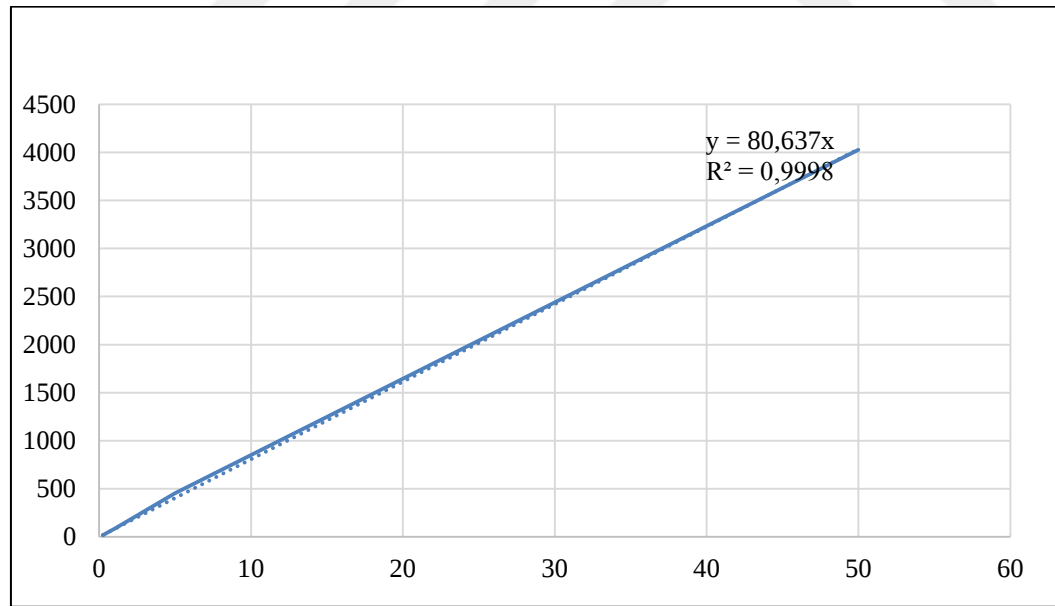
Gıda örneğinden 1 ml alınarak 15 mL'lik tüpe konulmuştur. Bu örneğin üzerine 5 ml %0,1 formik asit eklenmiştir ve 2 dakika vorteks ile karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sonrasında 250 μ L potasyum ferrosiyanür çözeltisi (%15 w/c) ve 250 μ L çinko asetat çözeltisi (%30 w/c) eklenmiştir. Oluşan çözelti 4500 g'de 4 °C'de 10 dakika santrifüj edilmiştir ve santrifüj sonunda süpernatant toplanmıştır. Berrak süpernatandan 1 mL alınarak 0,45 μ m'lik filtreden süzölmüştür ve HPLC vialine konulmuştur. Süzölmüş numune, bir dörtlü pompa, bir otomatik numune alma cihazı, bir diyot dizisi detektörü ve bir sıcaklık kontrollü sütun fırından oluşan bir Agilent 1200 serisi HPLC sistemine enjekte edilmiştir. Kromatografik ayırmalar, mobil faz olarak 30 °C'de 1 mL/dk akış hızında (A) 10 mM formik asit ve (B) asetonitrilden oluşan bir gradyan karışımı kullanılarak bir Atlantis dC18 kolonu üzerinde gerçekleştirilmiştir. Gradyan karışımı %10 B'den başlatılmış ve 10 dakikada %30 B'ye yükseltilmiş, %30 B 2 dakikada kalmış, ardından 2 dakikada %10 B'ye düşürülmüş ve daha sonra 6 dakikada %10 B kalacak şekilde ayarlanmıştır. Kromatografik çalışma 20 dakikada tamamlanmıştır. Enjeksiyon hacmi 10 μ L olarak ayarlanmıştır. Veri toplama, 286 nm'de kromatogramlar kaydedilerek gerçekleştirilmiştir. 5-HMF konsantrasyonu, 0,25 ve 50 mg/L (0,25; 0,5; 1; 5; 25 ve 50 mg/L) aralığında oluşturulmuş bir kalibrasyon eğrisi vasıtasıyla hesaplanmıştır (Aktağ ve Gökmen, 2020).

3.2.3. Standart eğrinin oluşturulması

5-HMF standartlarına ait konsantrasyonlar ve pik alanları ile kalibrasyon eğrisi sırası ile Çizelge 3.2 ve Şekil 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.2. 5-HMF standartlarına ait konsantrasyonlar ve pik alanları

Konsantrasyon (mg/L)	Pik Alanı
0,25	72,9
0,5	159,75
1	342,7
5	1823,85
25	9245,95
50	16228,25

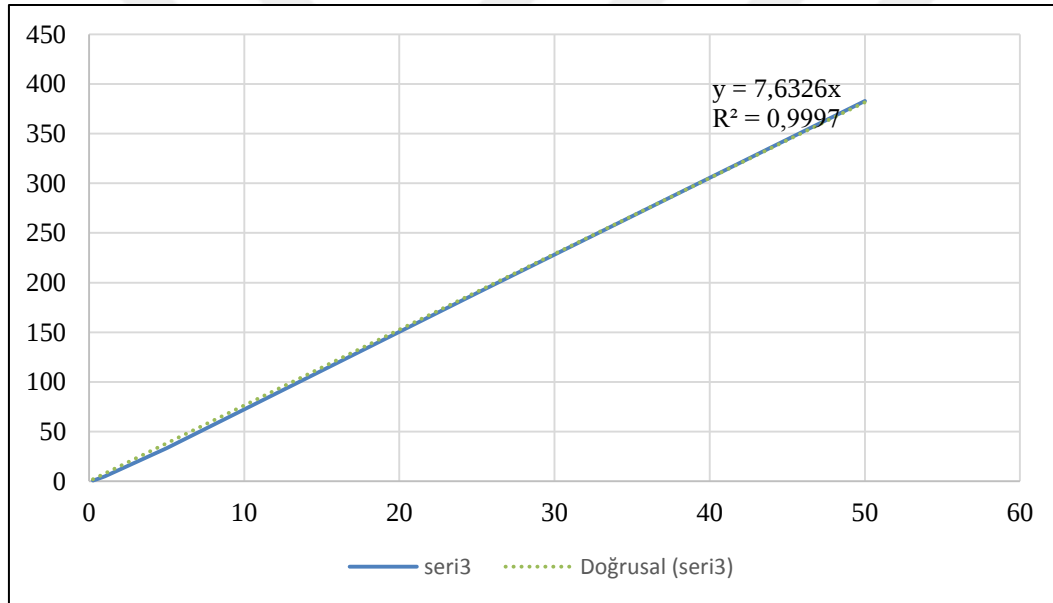


Şekil 3.1. Meyve sularına ait 5-HMF kalibrasyon eğrisi.

Furfural standartlarına ait konsantrasyonlar ve pik alanları ile kalibrasyon eğrisi sırası ile Çizelge 3.3. ve Şekil 3.2.’de verilmiştir.

Çizelge 3.3. Furfural standartlarına ait konsantrasyonlar ve pik alanları

Konsantrasyon (mg/L)	Pik Alanı
0,25	4,7
0,5	13,25
1	29,9
5	199,9
25	1133,5
50	2289,65



Şekil 3.2. Meyve sularına ait furfural kalibrasyon eğrisi.

3.2.4. Yöntemin tekrarlanabilirliği

Örneklerin analizinde kullanılan yöntemin tekrarlanabilirliğini belirlemek amacıyla gün içi tekrarlanabilirlik ve %RSD (Relatif standart sapma) değerleri 25 mg/L HMF ve furfural konsantrasyonunun aynı gün içinde 6 ölçüme ait değerlerinden hesaplanmıştır. Meyve sularının 5-HMF ve furfural analizinde yöntemin tekrarlanabilirliği ve %RSD değerleri sırasıyla Çizelge 3.4 ve Çizelge 3.5'te verilmiştir.

$$\%RSD = (\text{Standart Sapma} / \text{Ortalama}) \times 100$$

Çizelge 3.4. 5-HMF için gün içi tekrarlanabilirlik ve %RSD değeri

Analiz	Ölçülen 5-HMF pik alanı
1. Enjeksiyon	9258,2
2. Enjeksiyon	9280,9
3. Enjeksiyon	9571,9
4. Enjeksiyon	9281
5. Enjeksiyon	9275
6. Enjeksiyon	9274,2
Ortalama	9323,533
Standart sapma	121,959
%RSD	1,31

Çizelge 3.5. Furfural için gün içi tekrarlanabilirlik ve %RSD değeri

Analiz	Furfural pik alanı
1. Enjeksiyon	1132,4
2. Enjeksiyon	1134,6
3. Enjeksiyon	1132,5
4. Enjeksiyon	1132,9
5. Enjeksiyon	1132,1
6. Enjeksiyon	1130,5
Ortalama	1132,5
Standart sapma	1,322
%RSD	0,12

3.2.5. Yöntemin doğruluğu ve verimin hesaplanması

Meyve sularında 5-HMF ve furfural analizinde HPLC yönteminin doğruluğu ve verimin hesaplanması ekstraksiyon öncesi numuneye ilave edilen 5-HMF ve furfural miktarının ekstraksiyon sonrasında analiz edilmesi ile belirlenmiştir. Elde edilen veriler 5-HMF ve furfural için sırasıyla Çizelge 3.6 ve Çizelge 3.7’de verilmiştir.

Çizelge 3.6. 5-HMF % verim değeri

Örnekteki 5-HMF Miktarı (mg/L)	İlave Edilen 5-HMF Miktarı (mg/L)	Ölçülen 5-HMF Miktarı (mg/L)	% Verim
41,66	0,06351	45,5584	109,1

Çizelge 3.7. Furfural % verim değeri

Örnekteki Furfural Miktarı (mg/L)	İlave Edilen Furfural Miktarı (mg/L)	Ölçülen Furfural Miktarı (mg/L)	% Verim
98,458	0,0197	96,928	98,5

3.2.6. Tespit sınırı (LOD) ve ölçme sınırı (LOQ) değerleri

5-HMF ve furfural için gün içi tekrarın standart sapması alınarak tespit sınırı (LOD) ve ölçme sınırı (LOQ) değerleri hesaplanmıştır. 5-HMF’nin tespit sınırı (LOD) ve ölçme sınırı (LOQ) değerleri sırasıyla 0,0153 mg/L ve 0,0463 mg/L olarak tespit edilmiştir. Bu değerler furfural için sırasıyla 0,0136 mg/L ve 0,0413 mg/L olarak belirlenmiştir.

LOD: 3,3x SD/m

LOQ: 10x SD/m

SD: Standart sapma

m: Kullanılan kalibrasyon eşitliğinin eğim değeri

3.3. Meyve Sularında Toplam Fenolik Bileşik Tayini

Folin–Ciocalteu indeksi, 750 nm'de ölçülebilen mavi renkli bir kompleks oluşturmak için fenolik bileşiklerin bir fosfotungstik ($H_3PW_{12}O_{40}$) ve fosfomolibdik ($H_3PMO_{12}O_{40}$) asit karışımıyla alkalın bir ortamda redoks reaksiyonuna dayanmaktadır. Folin–Ciocalteu reaktifi, mono- ve dihidroksillenmiş fenolikler gibi kolayca elektron veren bileşiklerle güçlü bir şekilde reaksiyona girmektedir (Singleton, Orthofer ve Lamuela-Raventos, 1999).

Folin–Ciocalteu yöntemi, meyve suları ve içeceklerdeki toplam polifenollerin miktarının belirlenmesi için yaygın olarak kullanılmaktadır. Polifenoller dahil ancak bunlarla sınırlı olmamak üzere numunedeki indirgeyici bileşikler ve Folin–Ciocalteu reaktifi arasındaki redoks reaksiyonlarına dayanmaktadır. Askorbik asit, indirgeyici şekerler, SO_2 ve tirozin dahil olmak üzere çeşitli bileşikler, Folin–Ciocalteu yönteminde girişimine neden olarak yanlışlıkla polifenoller olarak ölçülebilir. Bununla birlikte, bu yöntem, muhtemelen kullanım kolaylığı ve düşük maliyeti nedeniyle gıda ve beslenme biliminde yaygın olarak uygulanmaya devam etmektedir (Ma ve diğerleri, 2019).

3.3.1. Kalibrasyon

Kalibrasyon için öncelikle %7'lik $NaCO_3$ çözeltisi hazırlanmıştır. Ardından 2 ml folin üzerine 8 ml distile su eklenerek 1/5'lik folin çözeltisi hazırlanır ve 10 kat seyreltme ile kalibrasyon seti kurulmuştur. Folin çözeltisinden 1,5 ml, $NaCO_3$ çözeltisinden 1,965 ml alınarak 35 µl örnek hazırlanmıştır. Spektrofotometre ile 762 nm'de absorbans ölçülmüştür.

3.3.2. Gıda örneklerinin analize hazırlanması ve yöntemin uygulanması

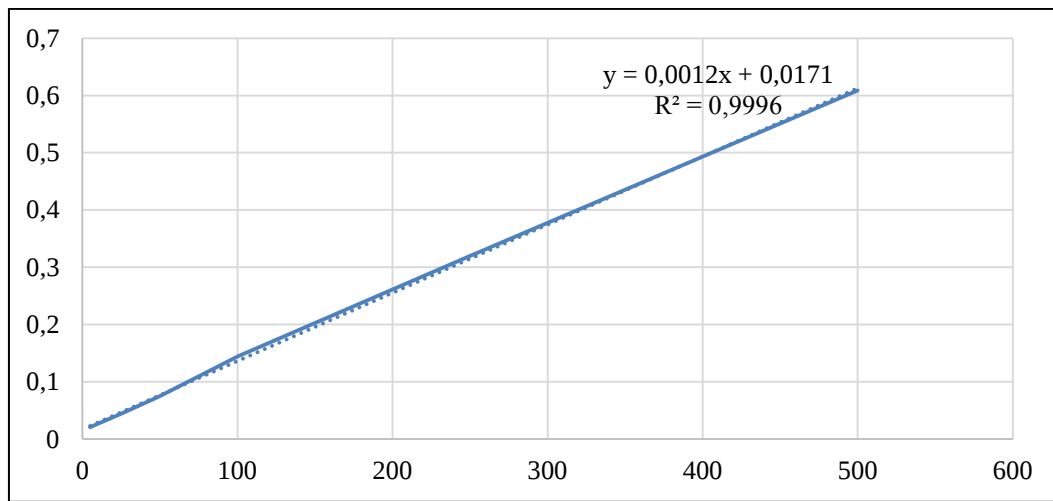
Meyve suyu numunesinden 40 µL alınarak 1:2 oranında distile su ile seyreltilmiş ve 1,5 mL'lik eppendorf tüpüne konmuştur. Üzerine 1 mL 1/5'lik folin çözeltisi eklenerek 1 dakika beklenmiştir. Süre sonunda 0,4 mL $NaCO_3$ çözeltisinden eklenerek 30 dk. karanlık ortamda bekletilmiştir. Süre sonunda spektrofotometre ile 762 nm'de absorbans ölçülmüştür (Martín-Gómez, García-Martínez, Varo, Mérida ve Serratosa, 2021).

3.3.3. Standart eğrinin oluşturulması

Meyve suyu örneklerinin fenolik madde bileşiminin belirlenmesinde spektrofotometrik yöntem kullanılmıştır. Fenolik maddelerin standart eğrisinin oluşturulmasında bilinen gallik asit konsantrasyonuna karşılık gelen 762 nm'deki absorbans değerlerinden yararlanılmıştır ve bu değerler ile kalibrasyon grafiği sırasıyla Çizelge 3.8 ve Şekil 3.3'de verilmiştir.

Çizelge 3.8. Meyve sularının fenolik madde standart eğrisi

Gallik asit konsantrasyonu (mg/L)	Absorbans Ortalama	Standart Sapma
750	0,922	0,000351
500	0,609	0,000265
250	0,320	0,000115
100	0,144	5,77E-05
50	0,075	5,77E-05
25	0,044	8,5E-18
10	0,027	5,77E-05
5	0,020	5,77E-05



Şekil 3.3. Meyve suyu fenolik madde kalibrasyon eğrisi

3.4. pH Ölçümü

Kalibrasyon ve standardizasyondan sonra pH'ı ölçmek için pH metre (Hanna pH 211) kullanılmıştır. Örneklerin pH'ı ölçülmeden önce, prob ve ölçüm cihazının kalibrasyonu pH 4 ve 7'deki çözeltiler kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kontaminasyonu önlemek için prob önce distile su ile ve son olarak hedef örneklerle ayrı ayrı durulanmıştır. Daha sonra prob ucu örneğe batırılarak ölçüm alınmıştır. Okuma, değer sabitlendiğinde kaydedilmiştir. Bu, her örnek için üç kez tekrarlanmıştır (Chowdhury, Shahnawaz, Kumari, Chowdhury, Gootveld ve Lynch, 2018).

3.5. Briks Ölçümü

Meyve sularında briks ölçümü refraktometre ile yapılmıştır. Kalibrasyon işlemi yapıldıktan sonra meyve sularının briks ölçümlerinde sonuçların güvenilirliği açısından 3 tekrar yapılmış ve her ölçüm sonrası refraktometrenin cam bölümü distile su ile yıkanıp kurulanmıştır (Serpen, 2012).

3.6. Elektrik İletkenliği Ölçümü

Örneklerin elektrik iletkenliği bir dijital Elektrik İletkenlik Ölçer (S3 Seven2Go Conductivity meter, Mettler-Toledo) kullanılarak ölçülmüştür. İletkenlik ölçer 2 inçlik maksimum daldırma seviyesine kadar örneğe daldırılmıştır. Elektrik akımına müdahale edebilecek hava kabarcıkları, sayaç hafifçe karıştırılarak ortadan kaldırılırken, sonuçlar yalnızca okumalar sabit olduğunda kaydedilmiştir. Okumalar, santimetre başına mikro siemens ($\mu\text{S}/\text{cm}$) cinsinden elde edilmiştir (Egeonu Eugene, Osahon ve Efenji Godwin, 2017).

3.7. İstatistiksel Analiz

Elde edilen verilerin istatistiksel olarak değerlendirilmesinde SPSS 26.0 (IBM, USA) programından yararlanılmıştır. Parametrik testlerden iki grup karşılaştırması için T testi ve ikiden fazla grup karşılaştırması için ANOVA testleri uygulanmıştır. İkiden fazla grubun karşılaştırılması sonucu anlamlı farkın neden olduğu grup Post-Hoc testlerinden Tukey HSD ile belirlenmiştir.

Tüm analizlerde anlamlılık (p) değeri 0,05 olarak alınmıştır. Uygulanan testlerin sonuçlarında $p < 0,05$ olduğunda farklılık istatistiksel anlamda önemli, $p > 0,05$ olduğunda ise farklılık istatistiksel anlamda önemsiz olarak değerlendirilmiştir (Daniel, 1991).





4. BULGULAR

Çalışmada, Ankara piyasasından sağlanan yedi ayrı markaya ait (A, B, C, D, E, F, G) dört çeşit meyve suyu (ananas, elma, üzüm, nar) ve acısız şalgam suyundan 20'şer adet olmak üzere toplam 100 adet örnek kullanılmıştır.

Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin 5-HMF değerleri Çizelge 4.1'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.1. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin 5-HMF değerleri

	Meyve	N	Ortalama (mg/L)	SS	Min	Max
5-HMF	Ananas	20	0,054 ^b	0,03	0,02	0,13
	Elma	20	0,052 ^b	0,06	0,01	0,25
	Nar	20	0,661 ^a	0,45	0,20	1,36
	Üzüm	20	0,092 ^b	0,05	TD	0,18
	Şalgam	20	0,003 ^b	0,003	TD	0,01

a-b: farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki fark istatistiksel açıdan önemlidir ($p<0,05$). TD: Tespit edilemeyen düzey

Çizelge 4.1.'e göre nar suyunun 5-HMF değeri diğer meyve suları ve şalgam suyunun 5-HMF değerinden anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). Ananas sularındaki 5-HMF düzeyleri A ve B markaları arasında araştırılmıştır ve değerler 0,018 mg/L ile 0,132 mg/L arasında değişmektedir. En yüksek değer 0,132 mg/L ile A markasına aittir. Elma sularındaki 5-HMF düzeyleri B ve C markaları arasında araştırılmıştır ve değerler 0,013 mg/L ile 0,254 mg/L arasında değişmektedir. En yüksek değer 0,254 mg/L ile B markasına ait çıkmıştır. Nar sularındaki 5-HMF düzeyleri C ve D markaları arasında araştırılmıştır ve değerler 0,200 mg/L ile 1,362 mg/L arasında değişmektedir. En yüksek değer 1,362 mg/L ile C markasına aittir. Üzüm sularındaki 5-HMF düzeyleri D ve E markaları arasında araştırılmıştır ve değerlerin 0,003 mg/L ile 0,184 mg/L arasında değiştiği görülmektedir. En yüksek değer 0,184 mg/L ile D markasına aittir. Şalgam sularındaki 5-HMF düzeyleri F ve G markaları arasında araştırılmıştır ve değerlerin tespit edilemeyen düzey ile 0,011

mg/L arasında deęiřtięi g r lmektedir. En y ksek deęer 0,011 mg/L ile F markasına ait  ıkmıřtır.

Meyve suyu ve řalgam  rneklerinin furfural deęerleri  izelge 4.2’de g sterilmektedir.

 izelge 4.2. Meyve suyu ve řalgam suyu  rneklerinin furfural deęerleri

	Meyve	N	Ortalama (mg/L)	SS	Min	Max
	Ananas	20	0,007 ^b	0,004	TD	0,02
	Elma	20	0,006 ^b	0,008	TD	0,03
Furfural	Nar	20	0,087 ^a	0,059	0,03	0,18
	�z�m	20	0,012 ^b	0,006	TD	0,02
	řalgam	20	TD	TD	TD	TD

a-b: farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki fark istatistiksel a ıdan  nemlidir ($p<0,05$). TD: Tespit edilemeyen d zey

 izelge 4.2.’ye g re nar suyunun furfural deęeri dięer meyve suları ve řalgam suyunun furfural deęerinden anlamlı olarak y ksektir ($p<0,05$). Ananas sularındaki furfural d zeyleri A ve B markaları arasında arařtırılmıřtır ve deęerlerin Tespit edilemeyen d zey (TD) ile 0,002 mg/L arasında deęiřtięi g r lm řt r. En y ksek deęer 0,017 mg/L ile A markasına aittir. Elma sularındaki furfural d zeyleri B ve C markaları arasında arařtırılmıřtır ve deęerler tespit edilemeyen d zey ile 0,03 mg/L arasında deęiřmektedir. En y ksek deęer 0,03 mg/L ile B markasına aittir. Nar sularındaki furfural d zeyleri C ve D markaları arasında arařtırılmıřtır ve deęerlerin 0,03 mg/L ile 0,18 mg/L arasında deęiřmektedir. En y ksek deęer 0,18 mg/L ile C markasına ait  ıkmıřtır.  z m sularındaki furfural d zeyleri D ve E markaları arasında arařtırılmıřtır ve deęerlerin TD ile 0,02 mg/L arasında deęiřmektedir. En y ksek deęer 0,02 mg/L ile D markasına aittir. řalgam  rneklerinin furfural d zeyleri tespit limitinin altında kalmıřtır.

Meyve suyu ve řalgam suyu  rneklerinin pH deęerleri  izelge 4.3’te g sterilmektedir.

Çizelge 4.3. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin pH değerleri

	Meyve	N	Ortalama	SS	Min	Max
pH	Ananas	20	3,24 ^c	0,14	3,01	3,54
	Elma	20	3,68 ^b	0,19	3,36	3,99
	Nar	20	3,35 ^c	0,06	3,25	3,47
	Üzüm	20	3,91 ^a	0,70	3,18	4,77
	Şalgam	20	3,58 ^b	0,16	3,36	3,83

a-c: farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki fark istatistiksel açıdan önemlidir ($p<0,05$).

Çizelge 4.3.'e göre üzüm suyunun pH değeri diğer meyve suları ve şalgam suyunun pH değerinden anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). Örneklerin minimum ve maksimum pH değerleri 3,01-4,77 arasında değişmekte olup, en düşük pH ananas suyu, en yüksek pH üzüm suyuna aittir.

Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin briks değerleri Çizelge 4.4'te gösterilmektedir.

Çizelge 4.4. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin briks değerleri

	Meyve	N	Ortalama	SS	Min	Max
Briks	Ananas	20	11,48 ^c	0,20	11,00	12,00
	Elma	20	11,00 ^c	0,00	11,00	11,00
	Nar	20	13,90 ^b	0,31	13,00	14,00
	Üzüm	20	16,02 ^a	1,71	11,00	18,00
	Şalgam	20	3,00 ^d	0,00	3,00	3,00

a-d: farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki fark istatistiksel açıdan önemlidir ($p<0,05$).

Çizelge 4.4.'e göre üzüm suyunun briks değeri diğer meyve suları ve şalgam suyunun briks değerinden anlamlı olarak yüksektir ($p=0,000<0,05$). Örneklerin minimum ve maksimum briks değerleri 3,00-18,00 arasında değişmekte olup, en düşük briks şalgam suyu, en yüksek briks üzüm suyuna aittir.

Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin iletkenlik değerleri Çizelge 4.5'te gösterilmektedir.

Çizelge 4.5. Meyve suyu örneklerinin iletkenlik değerleri

	Meyve	N	Ortalama ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	SS	Min	Max
İletkenlik	Ananas	20	975,28 ^d	77,65	822,87	1045,67
	Elma	20	2172,40 ^b	398,02	1745,00	2895,67
	Nar	20	3185,68 ^a	818,82	2165,00	4772,67
	Üzüm	20	1477,93 ^c	159,76	1261,33	1826,67
	Şalgam	20	17,68 ^e	4,00	13,10	24,42

a-e: farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki fark istatistiksel açıdan önemlidir ($p<0,05$).

Çizelge 4.5' e göre nar suyunun iletkenlik değeri diğer meyve suları ve şalgam suyunun iletkenlik değerinden anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). Örneklerin minimum ve maksimum iletkenlik değerleri 13,10-4772,67 arasında değişmekte olup, en düşük iletkenlik şalgam suyu, en yüksek iletkenlik nar suyuna aittir.

Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin TFM değerleri Çizelge 4.6'da gösterilmektedir.

Çizelge 4.6. Meyve suyu ve şalgam suyu örneklerinin TFM değerleri

	Meyve	N	Ortalama (mg/L)	SS	Min	Max
TFM	Ananas	20	49,31 ^d	16,54	28,83	71,56
	Elma	20	114,32 ^c	19,41	83,81	158,61
	Nar	20	399,87 ^a	149,80	179,50	709,08
	Üzüm	20	98,22 ^c	19,20	69,06	128,17
	Şalgam	20	235,52 ^b	25,85	180,22	279,78

a-d: farklı harfleri taşıyan ortalamalar arasındaki fark istatistiksel açıdan önemlidir ($p<0,05$).

Çizelge 4.6' ya göre nar suyunun TFM değeri diğer meyve suları ve şalgam suyunun TFM değerinden anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). Örneklerin minimum ve maksimum TFM

değerleri 28,83-709,08 arasında değişmekte olup, en düşük TFM ananas, en yüksek TFM nar suyuna aittir.

Ananas suyu için markalar arası 5-HMF, furfural, pH, iletkenlik ve TFM değerlerinin karşılaştırılması Çizelge 4.7’de gösterilmektedir.

Çizelge 4.7. Ananas suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması

	Marka	N	Ortalama	SS	p
5-HMF (mg/L)	A	10	0,08	0,024	,000
	B	10	0,02	0,004	
Furfural (mg/L)	A	10	0,011	0,003	,000
	B	10	0,003	0,001	
pH	A	10	3,34	0,09	,000
	B	10	3,14	0,11	
Briks	A	10	11,45	0,28	,584
	B	10	11,50	0,00	
İletkenlik	A	10	932,37	90,93	,009
	B	10	1018,19	19,19	
TFM	A	10	33,79	5,46	,000
	B	10	64,82	3,55	

Çizelge 4.7.’de verilen değerler incelendiğinde ananas suyunun A markasının 5-HMF, furfural ve pH değerleri B markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). İletkenlik ve TFM değerleri için B markasının aldığı değerler A markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). Briks değeri için markalar arası istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmemektedir ($p>0,05$).

Elma suyu için markalar arası 5-HMF, furfural, pH, iletkenlik ve TFM değerlerinin karşılaştırılması Çizelge 4.8de gösterilmektedir.

Çizelge 4.8. Elma suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması

	Marka	N	Ortalama	SS	p
5-HMF (mg/L)	B	10	0,07	0,08	,138
	C	10	0,03	0,01	
Furfural (mg/L)	B	10	0,0091	0,010	,068
	C	10	0,0029	0,002	
pH	B	10	3,51	0,06	,000
	C	10	3,86	0,08	
Briks	B	10	11,00	0,00	
	C	10	11,00	0,00	
İletkenlik	B	10	1910,57	265,53	,001
	C	10	2434,23	334,05	
TFM	B	10	103,81	17,60	,011
	C	10	124,83	15,49	

Çizelge 4.8.'de verilen değerler incelendiğinde elma suyunun C markasının pH, iletkenlik ve TFM değerleri B markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p < 0,05$). 5-HMF ve furfural değeri için markalar arası istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmemektedir ($p > 0,05$). Örneklerin Briks değerleri her iki marka için de 11,0 olarak tespit edilmiştir.

Nar suyu için markalar arası 5-HMF, furfural, pH, iletkenlik ve TFM değerlerinin karşılaştırılması Çizelge 4.9'da gösterilmektedir.

Çizelge 4.9. Nar suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması

	Marka	N	Ortalama	SS	p
5-HMF (mg/L)	C	10	0,25	0,05	,000
	D	10	1,07	0,23	
Furfural (mg/L)	C	10	0,03	0,007	,000
	D	10	0,14	0,030	
pH	C	10	3,33	0,05	,075
	D	10	3,38	0,06	
Briks	C	10	14,00	0,00	,151
	D	10	13,80	0,42	
İletkenlik	C	10	3259,60	583,76	,698
	D	10	3111,77	1030,78	
TFM	C	10	407,88	89,18	,818
	D	10	391,85	198,18	

Çizelge 4.9’da verilen değerler incelendiğinde nar suyunda D markasının 5-HMF ve furfural değerleri C markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). pH, briks, iletkenlik ve TFM değerleri için markalar arası istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmemektedir ($p>0,05$).

Üzüm suyu için markalar arası 5-HMF, furfural, pH, iletkenlik ve TFM değerlerinin karşılaştırılması Çizelge 4.10’da gösterilmektedir.

Çizelge 4.10. Üzüm suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması

	Marka	N	Ortalama	SS	p
5-HMF (mg/L)	D	10	0,12	0,03	,003
	E	10	0,06	0,04	
Furfural (mg/L)	D	10	0,016	0,004	,002
	E	10	0,008	0,006	
pH	D	10	4,59	0,07	,000
	E	10	3,23	0,04	
Briks	D	10	14,87	1,58	,001
	E	10	17,17	0,88	
İletkenlik	D	10	1498,73	210,44	,575
	E	10	1457,13	92,95	
TFM	D	10	114,39	11,54	,000
	E	10	82,05	8,00	

Çizelge 4.10.'da verilen değerler incelendiğinde üzüm suyunun D markasının 5-HMF, furfural, pH ve TFM değerleri E markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). Briks değeri için E markasının aldığı değerler D markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p<0,05$). İletkenlik değeri için markalar arası istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmemektedir ($p>0,05$).

Şalgam suyu için markalar arası 5-HMF, furfural, pH, iletkenlik ve TFM değerlerinin karşılaştırılması Çizelge 4.11'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.11. Şalgam suyunda markalar arası değerlerin karşılaştırılması

	Marka	N	Ortalama	SS	p
5-HMF (mg/L)	F	10	0,0021	0,003	,282
	G	10	0,0037	0,003	
Furfural (mg/L)	F	10	TD	-	-
	G	10	TD	-	
pH	F	10	3,44	0,05	,000
	G	10	3,73	0,06	
Briks	F	10	3,00	0,00	-
	G	10	3,00	0,00	
İletkenlik	F	10	21,29	2,07	,000
	G	10	14,07	0,74	
TFM	F	10	225,02	23,99	,068
	G	10	246,03	24,29	

TD: Tespit edilemeyen düzey

Çizelge 4.11.'de verilen değerler incelendiğinde şalgam suyunun G markasının pH değeri F markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p < 0,05$). İletkenlik değeri için F markasının aldığı değerler G markasına göre anlamlı olarak yüksektir ($p < 0,05$). 5-HMF ve TFM değerleri için markalar arası istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmemektedir ($p > 0,05$). Örneklerin briks değerleri her iki marka için de aynıdır ve 3'tür. Şalgam suyu örneklerinde furfural tespit edilememiştir.



5. TARTIŞMA

Meyve sularında 5-HMF için bulduğumuz ortalama değerler ananas, elma, nar ve üzüm suları için sırasıyla (mg/L); $0,054 \pm 0,03$, $0,052 \pm 0,06$, $0,661 \pm 0,45$, $0,092 \pm 0,05$ 'dir. Şalgam suyunda 5-HMF miktarı $0,003 \pm 0,003$ mg/L olarak belirlenmiştir. Meyve sularında furfural için ortalama değerler ananas, elma, nar ve üzüm suları için sırasıyla (mg/L); $0,007 \pm 0,004$, $0,006 \pm 0,008$, $0,087 \pm 0,059$, $0,012 \pm 0,006$ 'dir. Şalgam suyunda furfural tespit edilememiştir. En yüksek TFM nar suyunda ($399,87 \pm 149,80$ mg/L), en düşük TFM ananas suyunda ($49,31 \pm 16,54$ mg/L) belirlenmiştir. Örneklerin TFM içeriği en yüksekten en düşüğe doğru nar suyu ($399,87 \pm 149,80$ mg/L), şalgam suyu ($235,52 \pm 25,85$ mg/L), elma suyu ($114,32 \pm 19,41$ mg/L), üzüm suyu ($98,22 \pm 19,20$ mg/L), ananas suyu ($49,31 \pm 16,54$ mg/L) şeklinde sıralanmaktadır. Ananas suyunun TFM içeriğinin düşük olmasının nedeni de meyve oranının en düşük (en az %10) olmasından kaynaklanabileceği şeklinde düşünülebilir.

Çalışmamızdaki şalgam suyu örneklerinin ortalama pH değeri $3,58 \pm 0,16$; ortalama briks değeri 3,00 olarak saptanmıştır. Türk Standartları Enstitüsü şalgam suyu standardına göre şalgam suyunun çözünür katı madde miktarı en az %2,8 (m/m), pH'ı en çok 3,8, titre edilebilir asitlik (laktik asit olarak) en az 6,0 g/L, tuz oranı en çok %1,7 (m/m) olmalıdır (Anonymous, 2003). Çalışmamızdaki örneklerin pH ve briks değeri standartlara uygun bulunmuştur.

Uluslararası Meyve Suyu İşleyicileri Federasyonu (IFFJP), HMF düzeyinin meyve sularında maksimum 5–10 mg/L ve meyve konsantrelerinde maksimum 25 mg/L olmasını önermektedir. Diğer furfurallar için herhangi bir sınır değeri belirlenmemiştir (Gaspar ve Lucena, 2009).

Türk Gıda Kodeksi'nde meyve sularında 5-HMF ve furfural miktarı ile ilgili sınır değeri belirtilmemektedir. Türk Standartları Enstitüsünde üzüm suyu (TS 3632), ananas suyu (TS 12895), elma suyu (TS 3633) ve nar suyu standardında (TS 12918) 5-HMF sınır miktarı 20 mg/L olarak belirtilmektedir (Anonymous, 2009, 2012, 2016a, 2016b).

Çalışmamızdaki meyve sularında tespit ettiğimiz 5-HMF miktarları Uluslararası Meyve Suyu İşleyicileri Federasyonu (IFFJP) ve TSE standartlarının belirlediği sınır değerinin altında bulunmuştur.

Burdurlu ve Karadeniz (2003) tarafından yapılan bir çalışmada iki çeşit elma suyu (Golden delicious ve Amasya) için 5-HMF oluşumu ile depolama süresi ve sıcaklık arasında pozitif bir ilişki gözlemlendiği belirtilmiştir. Elma suyu konsantrelerini 5, 20, 37 °C'de muhafaza etmişlerdir ve 37 °C de 4 aylık depolama sonunda 5-HMF'de önemli bir artış olduğunu belirtmişlerdir. HMF artışının 5 ile 37 °C arasında Golden Delicious çeşitleri için yaklaşık 1000 kat iken, Amasya çeşitleri için sadece 142 kat olduğu belirtilmiştir. 5-HMF konsantrasyonu Golden Delicious elma suyu konsantrelerinde 0,52 ile 963 mg/kg arasında, Amasya elma suyu konsantrelerinde ise 0,52 ile 190 mg/kg arasında bulunduğu belirtilmiştir. Yapılan çalışmada depolama süresi ve sıcaklığı arttıkça 5-HMF miktarının arttığı bildirilmiştir. Ayrıca meyvenin türü de 5-HMF oluşumunu etkilediği belirtilmiştir. Burdurlu ve Karadeniz (2003) yaptığı çalışmada belirledikleri 5-HMF değerlerinin bizim çalışmamızdaki değerlerden yüksek olduğu görülmektedir. Bu farklılığın sebebi elma suyu yapımında kullanılan elmanın türü, elma suyunun depolama süresi ve sıcaklığı, üretim koşullarının farklılığı şeklinde açıklanabilir.

Mullen, Marks ve Crozier (2007) tarafından yapılan bir çalışmada Birleşik Krallık'taki en popüler meyve suyu tatlarını temsil etmek üzere seçilen, ticari olarak temin edilebilen 13 meyve suyu ve meyve suyu içeceğinin toplam fenolik içeriği, Folin-Ciocalteu testi kullanılarak analiz edilmiştir. Fenolik bileşikler ayrı ayrı, HPLC-PDA-MS kullanılarak tanımlanmış ve miktarları belirlenmiştir. Proantosiyanidinlerin kateşin içeriği ve polimerizasyon derecesi de analiz edilmiştir. Mor üzüm suyunun, en fazla sayıda özgün fenolik bileşik ve aynı zamanda en yüksek toplam fenolik konsantrasyonunu içerdiği belirtilmiştir. Folin-Ciocalteu testi ile ölçülen mor üzüm suyundaki genel fenolik madde konsantrasyonunun 7,5±0,15 mmol/L tespit edildiği ifade edilmiştir. Ana bileşenlerin toplam fenolik içeriğin %93'ünü oluşturan flavan-3-oller, antosiyaninler ve hidroksisinamatlar olduğu belirtilmiştir. Buna karşılık, esasen hidroksisinamatlar içeren beyaz üzüm suyunun en düşük toplam fenolik içeriğe sahip olduğu belirtilmiştir. Yapılan çalışmada tespit edilen fenolik konsantrasyon çalışmamızdaki tespit edilen değerden yüksektir ancak bu çalışmada mor üzüm suyu bizim çalışmamızda ise beyaz üzüm suyu kullanılmıştır.

Tüfekci ve Fenercioğlu (2010) tarafından yapılan bir çalışmada piyasada satışa sunulan bazı meyve sularının (elma, nar, portakal ve üzüm) Türk Gıda Kodeksi ve meyve suyu standardına uygunluğunu araştırmışlardır. Bu amaçla pH, toplam asitlik, suda çözünür katı madde (briks), formol sayısı, 5-HMF, koruyucu madde (benzoik ve sorbik asit), mineral madde içeriği (potasyum, magnezyum, fosfor, sodyum ve kalsiyum), metal bulaşanlar (bakır, çinko, demir ve kalay) ve ağır metal (kurşun, kadmiyum ve arsenik) analizlerini yapmışlardır. 16 örnek üzerinde yapılan analizlerde bulunan değerlerin pH 3,39-4,03, toplam asitlik 3,1-9,4 g/L, briks %11,2-16,2, formol sayısı 3,0-21,0, 5-HMF 0,4-27,4 mg/L, benzoik asit 0,6-2,7 mg/L, sorbik asit <4,9 mg/L, K 701,0-1929,0 mg/L, Mg 45,6-126,7 mg/L, P 56,7-176,1 mg/L, Na 19,0-167,5 mg/L, Ca 19,2-197,7 mg/L, Pb 0,04-0,46 mg/L, Cd <0,017 mg/L ve As <0,034 mg/L arasında değiştiğini belirtmişlerdir. Metalik bulaşanlar (Cu, Zn, Fe ve Sn) yönünden ise mevzuatta sınırlanan değerlerin altında kaldığını bildirmişlerdir. Yapılan çalışmada tespit edilen 5-HMF miktarları çalışmamızdaki değerlerden yüksek, pH ve briks değerleri çalışmamızdaki değerlere yakındır.

Gözlekçi, Saraçoğlu, Onursal ve Özgen (2011) tarafından dört Türk narı olan *Punica granatum* L.'nin ("Lefan", "Katırbaşı", "Çekirdeksiz-IV" ve "Aşınar") meyve suyu, kabuk ve çekirdek ekstraktlarının TFM dağılımı araştırılmıştır. TFM içeriğini, Folin–Ciocalteu kolorimetrik yöntemi ile belirlemişlerdir. Sonuçlara göre, TFM düzeylerinin çeşitlere ve meyve kısımlarına bağlı olarak değiştiği ifade edilmiştir. Tüm çeşitlerde, TFM'nin en yüksek seviyelerinin kabuk ekstraktlarından elde edildiği belirtilmiştir. TFM'nin nar çeşitleri arasında 1775,4 ile 3547,8 mg/L arasında değiştiği, bununla birlikte, nar suyu ve çekirdeği ekstraktının toplam fenolik içeriği sırasıyla 784,4 ile 1551,5 mg/L ve 117,0 ile 177,4 mg/L arasında değiştiği bildirilmiştir. Test edilen dört popüler çeşit arasında toplam fenolik içeriğin en yüksek miktarını "Lefan" ın sergilediği ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada belirlenen değerler bizim çalışmamızdan yüksektir. Bunun nedeni çalışmada kullanılan nar türünün farklı olması olabilir. Ayrıca çalışmadaki nar suyu ticari nar suyu değildir. Nar tanelerinin el presi ile sıkılıp sularının çıkarılması ile elde edilmiştir. İşleme yönteminin farklı olması da değerlerin bizim değerlerimizden yüksek olmasında bir etken olabileceği düşünülmektedir.

Serpen (2012), taze meyvenin ekstrakte edilmiş suyundaki şeker konsantrasyonunun "şeker eklenmemiş" özelliği ile ticari olarak şişelenmiş %100 meyve suyuyla karşılaştırılmasına yönelik bir çalışma yapmıştır. Çalışmanın amacının, "şeker eklenmemiştir" etiketi bulunan

şışelenmiş %100 meyve suyunun şeker içeriğinin, taze meyvelerin ekstrakte edilmiş sularıninkine eşdeğer olup olmadığını belirlemek olduğu ifade edilmiştir. Test edilen meyve sularının elma, greyfurt, portakal, ananas, nar, kırmızı üzüm ve beyaz üzüm olduğu belirtilmiştir. Meyve suları için ortalama briks konsantrasyonlarının sırasıyla şışelenmiş ve taze sıkım meyve suları için; elma suyu 11,5-13, kırmızı üzüm 16-18, beyaz üzüm 16'ya yakın, portakal suyu 12,5-11, greyfurt suyu 11-10,5, nar suyu 16-15, ananas suyu 13-14 bulunduğu bildirilmiştir. "Şeker eklenmemiştir" etiketine sahip ticari olarak şışelenmiş %100 meyve suyundaki şeker içeriğinin, taze sıkılmış meyve suyundaki şeker içeriğini doğru bir şekilde temsil ettiği belirtilmiştir. Yapılan çalışmada elma ve üzüm suyunun briks değerlerinin bizim çalışmamıza yakın, nar ve ananas suyu için belirlenen değerlerin ise bizim çalışmamızdan yüksek olduğu görülmektedir.

Zhang, Zhang, Chen, Zhang ve Hu (2012), yaptıkları çalışmada, elma suyunun pH, titre edilebilir asitlik, elektriksel iletkenlik, briks ve sükroz, glikoz ve fruktoz içerikleri dahil olmak üzere kalite indekslerini belirlemişlerdir. Kontrol grubunda pH'nın 3,84, elektriksel iletkenlik değerinin 2,40 ms/cm (2400 μ S/cm), briks değerinin 11,60 olarak belirlendiği ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada belirlenen değerler çalışmamızdaki değerlere yakın olduğu görülmektedir.

Lee ve diğ. (2014), meyve sularında patulin ve 5-HMF'nin eş zamanlı tayinini amaçlamıştır. HPLC yöntemi ile elli altı meyve suyunda (elma, mango, ananas, guava, lychee, demirhindi, tarçın otu ve karışık meyve) 5-HMF'nin, 0,08 ila 91,5 mg/L arasında değiştiğini belirtmişlerdir. Yapılan çalışmada tespit edilen 5-HMF miktarları elma suyunda çoğu örnekte ve ananas suyunda tüm örneklerde çalışmamızdaki değerlerden yüksektir.

Lamsal ve Kumar (2014), sürekli ohmik ısıtma sırasında seçilmiş meyve sularının elektrik iletkenliğindeki değişimi incelemişlerdir. Farklı perakende pazarlardan satın alınan portakal, ananas ve domates meyvelerinin laboratuvarında sıkılmış meyve sularının elektrik iletkenliğindeki değişim ölçülmüştür ve briks ve pH gibi meyve suyu özellikleri açısından modellenmiştir. Sürekli olarak 80°C'ye ısıtıldıkları için tüm meyve sularının elektrik iletkenliği değerinin sıcaklıkla doğrusal bir değişime sahip olduğu ifade edilmiştir. Meyve suyunun iletkenlik değerinin meyve olgunluğundan etkilendiği ifade edilmiştir. 25°C'de ananas ve domates suyu için ortalama elektriksel iletkenlik değerleri, sırasıyla yaklaşık %20 ve %18,3'lük konuma bağlı maksimum değişimlerle birlikte 0,295 S/m ve 0,504 S/m

olduğu bildirilmiştir. Ananas suyunun pH değerinin 3,92 ile 4,2 arasında olduğu belirtilmiştir. Yapılan çalışmada ananas suyu için belirlenen değerler çalışmamızdaki değerlerden yüksek çıkmıştır.

Bayram, Erdoğan, Esin, Saraçoğlu ve Kaya (2014), farklı siyah havuç miktarlarının şalgam suyunun bileşimine ve duyuşal özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Şalgam sularında fenolik madde miktarının, siyah havuç miktarına ve zamana bağlı olarak arttığı, fermantasyon sonunda %10, 15, 20 havuç oranına sahip şalgam sularında bu değerlerin sırasıyla 455,51, 654,01, 858,51 mg/L olarak belirlendiği ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada belirlenen değerler çalışmamızdaki değerlerden yüksektir. Bunun nedeni çalışmadaki şalgam sularının geleneksel yöntemle elde edilmiş olması olabilir.

Akhavan, Barzegar, Weidlich ve Zimmermann (2015), İran'da yetiştirilen tanelerden ve bütün nardan elde edilen on meyve suyunun fenolik bileşikleri ve antioksidan aktivitelerini incelemiştir. Bütün nar meyvesinden elde edilen meyve sularının fenolik içerikleri ve antioksidan aktiviteleri, nar tanelerinden elde edilen sulardan önemli ölçüde daha yüksek olduğu, ancak çeşidin işleme yönteminden daha büyük bir etkisinin olduğu belirtilmiştir. İncelenen meyve sularındaki ana fenoliklerin, punicalagin A (5,40–285 mg/L), punicalagin B (25,9–884 mg/L) ve ellagik asit (17,4–928 mg/L) olduğu belirtilmiştir. Ana ve minör antosiyaninlerin siyanidin 3,5-diglukozit (0,7–94,7 mg/L), ardından siyanidin 3-glukozit (0,5–52,5 mg/L), pelargonidin 3,5-diglukozit + delfinidin 3-glukozit (TED– 10,3 mg/L), delfinidin 3,5-diglucoside (TED–7,68 mg/L), pelargonidin 3-glucoside (TED–9,40 mg/L) ve siyanidin-pentosit (TED–1,13 mg/L) şeklinde tanımlandığı ifade edilmiştir. Toplam fenolik içeriklerinin 220–2931 mg/100 mL aralığında olduğu belirtilmiştir. Yapılan çalışmada belirlenen değerler bizim çalışmamızdan yüksektir. Bunun nedeni çalışmada kullanılan nar orjiniinin farklı olması olabilir.

Çoksöyler ve Özer (2015), Adana ve Mersin'de üretim yapan firmalardan temin edilen 14 farklı şalgam suyu örneğinin kimyasal özelliklerini incelemişlerdir. Örneklerin kuru madde içeriği % 2,0-2,9, pH değeri 3,3-3,6; asitlik değeri 6,1-9,1 g/L, tuz oranı % 1,1-2,2 olarak saptandığını belirlemişlerdir. Yapılan çalışmada belirlenen değerler TS 11149 şalgam suyu standardındaki değerlere uymaktadır ve çalışmamızdaki değerlere yakındır.

Ekinci ve diğerkleri (2016) yaptıkları çalışmada ticari olarak temin edilen şalgam suyunun kimyasal bileşimi ve antioksidan kapasitesini belirlemeyi ve mikroflorasını tanımlayarak karakterize etmeyi amaçlamışlardır. Çalışmada şalgam suyunun TFM içeriğinin 517,21 mg/L olarak belirlemişlerdir. Yapılan çalışmada belirlenen değerk çalışmamızdaki değerkden yüksektir. Çalışmadaki örneklerin pH değerkinin 3,43, briks değerkinin %3,4 olarak belirlendiğı ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada belirlenen pH ve briks değerklerinin TS 11149 şalgam suyu standardındaki değerklere uyduğı bildirilmektedir ve çalışmamızdaki değerklere yakın olduğı görölmektedir.

Marsol-Vall, Balcells, Eras ve Canela-Garayoa (2016) tarafından farklı orijinlerden çeşitli elma ve armut suyu örneklerinde gaz kromatografisi tandem kütle spektrometresi (GC-MS/MS) yöntemi kullanılarak 5-HMF ve patulin içeriğı incelenmiştir. 5-HMF'nin, 0,09 ile 3,05 µg/g arasında değışen bir konsantrasyonla tüm numunelerde mevcut olduğı bildirilmiştir. Yapılan çalışmada tespit edilen 5-HMF miktarları dört çeşit elma suyunun üçünde çalışmamızdaki değerklerden yüksek, birinde çalışmamızdaki değerkere yakındır. Bunun sebebi elma suyunun orjini ve çalışmada kullanılan yöntemin farklılığı olabilir.

Wern, Haron ve Keng (2016) tarafından, taze meyve suları, ticari %100 meyve suları ve meyve içeceklerinin TFM içeriklerini ve antioksidan aktivitelerini karşılaştırmayı amaçlayan bir çalışmada yedi çeşit taze harmanlanmış meyve suyu ve bunların ticari muadillerini analiz etmişlerdir. Taze sıkılmış meyve suları, ticari %100 meyve suları ve meyveli içeceklerin TFM içeriklerinin sırasıyla 130,38-800,40, 210,65-1300,39 ve 30,32-450,10 mg/L aralığında olduğı belirtilmiştir. Nar suları, ticari %100 meyve suları arasında en yüksek TFM değerkine (1300,39 mg/L) sahip olduğı bildirilmiştir. Yapılan çalışmadaki %100 ticari elma ve nar sularının toplam fenolik madde içeriğı bizim çalışmamızda belirlenen değerklerden yüksektir. Bizim çalışmamızda da en yüksek TFM nar suyuna aittir.

Habibi, Mohammadi ve Kamankesh (2017), meyve püresi ve meyve sularında 5-HMF'nin tayini için HPLC ile birleştirilmiş dispersif sıvı-sıvı mikro ekstraksiyonu (DLLME) yöntemini kullanmışlardır. 5-HMF'nin, tüm ticari numunelerde 0,005 ile 27,43 mg/kg arasında değışen seviyelerde bulunduğı ifade edilmiştir. Ticari olmayan numunelerde 5-HMF'nin tespit edilmediğı belirtilmiştir. Bu çalışma, 5-HMF'nin gıdalarda ısıl işlem sırasında oluştuğunu ve taze gıdada bulunmadığı hipotezini doğrulamaktadır. Meyve suyu numunelerindeki 5-HMF değerkinin kayısı suyunda $9,170 \pm 0,570$ mg/L, şeftali suyunda

0,008±0,000 mg/L, üzüm suyunda 8,250±0,360 mg/L, portakal suyunda 11,860±0,410 mg/L, elma suyunda 7,120±0,340 mg/L, vişne suyunda 0.040±0.001 mg/L ve mango suyunda 0,005±0,000 mg/L olarak belirlendiği ifade edilmiştir. Ev yapımı taze portakal suyunda 5-HMF tespit edilmediği belirtilmiştir. Yapılan çalışmada tespit edilen 5-HMF miktarları çalışmamızdaki değerlerden yüksek olduğu görülmektedir.

Sönmez ve diğ. (2017) tarafından yapılan bir çalışmada, Ankara ilindeki farklı süpermarketlerden sağlanan beş ayrı markaya ait (A, B, C, D, E) dört çeşit (vişne, elma, kayısı, şeftali) meyve suyundan 20' şer adet olmak üzere toplam 100 adet örnekte 5-HMF ve furfural miktarları analiz edilmiştir. 5-HMF ve furfural bileşikleri, HPLC-DAD ile belirlenmiştir. Örneklerin tamamında 5-HMF ve furfural belirlendiği, ayrıca, tüm numunelerin 5-HMF seviyelerinin, numunelerin furfural seviyesinden daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Minimum ve maksimum 5-HMF ve furfural seviyelerinin sırasıyla 63,89 – 162,27 mg/L ve 0,19 – 4,85 mg/L olarak belirlendiği ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada tespit edilen 5-HMF miktarları çalışmamızdaki değerlerden yüksektir.

Ma, Kim, Neilson, Griffin, Peck, O'Keefe ve Stewart (2019), meyve suları ve içeceklerde toplam polifenollerin ve toplam flavanollerin miktarının belirlenmesini amaçladıkları çalışmada ticari meyve sularında Folin-Ciocalteu yöntemi ile belirlenen toplam fenolik madde içeriğinin elma suyunda $204,8 \pm 0,04$ mg/L GA, yaban mersini suyunda $1270 \pm 0,6$ mg/L GA, böğürtlen suyunda $1860 \pm 0,04$ mg/L GA, kıvılcık suyunda $705,4 \pm 0,3$ mg/L GA, Concord üzüm suyunda $1161 \pm 0,3$ mg/L GA, Gala elma suyunda $209,3 \pm 0,2$ mg/L GA, greyfurt suyunda $599,6 \pm 0,2$ mg/L GA, Gravenstein elma suyunda $452,2 \pm 0,1$ mg/L GA, Honeycrisp elma suyunda $325,8 \pm 0,06$ mg/L GA, limon suyunda $319,6 \pm 0,2$ mg/L GA, misket limonu suyunda $198,1 \pm 0,2$ mg/L GA, nar suyunda $3120 \pm 0,5$ mg/L GA, erik suyunda $1769 \pm 0,2$ mg/L GA ve beyaz üzüm suyunda ise $38,46 \pm 0,05$ mg/L GA olarak belirlendiği ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada beyaz üzüm suyu dışındaki meyve sularının toplam fenolik madde içeriği bizim çalışmamızdaki değerlerden yüksek, beyaz üzüm suyunun toplam fenolik madde içeriği ise bizim çalışmamızda daha yüksek bulunmuştur.

Mênouwesso ve diğerleri (2020), ısıtılmanın taze ananas suyunun maya inaktivasyonu, C vitamini ve fizyokimyasal kalitesine etkisini araştırmıştır. 5-HMF içerikleri HPLC ile belirlenmiştir. 5-HMF oluşumunun minimum 30 dakika ile sadece 95°C'de başladığını

bildirmişlerdir. Meyve suyunun başlangıç pH'sı $3,86 \pm 0,05$ ve briks derecesi $11,0 \pm 1,5$ olarak tespit edildiği belirtilmiştir. Diğer çalışmalarla uyumlu olarak ananas suyunda ısıtma işlemi ile pH ve briks derecesinin önemli ölçüde değişmediği bildirilmiştir. Yapılan çalışmada belirlenen pH değerleri bizim çalışmamızdan yüksek, briks değerleri çalışmamızdaki değerlere yakındır.

Khomich, Berezhnaya, Shashin, Polyakov, Kutepova, Perova ve Eller (2022), meyve suyu ürünlerinin türüne ve ürünün üretilmesinden bu yana geçen süreye bağlı olarak TFM içeriğini incelemiştir. TFM, Folin-Ciocalteu yöntemiyle dört meyve suyu ürünü (portakal, greyfurt ve elma suyu, vişne nektarı), çeşitli markalarda ve farklı üretim tarihlerinde belirlenmiştir. Polifenollerin portakal sularında 678 ile 870 mg/kg, greyfurt sularında 447 ile 798 mg/kg, elma sularında 264 ile 1320 mg/kg, kiraz nektarında 696 ile 1090 mg/kg bulunduğu ifade edilmiştir. En yüksek ortalama içeriğin kiraz nektarlarında (859 ± 106 mg/kg), ardından portakal (781 ± 54 mg/kg) ve greyfurt sularında (634 ± 91 mg/kg) bulunduğu belirtilmiştir. Elma sularında, meyve suyu üretim yöntemine bağlı olarak polifenol içeriğinde önemli bir değişiklik olduğu belirtilmiştir. Altı ay veya daha uzun süre saklanan ürünlerdeki polifenol içeriği, daha taze ürünlerdeki içerikten önemli bir farklılık göstermediği ve tüm raf ömrü boyunca meyve suyu ürünlerinde sürekli olarak yüksek bir polifenol içeriği olduğu belirtilmiştir. Yapılan çalışmada elma sularının toplam fenolik madde içeriği bizim çalışmamızdan yüksek bulunmuştur.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Meyve ve sebzeler açısından zengin diyetlerin tüketiminin, başta kardiyovasküler hastalıklar, spesifik kanserler ve nörodejeneratif hastalıklar olmak üzere bir dizi kronik hastalık riskinde azalma ile ilişkili olduğunu gösteren önemli epidemiyolojik kanıtlar bulunmaktadır. Bu tür diyetlerin yararlı etkileri genellikle içerdikleri polifenollerden kaynaklanmaktadır. Polifenollerin diyetle alımı ile bu tür kronik hastalık riskindeki azalmalar arasında ilişkiler gözlemlenmiştir.

Fenolik bileşikler, anti-alerjenik, anti-aterojenik, anti-enflamatuar, antimikrobiyal, antioksidan, antitrombotik, kardiyoprotektif ve damar genişletici özelliklerinden dolayı sağlığa olumlu etkileri bulunmaktadır. Genellikle tüm bitkisel kaynaklı gıdalarda bulunmalarına rağmen, insan diyetindeki fenoller esas olarak meyve, sebze ve içeceklerden gelmektedir.

Meyve ve sebzeler, K, Mg, diyet lifi, folat, A ve C vitaminleri ve bir dizi biyoaktif madde dahil olmak üzere bir dizi temel besin maddesinin önemli kaynaklarıdır. Besin değerleri nedeniyle, dünya çapında halk sağlığı yetkilileri tarafından tavsiye edilmekte ve tüketimlerini artırmak önemli bir halk sağlığı hedefi olmaktadır.

%100 meyve suyu, flavonoidler, karotenoidler ve pektin gibi besin ögesi ve sağlığa yararlı polifenollerin kaynağıdır ve birçok ülkede yaygın olarak tüketilmektedir. Birleşik Krallık, İspanya, Avusturya, Danimarka, Fransa, Macaristan ve İrlanda gibi ülkelerde, bir porsiyon meyve suyu, meyve ve sebzeler için günlük tavsiyeler arasında sayılmaktadır. Tüketiciler meyve suyu satın alırken %100 meyveden, pastörize edilmiş ve şeker ilavesiz olanları tercih etmelidir.

Isıl işlem, gıda güvenliğini garanti ettiği ve gıda maddelerinin kalitesini ve raf ömrünü iyileştirdiği için gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan süreçlerden biridir. Ancak bu işlemler sırasında potansiyel olarak toksik bileşikler, bazı furan türevleri gibi ısı kaynaklı kirleticiler üretilir. Bu kirleticilerden biri de 5-HMF'dir. 5-HMF içeriği ürünün işlenmesi sırasında aşırı ısınmaya veya yetersiz depolama koşullarına işaret ettiği için genellikle gıda endüstrisinde bir kalite göstergesi olarak kabul edilmektedir.

Çalışmamızdaki meyve sularında tespit ettiğimiz 5-HMF miktarları Uluslararası Meyve Suyu İşleyicileri Federasyonu (IFFJP) ve TS standartlarının belirlediği sınır değerin altında bulunmuştur. Bu da analiz edilen meyve sularının işleme sırasında yüksek sıcaklıklara maruz kalmadığını ve uygun saklama koşullarında depolandığına işaret etmektedir. 5-HMF miktarı ürünün tazeliğiyle ilişkili olduğundan tüketiciler ürün satın alırken üretim tarihlerini inceleyip yakın zamanda üretilmiş olanları tercih edebilir.

5-HMF'nin gıdalarla alımının insanlar üzerinde kanserojen, genotoksik, organotoksik gibi olumsuz yan etkilere neden olabildiğini gösteren birçok çalışma vardır. Bu sağlık etkileri düşünüldüğünde ülkemizde yaygın olarak tüketilen meyve sularında 5-HMF ve furfural miktarlarının kontrol ve izlemi büyük önem taşımaktadır. Literatürde şalgam suyunun 5-HMF içeriğini inceleyen çalışmalar sınırlıdır. Bizim çalışmamızda şalgam suyunda 5-HMF miktarı oldukça düşük bulunmuştur ve furfural tespit edilmemiştir. Şalgam suyu iyi miktarda mineral, vitamin, amino asit ve polifenol içeriği nedeniyle besleyici bir içecektir. Şalgam suyundaki siyah havuç antosiyaninleri ve laktik asit bakterileri, kardiyovasküler hastalık ve kanser riskini azaltma gibi varsayılan sağlık yararları ile bilinmektedir. Şalgam suyu sağlıklı beslenmede yer verilebilecek iyi bir içecek alternatifidir.

KAYNAKLAR

- Adu, J. K., Amengor, C. D. K., Orman, E., Ibrahim, N. M., Ifunanya, M. O. and Arthur, D. F. (2019). Development and validation of UV-Visible spectrophotometric method for the determination of 5-Hydroxymethyl furfural content in canned malt drinks and fruit juices in Ghana. *Journal of Food Quality*, 2019, 1–8.
- Agarwal, S., Fulgoni III, V. L., & Welland, D. (2019). Intake of 100% Fruit Juice Is Associated with Improved Diet Quality of Adults: NHANES 2013–2016 Analysis. *Nutrients*, 11(10), 2513.
- Agcam, E. (2022). A kinetic approach to explain hydroxymethylfurfural and furfural formations induced by maillard, caramelization, and ascorbic acid degradation reactions in fruit juice-based mediums. *Food Analytical Methods*, 15(5), 1286–1299.
- Akhavan, H., Barzegar, M., Weidlich, H. and Zimmermann, B. F. (2015). Phenolic compounds and antioxidant activity of juices from ten Iranian pomegranate cultivars depend on extraction. *Journal of Chemistry*, 2015, 1–7.
- Aktaş, I. G., & Gökmen, V. (2020). A survey of the occurrence of α -dicarbonyl compounds and 5-hydroxymethylfurfural in dried fruits, fruit juices, puree and concentrates. *Journal of Food Composition and Analysis*, 91, 103523.
- Aleixandre-Tudo, J. L., Buica, A., Nieuwoudt, H., Aleixandre, J. L. and du Toit, W. (2017). Spectrophotometric analysis of phenolic compounds in grapes and wines. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65(20), 4009–4026.
- Alpözen, E. (2009). Balda Hidroksimetilfurfural Oluşumu. *Arıcılık Araştırma Dergisi*, 1, 24-25.
- Altay, F., Karbancıoğlu-Güler, F., Daskaya-Dikmen, C., & Heperkan, D. (2013). A review on traditional Turkish fermented non-alcoholic beverages: Microbiota, fermentation process and quality characteristics. *International Journal of Food Microbiology*, 167(1), 44–56.
- Anonymous (2003) Turkish Standard—Şalgam suyu/Turnip juice (TS11149). Turkish Standard Institute.
- Anonymous (2009) Turkish Standard—Üzüm suyu/Grape juice (TS 3632). Turkish Standard Institute.
- Anonymous (2012) Turkish Standard—Nar suyu/Pomegranate juice (TS 12918). Turkish Standard Institute.
- Anonymous (2016a) Turkish Standard—Ananas suyu/Pineapple juice (TS 12895). Turkish Standard Institute.
- Anonymous (2016b) Turkish Standard—Elma suyu/Apple juice (TS 3633). Turkish Standard Institute.

- Arribas-Lorenzo G, Morales FJ. (2010). Estimation of dietary intake of 5-hydroxymethylfurfural and related substances from coffee to Spanish population. *Food and Chemical Toxicology*, 48(2), 644–649.
- Ashurst, P. R. (2016). *Fruit juices*. Encyclopedia of Food and Health, 130–137.
- Ashurst, P., Hargitt, R., Palmer, F., 2017. *Soft drink and fruit juice problems solved*. Ingredients in soft drinks, CRC Press, Woodhead Publishing, Oxford, UK, 29-66.
- Bayram, M., Erdoğan, S., Esin, Y., Saraçoğlu, O., & Kaya, C. (2014). Farklı siyah havuç miktarlarının şalgam suyunun bileşimine ve duyuşal özellikleri üzerine etkisi. *Akademik Gıda*, 12, 29-34.
- Bhuyan D. J. and Basu, A. (Eds.). (2017). Phenolic compounds potential health benefits and toxicity. *Utilisation of Bioactive Compounds from Agricultural and Food Waste*, 27–59.
- Bignardi, C., Cavazza, A. and Corradini, C. (2014). Selected product ion monitoring for quantification of 5-hydroxymethylfurfural in food products by capillary zone electrophoresis-tandem ion trap mass spectrometry. *Food Control*, 46, 41–48.
- Birari, R. B. and Bhutani, K. K. (2007). Pancreatic lipase inhibitors from natural sources: unexplored potential. *Drug Discovery Today*, 12(19–20), 879–889.
- Borghoff, L. M., Strassner, C. and Herzig, C. (2023). Organic juice processing quality from the processors' perspective: A qualitative study. *Foods*, 12(2), 377.
- Burdurlu, S. H. and Karadeniz, F. (2003). Effect of storage on nonenzymatic browning of apple juice concentrates. *Food Chemistry*, 80(1), 91–97.
- Capuano, E. and Fogliano, V. (2011). Acrylamide and 5-hydroxymethylfurfural (HMF): A review on metabolism, toxicity, occurrence in food and mitigation strategies. *Lebensmittel-Wissenschaft und -Technologie- Food Science and Technology*, 44, 793–810.
- Cemeroğlu, B. (1977). Meyve pulpları ve sularının tanklarda aseptik doldurma ile depolanmaları. *Gıda*, 2 (1),- .
- Cemeroğlu, B., Karadeniz, F. (2001). Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi 2. Meyve Suyu Üretim Teknolojisi. *Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları* No: 25, Ankara.384s. ISBN:975-93575-0-X.
- Choudhary, A., Kumar, V., Kumar, S., Majid, I., Aggarwal, P. and Suri, S. (2020). 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) formation, occurrence and potential health concerns: recent developments. *Toxin Reviews*, 40(4), 545–561.
- Chowdhury, C., Shahnawaz, K., Kumari P, D., Chowdhury, A., Gootveld, M., & Lynch, E. (2018). Highly acidic pH values of carbonated sweet drinks, fruit juices, mineral waters and unregulated fluoride levels in oral care products and drinks in India: a public health concern. *Perspectives in Public Health*, 139(4), 186–194.

- Çoksöyler, F. N. ve Özer, N. (2015). Şalgam suyunun bazı kimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri. *Gıda*, 40 (1) , 31-38.
- Daniel, N. W. 1991. Bioistatistic: A Foundation for Analysis in the Health Sciences. (5th Ed.), New York: Wiley.
- Del Rio, D., Rodriguez-Mateos, A., Spencer, J. P., Tognolini, M., Borges, G. and Crozier, A. (2013). Dietary (poly)phenolics in human health: Structures, bioavailability, and evidence of protective effects against chronic diseases. *Antioxidant and Redox Signaling*, 2013, 18, 1818–1892.
- Delgado-Andrade, C., Rufián-Henares, J. A. and Morales, F. J. (2009). Hydroxymethylfurfural in commercial biscuits marketed in Spain. *Journal of Food Nutrition Research*, 48(1), 14–19.
- Delgado-Andrade, C., Seiquer, I., Navarro, M. P. and Morales, F. J. (2008). Estimation of hydroxymethylfurfural availability in breakfast cereals. Studies in Caco-2 cells. *Food and Chemical Toxicology*, 46(5), 1600–1607.
- Dias, R., Oliveira, H., Fernandes, I., Simal-Gandara, J. and Perez-Gregorio, R. (2020). Recent advances in extracting phenolic compounds from food and their use in disease prevention and as cosmetics. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(7), 1130–1151.
- Dinçer, C. and Topuz, A. (2018). The use of ultrasound in fruit juice processing. *Gıda*, 43(4), 569–581.
- EFSA. (2011). Scientific Opinion on Flavouring Group Evaluation 218, Revision 1 (FGE.218Rev1): alpha, beta-Unsaturated aldehydes and precursors from subgroup 4.2 of FGE.19: Furfural derivatives. *EFSA Journal*, 9, 1–30.
- Egeonu Eugene K., Osahon O. D., & Efenji Godwin, I. (2017). Comparative assessment of electrical properties and pH of homemade and industrial pineapple juice samples from Benin City. *International Journal of Applied Science and Mathematical Theory*, ISSN 2489-009X Vol. 3 No.2.
- Ekinci, F. Y., Baser, G. M., Özcan, E., Üstündağ, Ö. G., Korachi, M., Sofu, A., Blumberg, J.B., Chen, C. Y. O. (2016). Characterization of chemical, biological, and antiproliferative properties of fermented black carrot juice, shalgam. *European Food Research and Technology*, 242(8), 1355- 1368.
- Ekşi, A. and Artık, N. (1986). Meyve suyunda hidroksimetilfurfural miktarı üzerine pastörizasyon sonrası soğutma işleminin etkisi. *Gıda*, 11 (3).
- Erten H, Tangüler H, Canbaş A. 2008. A Traditional Turkish Lactic Acid Fermented Beverage: Shalgam (Salgam). *Food Reviews Int*, 24(3):352– 359.
- Escarpa, A. and González, M. C. (2001). Approach to the content of total extractable phenolic compounds from different food samples by comparison of chromatographic and spectrophotometric methods. *Analytica Chimica Acta*, 427(1), 119–127.

- Esposito, S., Veneziani, G., Taticchi, A., Urbani, S., Selvaggini, R., Sordini, B., Daidone, L., Gironi, G. and Servili, M. (2021). Chemical composition, antioxidant activity, and sensory characterization of commercial pomegranate juices. *Antioxidants*, 10(9), 1381.
- FDA. (2004). *Exploratory Data on Furan in Food*. <http://www.cfsan.fda.gov/dms/furandatat.html>.
- Ferrer, E., Alegría, A., Farré, R., Abellán, P. and Romero, F. (2005). High-performance liquid chromatographic determination of furfural compounds in infant formulas during full shelf-life. *Food Chemistry*, 89(4), 639–645.
- Gaspar, E. M. S. M. and Lucena, A. F. F. (2009). Improved HPLC methodology for food control – furfurals and patulin as markers of quality. *Food Chemistry*, 114(4), 1576–1582.
- Godfrey, V. B., Chen, L. J., Griffin, R. J., Lebetkin, E. H. and Burka, L. T. (1999). Distribution and metabolism of (5-hydroxymethyl) furfural in male F344 rats and B6C3F1 mice after oral administration. *Journal of Toxicology and Environmental Health*, 57, 199-210.
- Godoy, C. A., Valderrama, P., Furtado, A. C. and Boroski, M. (2022). Analysis of HMF and furfural in hydrolyzed lignocellulosic biomass by HPLC-DAD-based method using FDCA as internal standard. *MethodsX*, 9, 101774.
- Gong, M., Zhou, Z., Liu, S., Zhu, S., Li, G., Zhong, F. and Mao, J. (2021). Formation pathways and precursors of furfural during Zhenjiang aromatic vinegar production. *Food Chemistry*, 354, 129503.
- Gökmen, V., Açar, Ö. Ç., Köksel, H. and Acar, J. (2007). Effects of dough formula and baking conditions on acrylamide and hydroxymethylfurfural formation in cookies. *Food Chemistry*, 104(3), 1136-1142.
- Gözlekçi, S., Saraçoğlu, O., Onursal, E. and Özgen, M. (2011). Total phenolic distribution of juice, peel, and seed extracts of four pomegranate cultivars. *Pharmacognosy Magazine*, 7(26), 161.
- Guo, H., & Xia, M. (2014). *Anthocyanins and diabetes regulation*. Polyphenols in Human Health and Disease, 83–93.
- Güray, T., Yılmaz Tuncel, N., Tunçel, M. and Uysal, U. D. (2019). Validated micellar electrokinetic capillary chromatography (MECC) method for determination of 5-hydroxymethylfurfural in honey and comparison with HPLC. *Chemical Papers*, 73(9), 2209–2220.
- Habibi, H., Mohammadi, A. and Kamankesh, M. (2017). Hydroxymethylfurfural in fruit puree and juice: preconcentration and determination using microextraction method coupled with high-performance liquid chromatography and optimization by Box–Behnken design. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12(1), 191–199.

- Haminiuk, C. W. I., Maciel, G. M., Plata-Oviedo, M. S. V., & Peralta, R. M. (2012). Phenolic compounds in fruits - an overview. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(10), 2023–2044.
- Hardt-Stremayr, M., Mattioli, S., Greilberger, J., Stiegler, P., Matzi, V., Schmid, M. G., et al. (2013). Determination of metabolites of 5-hydroxymethylfurfural in human urine after oral application. *Journal of Separation Science*, 36, 670–676.
- Hounhouigan, M. H., Linnemann, A. R., Soumanou, M. M. and Van Boekel, M. A. J. S. (2020). Effect of heat treatment on yeast inactivation, vitamin C and physicochemical quality of fresh pineapple juice. *African Journal of Food Science*, 14(8), 256–264.
- Hsu, C.-L. and Yen, G.-C. (2008). Phenolic compounds: Evidence for inhibitory effects against obesity and their underlying molecular signaling mechanisms. *Molecular Nutrition and Food Research*, 52(5), 624–625.
- Huang, Y., Rasco, B. A., & Cavinato, A. G. (2009). *Fruit juices*. Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control, 355–375.
- Husoy, T., Haugen, M., Murkovic, M., Jobstl, D., Stolen, L. H., Bjellaas, T., et al. (2008). Dietary exposure to 5-hydroxymethylfurfural from Norwegian food and correlations with urine metabolites of short-term exposure. *Food and Chemical Toxicology*, 46, 3697–3702.
- IARC. (1995). Furan. IARC Monogr Eval Carcinog Risks Hum. IARC, 63, 393–407.
- Incedayi, B., Uylaser, V., Copur, U., 2008. A traditional Turkish beverage shalgam: manufacturing technique and nutritional value. *Journal of Food, Agriculture & Environment* 6, 31–34.
- Jaywant, S. A., Singh, H. and Arif, K. M. (2022). Sensors and instruments for brix measurement: A review. *Sensors*, 22(6), 2290.
- Khalil, M., Sulaiman, S. and Gan, S. (2010). High 5-hydroxymethylfurfural concentrations are found in Malaysian honey samples stored for more than one year. *Food and Chemical Toxicology*, 48, 2388–2392.
- Khomich, L. M., Berezhnaya, Yu. A., Shashin, D. L., Polyakov, S. A., Kutepova, I. S., Perova, I. B. and Eller, K. I. (2022). Comparative analysis of the total content of polyphenols in some types of industrial juice products. *Problems of Nutrition*, 91(5), 124–132.
- Koskinen, J. (2021). Method validation of short chain carboxylic acids. [Lisans tezi, Metropolia University of Applied Sciences]. <https://www.theseus.fi/handle/10024/506055>
- Kowalski S, Lukasiewicz M, Duda-Chodak A, Zięć G. (2013). 5-Hydroxymethyl-2-furfural (HMF)-heat-induced formation, occurrence in food and biotransformation – a Review. *Polish Journal of Food and Nutrition Science* 63(4): 207–225.

- Kumar, N. and Goel, N. (2019). Phenolic acids: Natural versatile molecules with promising therapeutic applications. *Biotechnology Reports*, 24, e00370.
- Lamsal, P.B. and Kumar Jindal, V. (2014). Variation in electrical conductivity of selected fruit juices during continuous ohmic heating. *KMUTNB International Journal of Applied Science and Technology*, 7(1), 47–56.
- Lattanzio, V. (2013). *Phenolic compounds: Introduction*. In: Ramawat, K., Mérillon, JM. (eds) Natural Products. Springer, Berlin, Heidelberg.
- Lee, C. H., Chen, K. T., Lin, J. A., Chen, Y. T., Chen, Y. A., Wu, J. T. and Hsieh, C. W. (2019). Recent advances in processing technology to reduce 5-hydroxymethylfurfural in foods. *Trends in Food Science and Technology*, 93, 271–280.
- Lee, T. P., Sakai, R., Manaf, N. A., Rodhi, A. M. and Saad, B. (2014). High performance liquid chromatography method for the determination of patulin and 5-hydroxymethylfurfural in fruit juices marketed in Malaysia. *Food Control*, 38, 142–149.
- Li, Z., Yuan, Y., Yao, Y., Wei, X., Yue, T. and Meng, J. (2019). Formation of 5-hydroxymethylfurfural in industrial-scale apple juice concentrate processing. *Food Control*, 102, 56–68.
- Lin, D., Xiao, M., Zhao, J., Li, Z., Xing, B., Li, X., Kong, M., Li, L., Zhang, Q., Liu, Y., Chen, H., Qin, W., Wu, H. and Chen, S. (2016). An overview of plant phenolic compounds and their importance in human nutrition and management of type 2 diabetes. *Molecules*, 21(10), 1374.
- Ma, S., Kim, C., Neilson, A. P., Griffin, L. E., Peck, G. M., O’Keefe, S. F. and Stewart, A. C. (2019). Comparison of common analytical methods for the quantification of total polyphenols and flavanols in fruit juices and ciders. *Journal of Food Science*, 84(8), 2147–2158.
- Mańkowska, D., Majak, I., Bartos, A., Słowianek, M., Łacka, A. and Leszczyńska, J. (2017). 5-hydroxymethylfurfural content in selected gluten-and glutenfree cereal food products. *Biotechnology and Food Science*, 81(1), 11-21.
- Marsol-Vall, A., Balcells, M., Eras, J. and Canela-Garayoa, R. (2016). A rapid gas chromatographic injection-port derivatization method for the tandem mass spectrometric determination of patulin and 5-hydroxymethylfurfural in fruit juices. *Journal of Chromatography A*, 1453, 99–104.
- Martín-Gómez, J., García-Martínez, T., Varo, M. Á., Mérida, J., & Serratos, M. P. (2021). Phenolic compounds, antioxidant activity and color in the fermentation of mixed blueberry and grape juice with different yeasts. *LWT*, 146, 111661.
- Martins, F. C. O. L., Alcantara, G. M. R. N., Silva, A. F. S., Melchert, W. R. and Rocha, F. R. P. (2022). The role of 5-hydroxymethylfurfural in food and recent advances in analytical methods. *Food Chemistry*, 395, 133539.

- Matsumura, Y., Kitabatake, M., Kayano, S. and Ito, T. (2023). Dietary phenolic compounds: Their health benefits and association with the gut microbiota. *Antioxidants*, 12(4), 880.
- Medina, M. B. (2011). Determination of the total phenolics in juices and superfruits by a novel chemical method. *Journal of Functional Foods*, 3(2), 79–87.
- Mehrotra, S., Rai, P. and Sharma, S. K. (2022). A quick and simple paper-based method for detection of furfural and 5-hydroxymethylfurfural in beverages and fruit juices. *Food Chemistry*, 377, 131532.
- Mênouwesso, H. H., Anita, R. L., Mohamed, M. S., & Martinus, A. J. S. V. B. (2020). Effect of heat treatment on yeast inactivation, vitamin C and physicochemical quality of fresh pineapple juice. *African Journal of Food Science*, 14(8), 256–264.
- Mihalev, K., Dinkova, R., Shikov, V., and Mollov, P. (2018). *Classification of fruit juices*. Fruit Juices, 33–44.
- Moreno, D. A., Ilic, N., Poulev, A., Brasaemle, D. L., Fried, S. K. and Raskin, I. (2003). Inhibitory effects of grape seed extract on lipases. *Nutrition*, 19(10), 876–879.
- Mortas, M., Gul, O., Yazici, F. and Dervisoğlu, M. (2017). Effect of brewing process and sugar content on 5-hydroxymethylfurfural and related substances from Turkish coffee. *International Journal of Food Properties*, 20, 1866–1875.
- Mullen, W., Marks, S. C. and Crozier, A. (2007). Evaluation of phenolic compounds in commercial fruit juices and fruit drinks. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(8), 3148–3157.
- Nardini, M. (2022). Phenolic compounds in food: Characterization and health benefits. *Molecules*, 27(3), 783.
- Nguyen, H. T., Van der Fels-Klerx, H. J., Peters, R. J. B. and Van Boekel, M. A. J. S. (2016). Acrylamide and 5-hydroxymethylfurfural formation during baking of biscuits: Part I: Effects of sugar type. *Food Chemistry*, 192, 575–585.
- Park, S., Jo, A. and Lee, K.-G. (2021). Effect of various roasting, extraction and drinking conditions on furan and 5-hydroxymethylfurfural levels in coffee. *Food Chemistry*, 358, 129806.
- Pereira, D., Valentão, P., Pereira, J. and Andrade, P. (2009). Phenolics: From Chemistry to Biology. *Molecules*, 14(6), 2202–2211.
- Petisca, C., Henriques A. R., Pérez-Palacios, T., Pinho, O. and Ferreira IMPLVO. (2014). Assessment of hydroxymethylfurfural and furfural in commercial bakery products. *Journal of Food Composition and Analysis*, 33(1), 20–25.
- Pham, H. T. T., Kityo, P., Buvé, C., Hendrickx, M. E. and Van Loey, A. M. (2020). Influence of pH and composition on nonenzymatic browning of shelf-stable orange juice during storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 68(19), 5402–5411.

- Polovková, M. and Simko, P. (2017) Determination and occurrence of 5-hydroxymethyl-2-furfuraldehyde in white and brown sugar by high performance liquid chromatography. *Food Control*, 78: 183–186.
- Prata, R., Petrarca, M. H., Filho, J. T. and Godoy, H. T. (2021). Simultaneous determination of furfural, 5-hydroxymethylfurfural and 4-hydroxy-2,5-dimethyl-3(2H)-furanone in baby foods available in the Brazilian market. *Journal of Food Composition and Analysis*, 99, 103874.
- Rada-Mendoza, M., Olano, A. and Villamiel, M. (2002). Determination of hydroxymethylfurfural in commercial jams and in fruit-based infant foods. *Food Chemistry*, 79(4): 513–516.
- Rahman, M., Rahaman, S., Islam, R., Rahman, F., Mithi, F. M., Alqahtani, T., Almikhlaifi, M. A., Alghamdi, S. Q., Alruwaili, A. S., Hossain, Md. S., Ahmed, M., Das, R., Emran, T. B. and Uddin, Md. S. (2021). Role of phenolic compounds in human disease: Current knowledge and future prospects. *Molecules*, 27(1), 233.
- Rajauria, G., & Tiwari, B. K. (2018). *Fruit juices*. Fruit Juices, 3–13.
- Ruxton, C. H. S., and Myers, M. (2021). Fruit juices: are they helpful or harmful? An Evidence Review. *Nutrients*, 13(6), 1815.
- Ruxton, C. H. S., Derbyshire, E., & Sievenpiper, J. L. (2021). Pure 100% fruit juices – more than just a source of free sugars? A review of the evidence of their effect on risk of cardiovascular disease, type 2 diabetes and obesity. *Nutrition Bulletin*, 46(4), 415–431.
- Sacchetti, G., Iannone, F., De Gregorio, M., Di Mattia, C., Serafini, M. and Mastrocola, D. (2016). Non enzymatic browning during coca roasting as affected by processing time and temperature. *Journal of Food Engineering*, 169: 44–52.
- Scalbert, A. and Williamson, G. (2000). Dietary intake and bioavailability of polyphenols. *Journal of Nutrition*, 130, 2073S–2085S.
- Sergeant, T., Vanderstraeten, J., Winand, J., Beguin, P. and Schneider, Y. J. (2012). Phenolic compounds and plant extracts as potential natural anti-obesity substances. *Food Chemistry*, 135, 68–73.
- Serpen, J. Y. (2012). Comparison of sugar content in bottled 100% fruit juice versus extracted juice of fresh fruit. *Food and Nutrition Sciences*, 03(11), 1509–1513.
- Shahidi, F. and Naczki, M. (2004). *Phenolics in food and nutraceuticals*. New York: CRC Press. p. 558.
- Shahidi, F., & Ho, C.-T. (2005). *Phenolics in food and natural health products: An overview*. Phenolic Compounds in Foods and Natural Health Products, 1–8.
- Shapla, U. M., Solayman, M., Alam, N., Khalil, M. I. and Gan, S. H. (2018). 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) levels in honey and other food products: effects on bees and human health. *Chemistry Central Journal*, 12(1).

- Singleton, V. L., Orthofer, R. and Lamuela-Raventos, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods Enzymol.* 299, 152–178.
- Sobiesiak, M. (2017). Chemical structure of phenols and its consequence for sorption processes. *InTech*. doi: 10.5772/66537.
- Sönmez, C., Yentür, G., Demirhan, B. and Er Demirhan, B. (2017). Investigation of 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde and 2-furaldehyde compounds in fruit juices. *Gazi Sağlık Bilimleri Dergisi*, 2(1), 28-35.
- Sulusoglu, M. (2014). Phenolic compounds and uses in fruit growing. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 6, 947-956.
- Švecová, B. and Mach, M. (2017). Content of 5-hydroxymethyl-2-furfural in biscuits for kids. *Interdisciplinary Toxicology*, 10(2), 66–69.
- TGK. (2014). *Türk Gıda Kodeksi Meyve Suyu ve Benzeri Ürünler Tebliği* (TEBLİĞ NO: 2014/34).
- Toushik, S. H., Lee, K. T., Lee, J. S. and Kim, K. S. (2017). Functional applications of lignocellulolytic enzymes in the fruit and vegetable processing industries. *Journal of Food Science*, 82(3), 585–593.
- Tüfekci, H. B. and Fenercioğlu, H. (2010). Türkiye’de üretilen bazı ticari meyve sularının kimyasal özellikler açısından gıda mevzuatına uygunluğu. *Akademik Gıda*, 8 (2), 11-17.
- Türkiye Beslenme Rehberi (TÜBER), 2022. Öneri: Taze sebze ve meyve tüketim miktarları, syf 25. [https://hsgmdestek.saglik.gov.tr/depo/birimler/saglikli-beslenme-hareketli-hayat-db/Rehberler/Türkiye%20Beslenme%20Rehber%20\(TÜBER\)%202022.pdf](https://hsgmdestek.saglik.gov.tr/depo/birimler/saglikli-beslenme-hareketli-hayat-db/Rehberler/Türkiye%20Beslenme%20Rehber%20(TÜBER)%202022.pdf)
- Türköz Acar, E., Helvacıoğlu, S., Charehsaz, M. and Aydın, A. (2018). Determination and safety evaluation of furfural and hydroxymethylfurfural in some honey samples by using a validated HPLC-DAD method. *Journal of Research in Pharmacy*, 22(1), 189–197.
- Wern, K. H., Haron, H. and Keng, C. B. (2016). Comparison of total phenolic contents (TPC) and antioxidant activities of fresh fruit juices, commercial 100% fruit juices and fruit drinks. *Sains Malaysiana*, 45(9), 1319–1327.
- WHO, 2015. Guideline: sugars intake for adults and children. ISBN: 978-92-4-154902-8.
- Yang, W., Zhang, C., Li, C., Huang, Z. Y. and Miao, X. (2019). Pathway of 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde formation in honey. *Journal of Food Science and Technology*, 56(5), 2417–2425.
- Zappala M, Fallico B, Arena E, Verzera A (2005) Methods for the determination of HMF in honey: a comparison. *Food Control*, 16:273–277.

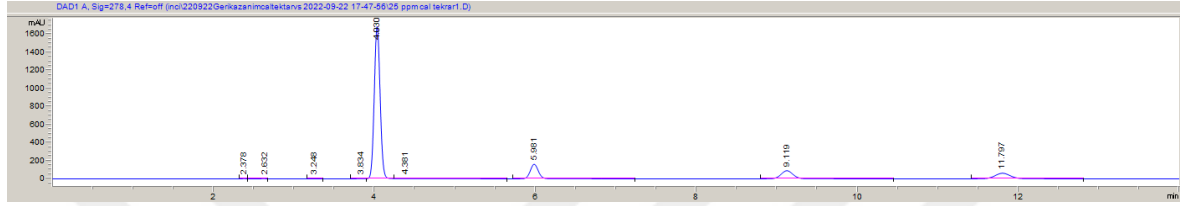
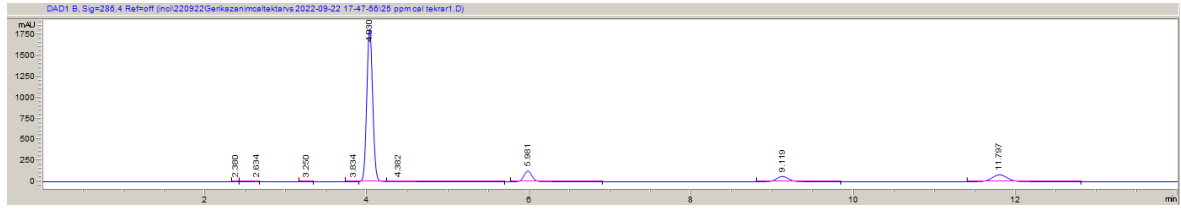
- Zhang, X., Li, N., Lu, X., Liu, P. and Qiao, X. (2016). Effects of temperature on the quality of black garlic. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96, 2366-2372.
- Zhang, Y., Zhang, Z., Chen, F., Zhang, H. and Hu, X. (2012). Effect of sonication on eliminating of phorate in apple juice. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19(1), 43–48.



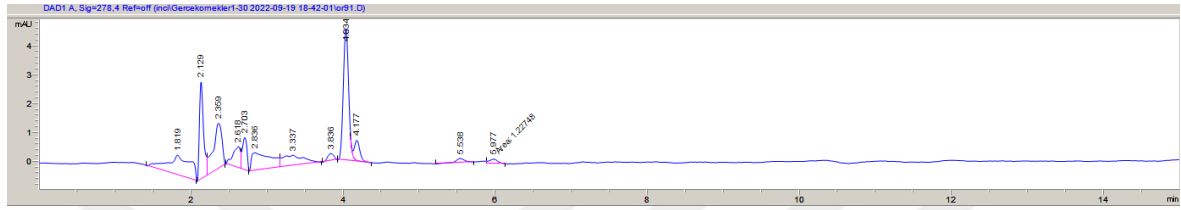
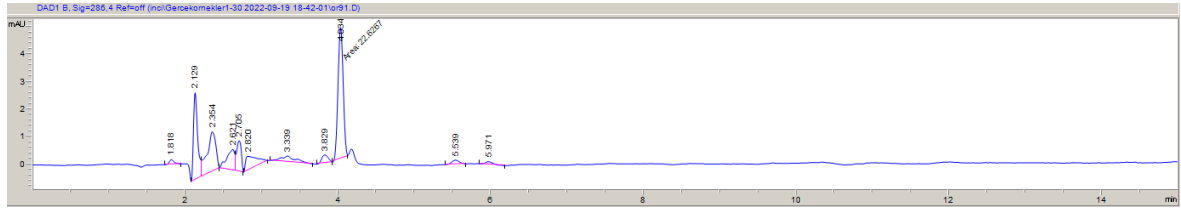


EKLER

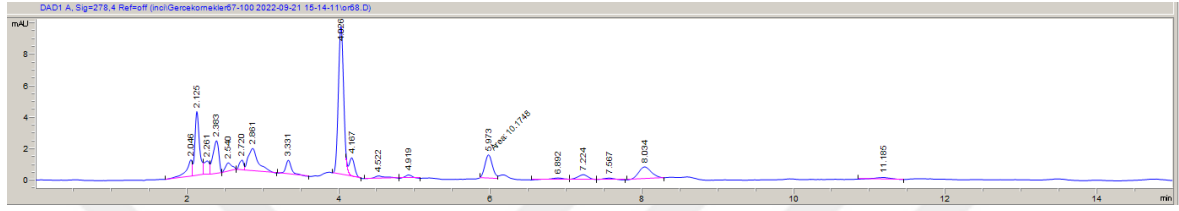
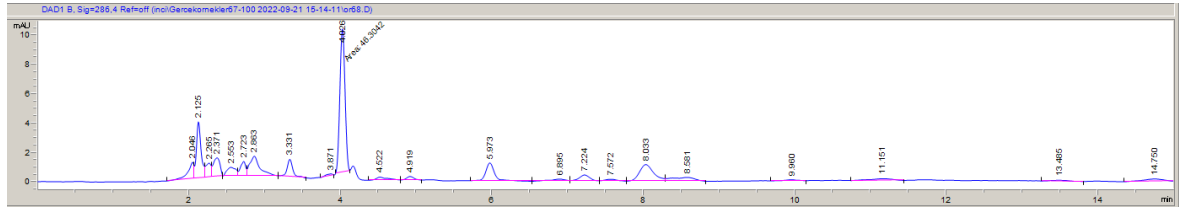
Ek-1. 25 mg/L’de 5-HMF ve furfural kalibrasyonuna ait kromatogramlar



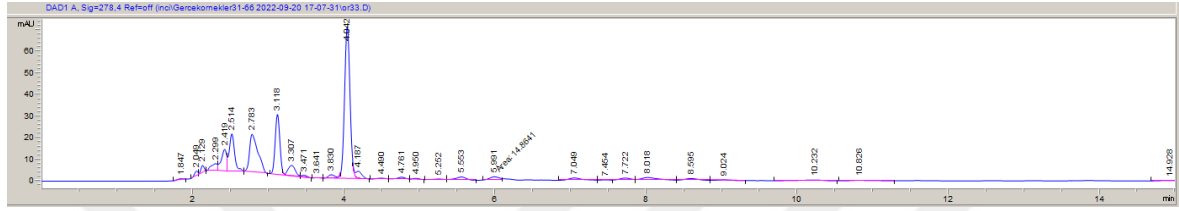
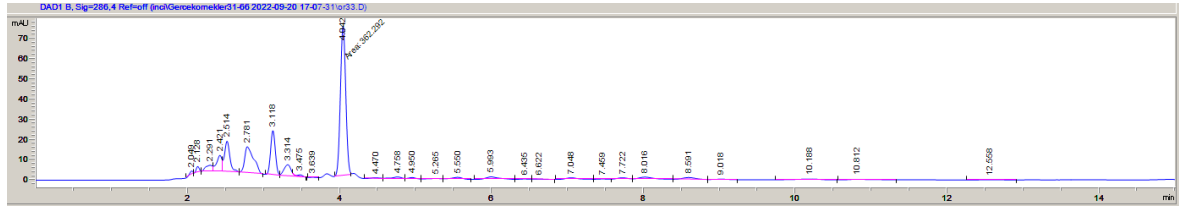
Ek-2. Ananas suyu örneğine ait kromatogramlar



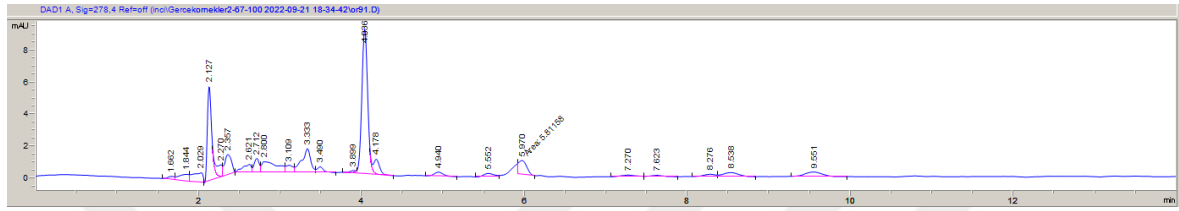
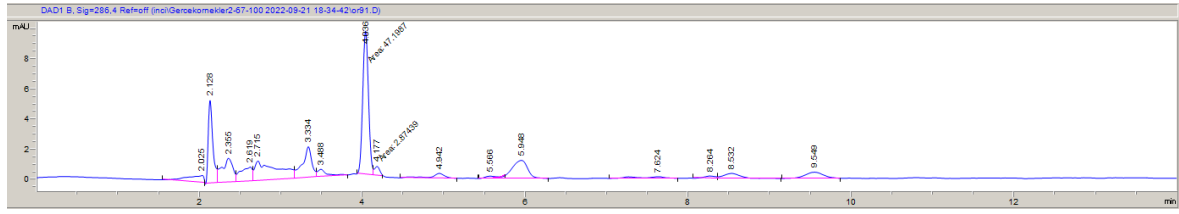
Ek-3. Elma suyu örneğine ait kromatogramlar



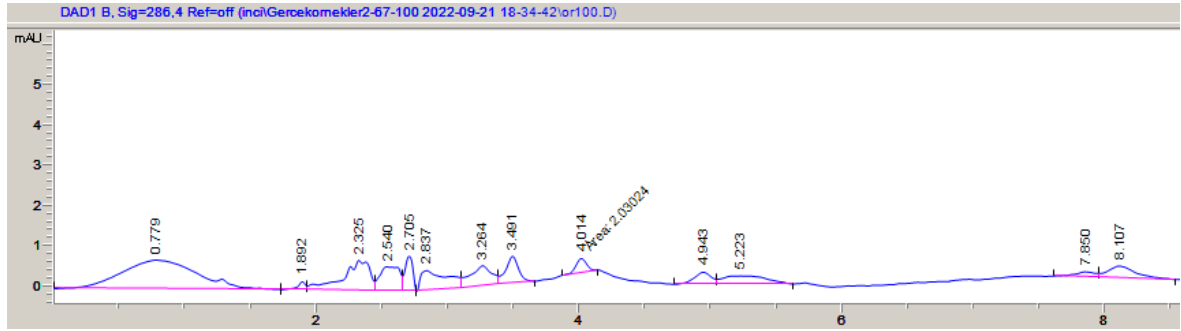
Ek-4. Nar suyu örneğine ait kromatogramlar



Ek-5. Üzüm suyu örneğine ait kromatogramlar



Ek-6. Şalgam suyu örneğine ait kromatogramlar



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : ALTINSOY, Hanife
Uyruğu : T.C.

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi/Besin Analizleri ve Beslenme	Devam ediyor
Lisans	Gazi Üniversitesi/Beslenme ve Diyetetik Bölümü	2019
Lise	Aydınlıkevler Anadolu Lisesi	2015

İş Deneyimi, Yıl	Çalıştığı Yer	Görev
2023-devam ediyor	Özel Diyet Kliniği	Klinik Diyetisyen
2020- 2022	Özel Diyet Kliniği	Klinik Diyetisyen
2019	Food and Nutrition Laboratory, UK	Misafir Araştırmacı

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

Altınsoy, H., Demirhan, B. *Effects Of Resveratrol On Health*. II. International Congress of the Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology (TURJAF 2021), Gazimagusa, Kıbrıs (Kkct), 25 - 26 Ekim 2021.

Altınsoy, H., Demirhan B. *Determination Of Phenolic Compounds In Some Fruit Extracts By High Performance Liquid Chromatography (HPLC)*. II. International Congress of the Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology (TURJAF 2021), Gazimagusa, Kıbrıs (Kkct), 25 - 26 Ekim 2021.

Hobiler

Yoga, Yüzme, Seyahat



GAZİLİ OLMAK AYRICALIKTIR..