

T.C.
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**VAN İLİNDE YETİŞEN *Rosa × damascena* MİLLER'İN BAZI FİZİKSEL VE
KİMYASAL ÖZELLİKLERİ İLE ANTOSİYANİN EKSTRAKSİYON
KOŞULLARININ BELİRLENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN: Gülşen Berat TORUSDAĞ
DANIŞMAN: Doç. Dr. Emre BAKKALBAŞI

VAN-2020

T.C.
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**VAN İLİNDE YETİŞEN *Rosa × damascena* MİLLER'İN BAZI FİZİKSEL VE
KİMYASAL ÖZELLİKLERİ İLE ANTOSİYANİN EKSTRAKSİYON
KOŞULLARININ BELİRLENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN: Gülşen Berat TORUSDAĞ

Bu çalışma Van YYÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığı tarafından FYL-2020-8831 No'lu proje olarak desteklenmiştir.

VAN-2020

KABUL VE ONAY SAYFASI

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Doç. Dr. Emre BAKKALBAŞI danışmanlığında, Gülşen Berat TORUSDAĞ tarafından sunulan “**VAN İLİNDE YETİŞEN *Rosa* × *damascena* MİLLER’İN BAZI FİZİKSEL VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ İLE ANTOSİYANİN EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ BELİRLENMESİ**” isimli bu çalışma Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili hükümleri gereğince 13/11/2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile başarılı bulunmuş ve Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. İSA CAVİDOĞLU

İmza:

Üye: Doç. Dr. EMRE BAKKALBAŞI

İmza:

Üye: Doç. Dr. OKTAY YEMİŞ

İmza:

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/..... tarih ve sayılı kararı ile onaylanmıştır.

İmza

Enstitü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Gülşen Berat TORUSDAĞ



ÖZET

VAN İLİNDE YETİŞEN *Rosa × damascena* MİLLER'İN BAZI FİZİKSEL VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ İLE ANTOSİYANİN EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ BELİRLENMESİ

TORUSDAĞ, Gülşen Berat
Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Tez Danışmanı: Doç. Dr. Emre BAKKALBAŞI
Kasım 2020, 71 sayfa

Bu çalışmada, Van ilinde 5 farklı bahçeden toplanan *Rosa × damascena* Miller'ın bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri ile farklı ekstraksiyon yöntem ve koşullarının TMA ekstraksiyonuna olan etkisi araştırılmıştır. Örneklerin gonca, yaprak ve normal yaprak ağırlığının sırasıyla 4.24-5.21 g, 2.15-2.75 g, 1.97-2.51 g; taç yaprak alanlarının 5.87-6.18 cm²; L*, a*, b*, C ve h° değerlerinin ise sırasıyla 47.79-65.06, 26.79-41.44, (-9.88)-(-46.20), 28.56-60.83, 315.85-339.72 aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Örneklerin KM, ÇKM, kül, pH ve titrasyon asitliği miktarları ortalama olarak sırasıyla, %18.65, %11.11, %3.24, 5.45, 0.11 mg/100 g olarak belirlenmiştir. Örneklere ait L-Askorbik asit, TMA, TFM ve TFL içerikleri sırasıyla 943.53-1740.48 mg/kg KM, 403.90-595.94 mg siyanidin-3-glukozit/100 g KM, 3747.16-5338.07 mg GAE/100 g KM, 72.09-98.81 mg Ku/g KM aralığında değişim göstermiştir. DPPH ve ABTS analiz sonuçlarının ise sırasıyla, 1542.56-1721.13 mmol Trol. Eş./g KM ve 374.55-411.39 mmol Trol. Eş./g KM aralığında değiştiği belirlenmiştir. Örneklerde fenolik bileşiklerden kateşin, elajik asit, rutin, gallik asit ve iki farklı antosiyanin tespit edilmiştir. K_L değerleri, klasik ekstraksiyonda 60, 40 ve 20 °C sıcaklıkta sırasıyla 0.922, 0.324 ve 0.068 mL/cm² dk; ultrasonik ekstraksiyonda ise %100, 75, 50 ultrason genliğinde sırasıyla, 7.812, 3.822 ve 2.178 mL/cm² dk olarak hesaplanmıştır. Çalışmada klasik ekstraksiyon ile 60 °C'de 210 dk süren TMA ekstraksiyonunun, ultrasonik ekstraksiyon ile %100 ultrason genliğinde 18 dakikaya kadar kısaltılabileceği görülmüştür. Sonuç olarak, ultrasonik ekstraksiyon ile antosiyaninlerin daha hızlı ve daha yüksek verimle elde edilebileceği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Antioksidan aktivite, Antosiyanin, Ekstraksiyon, *Rosa × damascena* Miller, Ultrasonikasyon.

ABSTRACT

DETERMINATION OF SOME PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES AND ANTHOCYANIN EXTRACTION CONDITIONS OF *Rosa × damascena* MILLER GROWING IN VAN PROVINCE

TORUSDAĞ, Gülşen Berat

M.Sc. Thesis, Department of Food Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Emre BAKKALBAŞI

November 2020, 71 pages

In this study, some physical and chemical properties of *Rosa × damascena* Miller collected from 5 different gardens in Van province and the effect of different extraction methods and conditions on TMA extraction were investigated. The bud, leaf and normal leaf weights of the samples were 4.24-5.21 g, 2.15-2.75 g and 1.97-2.51 g; petal areas were 5.87-6.18 cm²; L *, a *, b *, C and h° varied between 47.79-65.06, 26.79-41.44, (-9.88)-(-46.20), 28.56-60.83, 315.85-339.72, respectively. The DM, °brix, ash, pH and titration acidity of the samples were determined as average 18.65%, 11.11%, 3.24%, 5.45, 0.11 mg/100 g, respectively. L-Ascorbic acid, TMA, TFM and TFL contents varied in the range of 943.53-1740.48 mg/kg DM, 403.90-595.94 mg cyanidin-3-glucoside/100 g DM, 3747.16-5338.07 mg GAE/100 g DM, 72.09-98.81 mg Ku/g DM, respectively. DPPH and ABTS amounts varied between 1542.56-1721.13 mmol Trol. Eq./g DM and 374.55-411.39 mmol Trol. Eq./g DM, respectively. Catechin, ellagic acid, rutin, gallic acid and two different anthocyanins in methanolic extracts of samples were detected. K_L values were 0.922, 0.324 and 0.068 mL/cm² min at 60, 40 and 20 °C in classical extraction, respectively. In ultrasonic extraction, K_L values at 100, 75, 50% ultrasound amplitude were 7.812, 3.822 and 2.178 mL/cm² min, respectively. In the study, it was observed that TMA extraction, which takes 210 min at 60 °C with classical extraction, can be shortened up to 18 min at 100% ultrasound amplitude by ultrasonic extraction. As a result, it was determined that anthocyanins can be extracted faster and with higher yields by ultrasonic extraction.

Keywords: Anthocyanin, Antioxidant activity, Extraction, *Rosa × damascena* Miller, Ultrasonication.



ÖN SÖZ

Tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübeleri ile beni yönlendiren, desteğini ve hoşgörüsünü esirgemeyen değerli danışmanım Doç. Dr. Emre BAKKALBAŞI'na teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmayı FYL-2020-8831 No'lu proje olarak destekleyen Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığı'na; çalışmalarım boyunca destek olan Prof. Dr. İsa CAVİDOĞLU'na, Prof. Dr. Elvan OCAK'a, Doç. Dr. Gökhan BORAN'a, Doç. Dr. Raciye MERAL'e, Dr. Öğr. Üyesi Yağmur ERİM KÖSE'ye, Arş. Gör. Emine OKUMUŞ'a ve tüm Gıda Mühendisliği bölüm hocalarıma teşekkür ederim.

Hayatımın her döneminde yanımda olan, desteklerini esirgemeyen sevgili anneme, babama ve abime teşekkürlerimi bir borç bilirim.

2020

Gülşen Berat TORUSDAĞ



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	iii
ÖN SÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vii
ÇİZELGELER LİSTESİ	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR	xv
EKLER DİZİNİ.....	xvii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ	3
2.1. Gül Bitkisi Hakkında Genel Bilgiler	3
2.2. Antosiyaninler ve Gül Bitkisindeki Varlığı	5
2.3. Antosiyanin Ekstraksiyonu	7
3. MATERYAL YÖNTEM.....	11
3.1. Materyal	11
3.1.1. Kullanılan kimyasallar ve reaktifler.....	12
3.2. Yöntem.....	12
3.2.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın gonca ve yaprak ağırlıklarının belirlenmesi	12
3.2.2. Renk ölçümü.....	12
3.2.3. Yaprak alanı.....	13
3.2.4. Kuru madde	13
3.2.5. Çözünür kuru madde.....	14
3.2.6. Kül.....	14
3.2.7. pH.....	14
3.2.8. Titrasyon asitliği tayini	14
3.2.9. L-askorbik asit tayini	15
3.2.10. Gül taç yaprakları metanolik ekstraktları	15
3.2.11. Toplam fenolik madde (TFM) tayini	16
3.2.12. Toplam flavonoid (TFL) içeriği.....	16
3.2.13. Fenolik madde ve antosiyanin dağılımı	16

3.2.14. Antioksidan aktivite analizleri.....	18
3.2.14.1. DPPH	18
3.2.14.2. ABTS	18
3.2.15. pH-diferansiyel yöntemiyle toplam monomerik antosiyanin tayini	19
3.2.16. Antosiyanin ekstraksiyonu	20
3.2.16.1. Ekstraksiyon debisinin hesaplanması	21
3.2.17. İstatistikî değerlendirme	22
4. BULGULAR.....	23
4.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Bazı Fiziksel Özellikleri	23
4.1.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanı.....	23
4.1.2. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın renk parametre değerleri	24
4.2. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Bazı Kimyasal Özellikleri	25
4.2.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın kuru madde, ÇKM ve kül içeriği.....	25
4.2.2. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın pH ve titrasyon asitliği.....	26
4.3. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın L-Askorbik asit İçeriği	27
4.4. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Toplam Monomerik Antosiyanin İçeriği.....	28
4.5. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Toplam Fenolik Madde ve Toplam Flavonoid İçeriği ile Antioksidan Aktivitesi.....	28
4.6. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Fenolik Madde Dağılımı.....	29
4.7. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Antosiyanin Dağılımı	30
4.8. <i>Rosa × damascena</i> Miller’a Ait Özellikler Arasındaki Korelasyon	32
4.9. <i>Rosa × damascena</i> Miller Antosiyanin Ekstraksiyonu	34
5. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	39
5.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Bazı Fiziksel Özellikleri	39
5.1.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanı.....	39
5.1.2. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın renk parametre değerleri	40
5.2. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın Bazı Kimyasal Özellikleri	41
5.2.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın kuru madde, ÇKM ve kül içeriği.....	41
5.2.2. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın pH ve titrasyon asitliği.....	42
5.3. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın L-Askorbik asit İçeriği	43
5.4. <i>Rosa × damascena</i> Miller’ın TMA İçeriği	44

5.5. <i>Rosa</i> × <i>damascena</i> Miller’ın Toplam Fenolik Madde ve Toplam Flavonoid İçeriği ile Antioksidan Aktivitesi.....	44
5.6. <i>Rosa</i> × <i>damascena</i> Miller’da Fenolik Madde Dağılımı	46
5.7. <i>Rosa</i> × <i>damascena</i> Miller’ın Antosiyanin Dağılımı	48
5.8. <i>Rosa</i> × <i>damascena</i> Miller’e ait Özellikler Arasındaki Korelasyon	49
5.9. <i>Rosa</i> × <i>damascena</i> Miller’dan Antosiyanin Ekstraksiyonu	51
KAYNAKLAR	55
EKLER	61
ÖZ GEÇMİŞ	71



ÇİZELGELER LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Kullanılan HPLC cihazının çalışma koşulları	17
Çizelge 3.2. Kullanılan LC-MS/MS cihazının çalışma koşulları	17
Çizelge 3.3. Klasik ve Ultrasonik ekstraksiyona ait değişkenler ve değişken düzeyleri	21
Çizelge 4.1. <i>Rosa × damascena</i> Miller'ın gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanı	24
Çizelge 4.2. Taze taç yapraklarının renk parametre değerleri	25
Çizelge 4.3. Taze taç yapraklarının kuru madde, ÇKM ve kül içeriği	26
Çizelge 4.4. Taze taç yaprakların pH ve titrasyon asitliği değerleri	27
Çizelge 4.5. Taç yaprakların TMA içeriği	28
Çizelge 4.6. Taç yaprakların TFM, TFL, DPPH ve ABTS değerleri	29
Çizelge 4.7. Taç yapraklarda saptanan fenolik bileşikler (mg/kg KM).....	30
Çizelge 4.8. Taç yapraklarda saptanan antosiyaninlerin kromatografik, spektroskopik ve kütle spektral özellikleri.	31
Çizelge 4.9. Taç yapraklarda saptanan antosiyanin bileşikleri (mg C3G eş. / kg KM)	31
Çizelge 4.10. Farklı ekstraksiyon metotları ve koşulları ile yapılan antosiyanin ekstraksiyonuna ait kütle transfer katsayıları (mL/cm ² dk).....	37



ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1.	Geleneksel gül şurubu üretim akış şeması..... 4
Şekil 3.1.	Geleneksel Van bahçelerinde Rosa × damascena Miller 11
Şekil 3.2.	Planimetre ile taç yaprakların alan ölçümü. 13
Şekil 4.1.	Taç yaprakların L-askorbik asit içeriği..... 27
Şekil 4.2.	Yapılan tüm fiziksel ve kimyasal özelliklere ait pearson korelasyon katsayıları..... 33
Şekil 4.3.	Klasik ekstraksiyon boyunca farklı sıcaklıklardaki TMA geçişi..... 34
Şekil 4.4.	Ultrasonik ekstraksiyon boyunca farklı genliklerdeki TMA geçişi 35
Şekil 4.5.	Klasik ekstraksiyon boyunca 60 °C’de farklı çözücü oranlarına bağlı TMA geçişi. 36
Şekil 5.1.	Antosiyanin kimyasal yapısı 49



SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simgeler

Açıklama

%	Yüzde
°C	Santigrat derece
cm ²	Santimetre kare
dk	Dakika
g	Gram
kg	Kilogram
kJ	Kilojule
L	Litre
mg	Miligram
mL	Mililitre
mMol	Milimol
nm	Nanometre
ppm	Milyonda birlik kısım
psi	İnç kare başına pound
V	Volt
µg	Mikrogram
µm	Mikrometre

Kısaltmalar

Açıklama

ABTS	2,2'-azinobis-3-etilbenzotiazolin-6-sulfonik asit
C3G	Siyanidin-3-O-glukozit
ÇKM	Çözünür Kuru Madde
DPPH	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl

Kısaltmalar**Açıklama**

GAE	Gallik Asit Eşdeğeri
HPLC	Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi
K_L	Kütle Transfer Katsayısı
KM	Kuru Madde
Ku	Kuersetin Eşdeğeri
LC-MS/MS	Sıvı Kromatografi-Kütle Spektrometresi
SA	Sitrik Asit
TFL	Toplam Flavonoid İçeriği
TFM	Toplam Fenolik Madde
TMA	Toplam Monomerik Antosiyanin
Trol. Eş.	Troloks Eşdeğeri
VK	Varyasyon Katsayısı

EKLER DİZİNİ

Ek	Sayfa
Ek 1. L-askorbik asit kurvesi.	61
Ek 2. TFM analizi için Gallik asit kurvesi.....	61
Ek 3. Kuersetin kurvesi.	62
Ek 4. Siyanidin-3-O-glukozit (C3G) kurvesi.....	62
Ek 5. DPPH analizi için Trolox kurvesi.	63
Ek 6. ABTS analizi için Trolox kurvesi.	63
Ek 7. Kateşin kurvesi.....	63
Ek 8. Elajik asit kurvesi.....	64
Ek 9. Rutin kurvesi.....	64
Ek 10. Gallik asit kurvesi.....	64
Ek 11. Standart maddelere ait spektrumlar.....	65
Ek 12. Standart maddelere ait HPLC kromatogramları.....	66
Ek 13. Örneklere ait spektrumlar.	67
Ek 14. Örneklere ait HPLC kromatogramları.....	69
Ek 15. Antosiyanin – 1'e ait H ⁺ iyonlaşmalı ana kütlenin LC-MS/MS kromatogramı.....	70
Ek 16. Antosiyanin – 2'ye ait Na ⁺² iyonlaşmalı ana kütlenin LC-MS/MS kromatogramı.....	70



1. GİRİŞ

Gül bitkisi (*Rosa L.*), gülgiller (*Rosaceae*) familyasında yer alan, *Rosoideae* alt familyasına ait olan, hoş kokusu ve güzel görünüşüyle süs bitkilerinin en gözde cinslerinden biri olarak bilinir (Khosh-Khui, 2014; Özçelik ve Korkmaz, 2015). *Rosa* cinsi 200 tür ve 18.000'den fazla çeşide sahiptir (Baydar ve ark., 2004). Gül bitkisi bugün dünyada en fazla kültürü yapılan süs bitkilerinin başında gelir. Çiçeklerin kraliçesi olarak kabul edilen gülün tarihi, tarih öncesi dönemlere kadar dayanır (Korkmaz ve Özçelik, 2015). Gül, ekonomik, kültürel ve sembolik değere sahip olan önemli bir süs bitkisidir. Güller, bahçe bitkisi olarak kullanılmalarının yanı sıra, doğal koku, renk ve tatlandırıcı kaynağı olan taç yaprakları açısından da ekonomik bir öneme sahiptirler (Baydar ve ark., 2004).

Gül çeşitleri Anadolu'da belli merkezlerde hâlâ varlığını sürdürmekte ve özellikle Dedegöl Dağı (Isparta-Konya), Kaçkar dağları (Rize-Trabzon), Ilgaz Geçidi (Kastamonu-Çorum), Çankırı, Tokat, Sivas, Erzincan, Erzurum, Gümüşhane, Kars ve Van illeri çevrelerinde geniş varyasyon göstermektedirler (Ercişli, 2005; Özçelik ve ark., 2013).

Van gölü havzasındaki bahçelerde en fazla bulunan *Rosa × damascena* Miller (reçellik gül), bilinen en eski gül türlerinden biridir. Bu gül ağırlıklı olarak İran, Bulgaristan ve Türkiye'de yetiştirilmektedir (Rasouli ve ark., 2017). Van'ın eski bahçe güllerinden *Rosa × damascena* Miller, günümüzde de yaygın olarak yetişmektedir. Çiçek verme ömrü kısa olan *Rosa × damascena* Miller, katmerli ve pembe renklidir. Sahip olduğu güçlü kokusu, dikkat çeken rengi ve zengin aroması sayesinde bölgede en yaygın kullanılan gül türüdür. Bu gül türü, günümüzde hâlâ bölge halkı tarafından gül şurubu, gül reçeli gibi çeşitli geleneksel ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca bölgede gül yapraklarının toz şeker ile ovalayarak yağının şekere emdirilmesi ve bu şekerin gül kokulu kek yapımında kullanılması veya çay ile tüketilmesi gibi farklı kullanım şekilleri de bulunmaktadır (Alp ve Koyuncu, 2010).

Yenilebilir çiçekler, antioksidan özelliğe sahip birçok biyoaktif bileşen içerirler. Bir diyetin besleyici ve sağlıklı oluşu onun antioksidan aktivitesi ile doğrudan ilişkilidir (Moreira ve ark., 2019). Bu nedenle doğal, yeni, güvenli ve ucuz antioksidan kaynakları bulmak oldukça önemlidir (Alp ve ark., 2016). Yenilebilir çiçekler grubunda olan,

biyoaktif maddelerce zengin *Rosa × damascena*, fonksiyonel gıda için önemli bir kaynak olarak gösterilmektedir (Nowaka ve Gawlik-Dzikib, 2007; Shikov ve ark., 2011). Gül yaprakları ve meyveleri, içerdikleri eterik yağlar, tanenler, karotenoidler, antosiyaninler, organik asitler, vitaminler, mineraller gibi biyoaktif maddeler bakımından oldukça zengindir ve doğal antioksidan kaynağıdır (Butcaru ve ark., 2018). Özellikle gül yaprakları, başta flavonoidler olmak üzere polifenoller açısından da oldukça zengindir (Shikov ve ark., 2011). Güllerin içerdiği en önemli polifenol gruplarından biri de antosiyaninlerdir. Gül, flavonoidlerin en önemli grubu antosiyanidinlerin glikozitleri olan antosiyaninler için en önemli hammadde kaynaklarından birisidir (Velioğlu, 1990).

Bu çalışmada, Van gölü havzasında yetişen ve unutulmaya yüz tutan *Rosa × damascena* Miller'in bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri belirlenmiştir. Aynı zamanda güllerin ana renk maddesi olan ve sağlık üzerine olumlu etkileri bulunan antosiyaninlerin farklı ekstraksiyon yöntemleri uygulanarak, optimum ekstraksiyon koşullarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Böylece bu çalışma doğal, güvenli ve ucuz antioksidan ve doğal renk maddesi kaynağı olarak gösterilen *Rosa × damascena* Miller'dan üretilen geneksel Van mutfağı için önemli bir ürün olan gül şurubu yapımı açısından yol gösterici olacak, bu ürünün ticari değerinin arttırılmasına katkı sağlayacaktır.

2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ

2.1. Gül Bitkisi Hakkında Genel Bilgiler

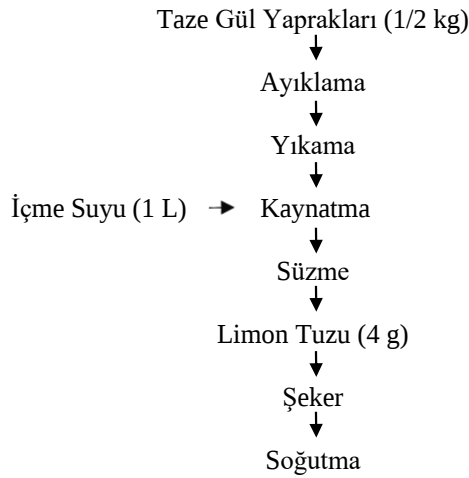
Gül bitkisi çoğunlukla Batı Asya, kısmen de Avrupa kökenlidir (Özçelik ve ark., 2013). Özellikle İran, Afganistan ve Türkiye olmak üzere Avrupa ve Orta Doğu ülkelerinde yaygın olarak görülmektedir. Bulgaristan, Rusya, Mısır, Fransa, Hindistan ve Fas'ta yetiştirilmektedir (Skaria ve ark., 2007). Birçok botanikçi tarafından, dünyada 200 civarında gül türünün tanımlandığı bildirilmiştir. Bu gül türlerinden en önemli olan ve en çok kullanılanları Isparta gülü (*Rosa damascena*) ve kuşburnu (*Rosa canina*)'dur (Karafakı ve Karafakı, 2013).

Ilıman kuşakta yer alan Türkiye, sahip olduğu geniş bitki yelpazesi bakımından dikkat çekmektedir. Ülkemizde dağılım gösteren bitki türlerinin sayısı, Avrupa'nın tamamında dağılım gösteren bitki türlerinin sayısına oldukça yakındır (Avcı, 2005). Ülkemizin sahip olduğu ekolojik çeşitlilik, yüksek genetik çeşitliliğe, çok sayıda bitki taksonunun başarılı bir şekilde tanıtılmasına ve yetiştirilmesine katkı sağlamaktadır (Ercişli, 2005). Anadolu, kokulu bahçe güllerinin doğduğu ve dünyaya dağıldığı önemli bölgelerden biridir (Korkmaz ve ark., 2013). Türkiye sahip olduğu yaklaşık 70 gül türüyle gül çeşitliliği açısından önemli bir farklılaşma merkezidir. Komşu ülkelerle karşılaştırıldığında tür ve çeşitlilik bakımından oldukça öndedir (Bardakçı ve ark., 2006). Dolayısıyla Türkiye'yi "yerli gül müzesi" olarak tanımlamak mümkündür (Kazaz ve ark., 2009). Güllerin Anadolu'daki gen merkezi Akdeniz bölgesidir. Aynı zamanda Doğu Anadolu Bölgesi de bitkisel zenginlik açısından Türkiye'nin en önemli bölgelerinden biridir (Korkmaz ve ark., 2013).

Urartular zamanından beri Van şehrinin kimliğinde kurucu ve iyileştirici bahçeler bulunmaktadır. Özellikle eski Asur kaynaklarında, Van şehri, "bahçelerle süslenmiş ağaçlık bir yer" olarak tanımlanmıştır (Alp ve Koyuncu, 2010). Anadolu'da tanımlanan 25 yaban gülünden 12'sinin Van ve çevresinde bulunduğu tespit edilmiştir. Van Gölü havzasındaki eski Van bahçelerinde yetişen ve nesli tükenmekte olan antik güller; eski bahçe gülleri ve yabani güller olarak iki grupta incelenmektedir. Geleneksel bahçe gülleri; "*Rosa alba* 'Semi-plena' (Beyaz gül), *Rosa canina* (Kuşburnu), *Rosa chinensis* var.

minima (Paris Ponponu), *Rosa foetida* (Sarı gül), *Rosa foetida* var. *Bicolor* (Gül-ü Rana), *Rosa heckellana* subsp. *Vanheurckiona* (Şuribi gül), *Rosa hemispharica* (Çit gülü), *Rosa hemispharica* ‘Flore Pleno’ (Türk gülü), *Rosa laxa* var. *Harputensis* (Harput gülü, Kışmirî gülü), *Rosa pisiformis* (Hoşap gülü), *Rosa × damascena* Miller (Reçellik gül, Gül-i Muhammed), *Rosa × damascena* var. *semperflorens* (Kral gülü, Yediveren)” olarak bildirilmiştir. Yabani güllerin beşi ise bölgedeki bahçelerde hâlâ yetiştirilmektedir. Bunların “*Rosa canina* (Kuşburnu), *Rosa foetida* (Sarı gül), *Rosa hemispharica* (Çit gülü), *Rosa heckellana* subsp. *Vanheurckiona* (Şuribi gül) ve *Rosa pisiformis* (Hoşap gülü)” olduğu belirtilmiştir (Ercişli, 2005; Alp, 2007; Alp ve Koyuncu, 2010).

Yöre kadınları yetişen diğer yabani bitkiler gibi birçok amaç için bu güllerden yararlanmaktadır. Ayrıca bu güller içerisinde yer alan *Rosa × damascena* Miller’ın Van mutfak kültüründe önemli bir yeri vardır. Bölgede yetişen *Rosa × damascena* Miller çiçeklenme döneminde bölge halkı tarafından toplanarak çay, reçel, şurup ya da şerbet üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca *Rosa × damascena* Miller’a ait gül yağı, gül yapraklarının toz şekerle ovulmasıyla şekere emdirilir. Elde edilen bu şeker ile gül kokulu kek veya çay yapmak da yöreye özgüdür (Alp, 2007; Alp ve Koyuncu, 2010). Gül şurubu, kaynatılarak veya kaynatılmadan uzun süre limon tuzlu suda bekletilerek yapılmaktadır. Elde edilen şurup doğrudan içecek olarak veya başka ürünlere renk ve aroma kazandırmak amacıyla kullanılmaktadır (N. Demirhan ve Z. Budak, 2020, sözlü görüşme). Geleneksel Van mutfağının önemli bileşenlerinden biri olan gül şurubu üretimine ait örnek akış şeması Şekil 2.1’de verilmiştir.



Şekil 2.1. Geleneksel gül şurubu üretim akış şeması.

2.2. Antosiyaninler ve Gül Bitkisindeki Varlığı

Meyve, sebze ve çiçeklere özgün renklerini veren, suda çözünebilir nitelikteki doğal renk maddeleri olan antosiyaninler, flavonoidlerin temel iskelet yapısı olan C₆-C₃-C₆ halka yapısına sahiptirler. Kimyasal açıdan incelendiğinde, antosiyaninler antosiyanidinlerin şekerle esterleşmesi ile oluşan glikozit formlarıdır. Bu glikozitlerde, bir ya da daha çok hidroksil grubu olan glukoz, galaktoz, ramnoz ve arabinoz şekerleri bir araya gelmiştir. Antosiyaninler, antosiyanidinlere bağlanan bu şekerlerin sayısı ve pozisyonuna göre tanımlanmaktadır (Keleş, 2015; Cemeroğlu, 2018; Aşkın ve Küçüköner, 2019).

Antosiyaninlerin farmakolojik özelliklerinin sağlık üzerindeki olumlu etkileri ortaya çıktıkça antosiyanin içerikli gıdalara olan ilgi de artmaktadır (Tokgöz ve ark., 2010). Bu ilgi özellikle antosiyanin bakımından zengin bitkisel gıdaların tüketimiyle ilişkili kardiyoprotektif etkiler nedeniyle artmaktadır (Krga ve Milenkovic, 2019). Antosiyaninlerin anti-kanserojen etkisiyle DNA hasarını koruduğu, antioksidan etkisiyle de serbest radikal temizleyicileri olarak etki gösterdiği, anti-diyabetik etkisiyle insülin direncini azalttığı, trombosit fonksiyonunu iyileştirdiği ve anti-tümör, antimikrobiyal, anti-enflamatuar etkilerinin de olduğu bilinmektedir (Changxing ve ark., 2018).

Velioğlu (1990) tarafından yapılan çalışmada, *Rosa damascena* (Isparta gülü)'nın bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri belirlenmiştir. Çalışma kapsamında, pH-diferansiyel yöntemi ile yapılan kantitatif analiz sonucuna göre, taze yapraklarda antosiyanin pigmenti 285 mg/kg düzeyinde bulunmuştur. Sıcaklık, pH ve enzim inaktivasyonunun, antosiyanin kayıp düzeyi üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla taç yapraklar %0.25, %0.75 ve %1 sitrik asit çözeltisinde 1, 2 ve 3 dk gibi farklı kombinasyonlarla haşlanmıştır. %1 oranında sitrik asit çözeltisi içerisinde 1 dk süre ile haşlandıktan sonra dondurularak depolanma ile elde edilen ara üründe antosiyanin kaybının 12 ay boyunca depolama sırasında neredeyse sabit kaldığı sonucuna varılmıştır. Haşlama ile uygulanan sıcaklığın enzimlerin inaktivasyonunu sağladığı ancak haşlama süresinin 3 dakikaya uzatılması halinde antosiyanin degradasyonunun önemli düzeyde arttığı görülmüştür. Aynı zamanda depolama boyunca pigmentleri korumak amacıyla haşlama suyuna askorbik asit eklenmesinin sitrik asit kadar olumlu sonuç vermediği bildirilmiştir.

Şengül ve ark. (2017) tarafından yapılan çalışmada, Isparta’da yetişen *Rosa damascena* Miller’in taç yapraklarının ve bu bitkiden elde edilen şurupların bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri, antioksidan kapasitesi, antosiyanin ve toplam fenolik içeriği belirlenmiştir. Taç yaprakların toplam kuru madde (18.43 ± 1.24), toplam suda çözünür kuru madde (10.35 ± 0.87), kül (0.90 ± 0.07), pH (5.30 ± 0.42), titre edilebilir asitlik (0.99 ± 0.06), renk ($L = 38.98 \pm 3.11$, $a = 17.30 \pm 1.21$, $b = -3.44 \pm 0.26$), C vitamini (45.00 ± 3.41 mg/100 g), TFM (481.54 µg GAE/mg örnek), TMA (155.31 ± 7.24 mg/100 mL), antioksidan kapasite (DPPH, IC₅₀, 0.97 µg/mL) değerleri belirlenmiştir. Taç yaprakların bireysel antosiyanin içeriği incelendiğinde baskın olan antosiyaninin, malvidin-3,5-diglukozit (19.25 ± 1.11 µg/L) olduğu bildirilmiştir. Gül şurubunun TFM içeriğinin $1.36 - 64.94$ µg GAE/mg örnek aralığında olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmadaki iki farklı gül şurubu örneğinden sadece biri antioksidan aktivite (DPPH, IC₅₀, 38.83 µg/mL) göstermiştir. Gül şurubunda, türün antioksidan kapasitesi üzerinde önemli ölçüde etkili olduğu bulunmuştur ($p < 0.01$). Aranılan parametrelerin çoğu için ürünler arasında geniş bir varyasyon olduğu bildirilmiştir.

Vijayanchali (2017) yapmış olduğu çalışmada, kurutulmuş *Rosa damascena* yapraklarına ait besin bileşimini, fitokimyasal bileşenleri ve antioksidan aktiviteyi belirlemiştir. Gül yaprakları tozunun 1.2 g/100 g KM ham lif, 0.4 g/100 g KM kül ve 0.2 mg/100 g KM askorbik asit içerdiğini bildirmiştir. Aynı zamanda alkaloid, flavonoid, fenol, saponin, tannin, terpenoid, quinon ve phlobatanninler gibi fitokimyasal bileşenlere sahip olduğu ve antioksidan aktivitesinin metanol özütlerinde (22.44 inhibisyon) yüksek olduğu bildirilmiştir.

Kumar ve ark. (2017) tarafından yapılan çalışmada, Hindistan’da yetişen ve *desi gulaab* olarak da bilinen *Rosa damascena*’ya ait bazı fizikokimyasal özellikler verilmiştir. Taç yapraklara ait ÇKM değeri 8.37 , nem 86 %, pH 5.47 , kül 0.36 %, TFM 2230 mg GAE/100 g, TMA 98.64 mg/100 g, L-askorbik asit 293.37 mg/100 g, DPPH (radikal temizleme oranı) 83.91 ve L^* , a^* , b^* değerleri sırasıyla 53.54 , 17.25 , -0.6 olarak bildirilmiştir.

Li ve ark. (2018), Çin’de yetişen *Rosa rugosa* çeşidine ait beş farklı gül türünün renk parametre değerlerini belirlemişlerdir. Açıklık (L^*) ve CIE lab renk koordinat alanının iki kromatik bileşenini (a^* ve b^*) ölçmüşlerdir. Kroma (C^*) ve renk tonu açısı (h°), verilen denklemlere göre hesaplanmıştır. Çiçek renklerinin CIE lab renk koordinat

uzayındaki dağılımı bazı farklılıklar göstermiştir. a^* değerinin -5.00 ile 30.42, b^* değerinin -12.64 ile 28.71, L^* değerinin 28.09 ile 52.90 ve C^* değerinin ise 4.59 ile 32.91 arasında değiştiği görülmüştür.

Kumar ve ark. (2009) tarafından yapılan çalışmada, Hindistan'da yetişen üç farklı gül türünün (*Rosa damascena*, *Rosa bourboniana* ve *Rosa brunonii*) taze çiçeklerinden elde edilen metanolik ekstraktların antioksidan aktivitesi DPPH yöntemiyle değerlendirilmiştir. Elde edilen metanolik ekstraktlardaki (100 µg/mL'de) maksimum serbest radikal süpürücü aktivite değerleri *R. Brunonii*, *R. bourboniana* ve *R. damascena* için sırasıyla %64.5, 51.8 ve 43.6 olarak belirlenmiştir. Eşzamanlı olarak, gül türlerinin taze çiçeklerinden metanolik ekstraktlardaki fenolik bileşimi incelemek için UPLC-ESI-QTOF-MS kullanılmıştır. Üç tür arasında polifenolik bileşiklerin nispi dağılımında belirgin benzerlikler saptanmıştır. Hepsinde kuersetin, kaempferol ve bunların glikozitlerinin dominant olduğu bildirilmiştir.

Lee ve ark. (2011), yenilebilir Kore gülünün (*Rosa hybrida* cv. Noblered) kırmızı taç yapraklarının antosiyanin profillerini ve antioksidan, antikansinojenik ve antialerjik gibi biyolojik özelliklerini araştırmışlardır. Antosiyaninler, ters fazlı C18 kolon kromatografisi, NMR spektroskopisi ve HPLC-DAD-ESI/MS kullanılarak siyanidin-3,5-di-O-glukozit ve pelargonidin-3,5-di-O-glukozit olarak karakterize edilmiştir. Siyanidin 3,5-di-O-glukozit, toplam içeriğin yaklaşık %85'ini temsil eden baskın bileşen (375 mg / 100 g) olarak belirlenmiştir.

2.3. Antosiyanin Ekstraksiyonu

Ekstraksiyon, genel olarak hammaddeden bazı bileşenlerin seçici çözücüler ile ayrılması olarak tanımlanmaktadır. Ekstraksiyon prosesi, endüstriyel uygulamalar ve analitik amaçlar için yaygın kullanılan oldukça önemli bir aşamadır (Kutlu ve ark., 2017; Akal, 2019). Ekstraksiyon yöntemi, özellikle elde edilecek biyoaktif bileşenler üzerinde kayıp ve bozunmalara neden olmayıp, ilave saflaştırma gerektirmeyecek özellikte olmalıdır. Biyoaktif maddeler, nutrasötik potansiyelleri nedeniyle ilgi çekmekte ve bu bileşenlerin çeşitli doğal kaynaklardan ekstraksiyonunda kullanılan tekniklerin geliştirilmesi yönünde yapılan çalışmalar artmaktadır. Klasik ekstraksiyon teknikleri; uzun ekstraksiyon süreleri, fazla miktarda çözücü ihtiyacı, düşük ekstraksiyon seçiciliği,

yüksek maliyet ve fazla miktarlarda çözücünün buharlaştırılma zorunluluğu gibi dezavantajlara sahiptir. Belirtilen dezavantajlardan dolayı, son yıllarda klasik ekstraksiyona alternatif olarak geliştirilen ultrason destekli ekstraksiyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon ve enzimatik ekstraksiyon gibi yeşil ekstraksiyon yöntemleri ile solvent kullanımının ve ekstraksiyon süresinin azaltılması yanında verimin artırılması hedeflenmektedir (Kutlu ve ark., 2017). Ultrason destekli ekstraksiyon, işlem süresini kısaltmakla birlikte daha yüksek saflıkta ürün eldesi sağlamakta, enerji sarfiyatını azaltmakta ve daha az çözücü kullanımı ile çevreci bir teknoloji olarak karşımıza çıkmaktadır (Şengül ve Topdaş, 2019).

Meyan kökü şerbeti üretiminde sıcaklık ve sürenin meyan kökü ekstraksiyonuna etkisi Çınar (2012) tarafından yapılan çalışma ile incelenmiş, ekstraksiyon kinetiğinin modellenmesi amaçlanmıştır. Ekstraksiyon 30, 40, 50 ve 60 °C’lerde ve 10 dk periyotlarla toplam 90 dk süreyle gerçekleştirilmiştir. Elde edilen ekstraktların % ekstraksiyon oranları ve spektrofotometre ile renk absorbans ölçümleri belirlenmiştir. Elde edilen bulgulara göre, ekstraksiyon süre ve sıcaklığı arttıkça % ekstraksiyon oranı artmıştır. Renk absorbansının, ekstraksiyon sıcaklık ve süresine bağlı değişiminin belirlenmesi ile seçilen ekstraksiyon sıcaklığına göre ekstraksiyon süresinin ne kadar olması gerektiği hesaplanarak, zaman ve kapasiteden tasarruf sağlanabileceği ve uzun ekstraksiyon sürelerinin yol açabileceği olumsuz değişimlerin önlenebileceği bildirilmiştir.

Poojary ve Passamonti (2015) domates işleme artıkları ile yapılan likopen ekstraksiyonunda, solvent oranları ve sıcaklık farklılığının ekstraksiyona olan etkisini kinetik olarak araştırmışlardır. Ekstraksiyon işleminde, farklı solvent oranları (aseton/n-hekzan) ile farklı sıcaklık düzeyleri kombine edilmiştir. Ekstraksiyonun fizikokimyasal davranışını anlamak amacıyla ekstraksiyon kinetiği, birinci dereceden kinetik model, kütle transfer ve Peleg modeli kullanılarak matematiksel olarak tanımlanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, optimum ekstraksiyon koşullarının 30 °C ve 1:3 oranında aseton/n-hekzan karışımı olduğu bildirilmiştir.

Antosiyaninler arasındaki reaktivite ve renk farkı, kimyasal yapı ve bulunduğu ortamın fizikokimyasal yapısından etkilenmektedir. Kimyasal yapı, kopigment varlığı, metal iyonu, pH, ışık, enzim, sıcaklık ve depolama süresi gibi faktörlere karşı oldukça hassas olan antosiyaninlerin ekstraksiyonunda hedeflenen bileşen için maksimum verimin elde edileceği koşullarda gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Antosiyaninlerin

çeşitli bitkisel kaynaklardan ekstraksiyonunda kullanılacak olan yöntemler de ekstraksiyonun amacına ve antosiyaninlerin yapısına bağlı olmalıdır (Ersus, 2004).

Cheok ve ark. (2013) tarafından yapılan çalışmada tropikal bir meyve olan Mangosten (*Garcinia mangostana* L.) kabuğundan TMA ve TFM ekstraksiyon verimleri, ultrasonik işlemin genlik ve süresinde değişiklik yapılarak optimize edilmiştir. 15 dakikalık sonikasyon süresi ve %20 genlikte metanol sıvı çözücüsü kullanılarak en yüksek TMA (2.92 mg cy-3-glu/g kabuk tozu) kazanımı sağlanırken, 25 dk ve %80 genlikte etanol çözeltisi kullanılarak en yüksek TFM (245.78 mg GAE/g kabuk tozu) kazanımı elde edilmiştir. TMA ve TFM veriminin diğer yöntemlere kıyasla sırasıyla %45.6 ve %8.8 arttığı saptanmıştır.

Kocabıyık ve Yurdagel (1987), kırmızı üzüm cibresinden boyar bileşiklerin eldesi ve bunların gıdalarda kullanılabilirliği üzerinde çalışmışlardır. Araştırmada Carignan-Grenache çeşidi üzümlerin artığı olan karışık cibre kullanılmış, cibredeki renk maddeleri sitrik asitli metanol ile ekstrakte edilmiştir. Ekstrakt süzöldükten sonra vakum altında konsantre edilmiş ve buzdolabı koşullarında depolanmıştır. Elde edilen doğal renk maddeleri gül reçeli, gül likörü, akide şekeri ve oksidasyona uğramış beyaz şarapların renklendirilmesinde kullanılmış ve 60 gün boyunca belirli zaman aralıklarında absorbans değerlerine bakılarak renk kayıpları incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre renklendirilen gıdalarda renk açılmalarının kullanılan gıdanın pH'sına bağlı olarak değiştiği ve gül reçelinde alıkonan renk şiddetinin oldukça yüksek olduğu bulunmuştur. Bu tür renk maddelerinin pH 4.5'un altındaki gıdalarda kullanılabileceği ifade edilmiştir.

Antosiyaninler nötral veya alkali çözeltilerde stabil olmadığından ekstraksiyon işlemlerinde genellikle asidik çözeltilerin kullanılması önerilmektedir (Ersus, 2006). Yıldız ve Dikmen (1988), üzümlerden antosiyanin ekstraksiyonunda en yüksek verimi elde etmek için ekstraksiyon değişkenlerinin optimizasyonu üzerinde çalışmışlardır. Maksimum antosiyanin veriminin; hidroklorik asit içeren metanol çözücüsü ile 35 °C'de 120 dk süren tek basamaklı ekstraksiyon ile elde edildiğini bildirmişlerdir.



3. MATERYAL YÖNTEM

3.1. Materyal

Çalışmada kullanılan *Rosa × damascena* Miller (Reçellik gül), Van Gölü çevresinde, Van ilinde iki farklı merkez ilçeye bağlı bölgelerdeki (Edremit ilçesinin Yeni Edremit bölgesi ve İpekyolu ilçesinin Şamranaltı bölgesi) farklı kişilere ait beş ayrı bahçeden; Edremit 1 (38° 25' 18.60" K, 43° 14' 30.01" D), Edremit 2 (38° 25' 06.70" K, 43° 14' 38.69" D), Edremit 3 (38° 25' 07.26" K, 43° 14' 46.28" D), Şamranaltı 1 (38° 28' 44.71" K, 43° 21' 21.29" D) ve Şamranaltı 2 (38° 29' 06.91" K, 43° 20' 53.83" D) bölgelerinde 11 Haziran - 3 Temmuz 2019 tarihleri arasında temin edilmiştir. Örnekler bahçelerden 3 tekerrürlü olarak toplanmış ve toplanan bitkilerin tür teşhisleri Alp (2007)'e göre yapılmıştır. Gül örnekleri, her bir gonca ayrı poşetlere alınarak en kısa sürede Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü Meyve-Sebze Teknolojisi laboratuvarına getirilmiştir. Yabancı cisimler ayıklanmış, goncalardaki taç yapraklar ayrılarak analizlerde kullanılıncaya kadar -24 °C'de depolanmıştır.

Antosiyanin ekstraksiyon koşullarını belirlemek için Şamranaltı 2 bahçesinden toplanan taze örneklerde taç yapraklar ayrılarak kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Geleneksel Van bahçelerinde *Rosa × damascena* Miller.

3.1.1. Kullanılan kimyasallar ve reaktifler

Asetonitril (CAS-No: 75-05-8), metanol (CAS-No: 67-56-1), etanol (CAS-No: 64-17-5), hidroklorik asit (CAS-No: 7647-01-0), alüminyum klorür (CAS-No: 7446-70-0), sodyum nitrit (CAS-No: 7632-00-0), sodyum karbonat (CAS-No: 7440-23-5), metafosforik asit (CAS-No: 37267-86-0) ve asetik asit (CAS-No: 64-19-7) Merck'ten (Darmstadt, Almanya) temin edilmiştir. Gallik asit (CAS-No: 149-91-7), elajik asit (CAS-No: 476-66-4), L-askorbik asit (CAS-No: 72691-25-9), kateşin (CAS-No: 154-23-4), rutin (CAS-No: 207671-50-9), kuersetin (CAS-No: 117-39-5) standart maddeleri, (DPPH) 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (CAS-No: 1898-66-4) ve (ABTS) 2,2'-azinobis-3-etilbenzotiazolin-6-sulfonik asit (CAS-No: 30931-67-0) serbest radikal standartları, potasyum persülfat (CAS-No: 7727-21-1), (Trolox) 6-hidroksi-2,5,7,8-tetrametilkroman-2-karboksilik asit (CAS-No: 53188-07-1) Sigma-Aldrich Co.'dan (St. Louis, MO, ABD) satın alınmıştır. Potasyum klorür (CAS-No: 7447-40-7), sodyum asetat trihidrat (CAS-No: 7084-24-4) ve siyanidin-3-O-glukozit (CAS-No: 7084-24-4) standart maddesi J&K Scientific LLC'den (Delaware, United States of America) temin edilmiştir.

3.2. Yöntem

3.2.1. *Rosa × damascena* Miller'ın gonca ve yaprak ağırlıklarının belirlenmesi

Toplanan örnekler içinden rastgele seçilen 10 adet goncaya ait gonca ağırlığı, goncadaki taç yaprak ağırlığı ve goncadaki normal taç yaprak ağırlığı hassas terazide tartım ile tespit edilmiştir.

3.2.2. Renk ölçümü

CIE Lab Kolorimetresi kullanılarak güllerin taç yapraklarının L*, a* ve b* değerleri ölçülmüştür. Elde edilen veriler ile C ve h° değerleri hesaplanmıştır. Ölçümler taşınabilir renk ölçüm cihazı PCE Instruments, CSM 1 (Southampton Hampshire, UK) kullanılarak belirlenmiştir. Ölçümler en az 10 tekrerrür ve 2 paralel olacak şekilde yapılmıştır. Her ölçümden önce cihaz standardize edilmiştir (Anonim, 1996).

L^* : Açıklık (0 = siyahlık, 100 = beyazlık), a^* : Kırmızı/Yeşil; (+ a^* : Kırmızı, - a^* : Yeşil), b^* : Sarı/Mavi (+ b^* : Sarı, - b^* : Mavi)

C : $(a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$

h° : Ton açısı = $\arctan(b^* / a^*)$; 0° = kırmızı, 90° = sarı, 180° = yeşil, 270° = mavi ve 360° = kırmızı

3.2.3. Yaprak alanı

Yaprak alanı, kâğıda kopyalanan yaprak alanının planimetre ile hesaplanması ile sonucu saptanmıştır (Caldas ve ark., 1992). Taç yapraklar, tarayıcı aracılığıyla kâğıtlara taratılmıştır. Taç yaprakların alanları, elektronik planimetre (Koizumi Placom KP-90N, Nagaoka-shi, Japan) kullanılarak cm^2 cinsinden ölçülmüştür.



Şekil 3.2. Planimetre ile taç yaprakların alan ölçümü.

3.2.4. Kuru madde

Gül taç yapraklarının kuru madde (KM) miktarı AOAC metot no 930.04'e göre yapılmıştır. Darası alınan kurutma kabına 3-5 gram örnek tartılarak $105^\circ C$ 'deki etüvde 4-7 saat boyunca sabit ağırlığa gelinceye kadar kurutulmuştur (AOAC, 2003).

3.2.5. Çözünür kuru madde

Örneklerin çözünür kuru madde (ÇKM) içerikleri AOAC metot no 932.12 (2003)'e göre yapılmıştır. Yapraklar öğütülerek temiz bir tülbent içinde sıkılmış ve elde edilen damlalar dijital bir Abbe refraktometresinin prizmasına damlatılarak örneklerin %ÇKM miktarı belirlenmiştir (AOAC, 2003).

3.2.6. Kül

Gül taç yapraklarının kül içerikleri AOAC metot no 920.149'a göre belirlenmiştir. Örnekler, darası alınan krozelere konularak kül fırınında 550 °C'de 5-6 saat boyunca yakılmıştır (AOAC, 2003).

3.2.7. pH

Gül taç yapraklarının pH içerikleri AOAC metot no 981.12'ye göre belirlenmiştir. Blender ile parçalanmış yaprak örneklerinden 5 g alınarak toplam hacim 25 mL olacak şekilde üzerine saf su eklenmiştir. Homojenizatör (Isolab, 621.11.001, China) ile 15 saniye süresince homojenize edilmiştir. Üstteki sıvı kısım ayrılmış ve önceden kalibre edilmiş pH metre ile ölçüm yapılmıştır (AOAC, 1990).

3.2.8. Titrasyon asitliği tayini

Gül taç yapraklarının titrasyon asitliği AOAC metot no 942.15'e göre belirlenmiştir. Blender ile parçalanmış 5 g örnek saf suyla 25 mL'lik hacme tamamlandıktan sonra 15 saniye homojenizatörde homojenize edilmiş ve süre sonunda filtre edilmiştir. Filtrattan 10 mL örnek alınmıştır ve 0.1 N NaOH ile Fenolftalein'in dönüm noktasına kadar (pH 8.1) titre edilmiştir. Sonuçlar g susuz sitrik asit/100 g olarak hesaplanmıştır (AOAC, 1990).

3.2.9. L-askorbik asit tayini

L-askorbik asit, bazı modifikasyonlarla Lee ve Coates (1999)'e göre belirlenmiştir. 50 mL'lik falcon tüplerine yaklaşık 2 g taze örnek tartılmıştır. Homojenizatör ile 5 mL %4.5 metafosforik asit ile buz banyosunda homojenize edilmiştir (30.000 rpm, 30 s). Homojenat, 4 dk boyunca 8.000 g ve 4 °C'de santrifüje edilmiştir. Süpernatant, 0.45 µm PVDF (polyvinylidene fluoride) şırınga ucu filtresi kullanılarak süzölmüş ve hemen HPLC sistemine enjekte edilmiştir. Çalışmada kullanılan HPLC sistemi (Shimadzu, Kyoto, Japonya); LC-20 AD gradyan pompa, 20 µL örnek hacmine sahip Rheodyne 7725i manuel enjeksiyon valfi, SPD-M20A diyot array dedektörü, CTO-10AS VP kolon fırını, DGU-14A degazer ve SCL10A sistem kontrol ünitesinden oluşmaktadır. L-askorbik asitin ayrımı, 25 °C'de bir Waters Atlantis® dC18 kolon (4.6 x 250 mm, 5 µm) ile izokratik elüsyon modunda yapılmıştır. H₂SO₄ ile asitlendirilmiş saf su (pH 2.54) mobil fazı ve 0.7 mL/dk akış hızı kullanılmıştır. Ölçüm 244 nm'de yapılmıştır. Örneğe ait kromatogramlarda ortaya çıkan piklerin geliş süreleri ve spektrumları L-askorbik asit standardıyla karşılaştırılarak tanımlanmıştır (Ek 11, 13). Kalibrasyon eğrisi, ekstraksiyon çözücüsü içinde hazırlanmış L-askorbik asidin bilinen çözeltileri ile oluşturulmuştur ($y=86349x+34252$; $R^2 = 0.9984$) (Ek 1). Sonuçlar mg/kg KM olarak verilmiştir.

3.2.10. Gül taç yaprakları metanolik ekstraktları

Gül taç yapraklarından metanolik ekstrakt eldesi, Lončarić ve ark. (2016)'na ait yöntem modifiye edilerek kullanılmıştır. Taze örneklerden 2.5 g civarında falcon tüplere tartılmıştır. Tartılan örneklerin üzerine 20 mL %1 HCl içeren metanol eklenmiştir ve içerik 15 dk ultrasonik banyoda tutulduktan sonra 6000 g'de 4 °C'de 10 dk santrifüj edilmiştir. Süpernatant uzaklaştırılıp kalan posayla aynı prosedür iki kez daha tekrar edilmiştir. Elde edilen süpernatantlar rotary evaporatör yardımıyla konsantre edilip %1 HCl içeren metanol ile 10 mL'ye tamamlanmıştır.

3.2.11. Toplam fenolik madde (TFM) tayini

Toplam fenolik madde analizleri Singleton ve Rossi (1965)'e göre yapılmıştır. Gül metanolik ekstraktları, uygun oranda metanol ile seyreltildikten sonra 0.4 mL alınmış ve üzerine 2 mL 1/10 oranında su ile seyreltilmiş Folin-Ciocalteu ajanı ve 1.6 mL %7.5 Sodyum karbonat çözeltisi eklenerek karıştırılmıştır. Reaksiyon karışımları 60 dk oda sıcaklığında bekletildikten sonra spektrofotometrede 765 nm'de okuma yapılmıştır. TFM konsantrasyonu gallik asit ile oluşturulan kalibrasyon grafiğinden (Ek 2) hesaplanmış ve sonuçlar, gallik asit eşdeğeri (mg GA Eş./kg KM) olarak ifade edilmiştir ($y=0.022x+0.0249$; $R^2 = 0.9959$).

3.2.12. Toplam flavonoid (TFL) içeriği

Zhishen ve ark. (1999) tarafından bildirilen yöntem modifiye edilerek, analiz için 1 mL metanolik ekstrakt üzerine 5 mL saf su ve 0.3 mL %5'lik NaNO_2 çözeltisi eklenip vortekslenmiş ve 5 dk karanlıkta inkübe edilmiştir. İnkübasyon sonunda 0.6 mL %10'luk AlCl_3 eklenerek 5 dk daha inkübe edilmiştir. En son 2 mL 1 M NaOH eklenerek 10 mL'ye saf suyla tamamlanmıştır. Spektrofotometrede 510 nm dalga boyunda okuma yapılmıştır. Standart kurve için aynı işlemler kuersetin standart maddesi ile oluşturulan kalibrasyon grafiğinden (Ek 3) hesaplanmış ve sonuçlar, kuersetin eşdeğeri (mg Ku Eş./g KM) olarak ifade edilmiştir ($y=0.0012x+0.0388$; $R^2 = 0.9944$).

3.2.13. Fenolik madde ve antosiyanin dağılımı

Örneklerin fenolik madde ve antosiyanin dağılımı Coloric ve ark. (2005)'e ait yöntem modifiye edilerek HPLC cihazı (Shimadzu, Kyoto, Japonya) ile belirlenmiştir. Elde edilen metanolik ekstraktlar 0.45 μm PVDF şırınga ucu filtreden geçirilerek HPLC cihazına enjekte edilmiştir. HPLC cihazının çalışma koşulları Çizelge 3.1'de verilmiştir (Ek 11, 12, 13 ve 14).

Çizelge 3.1. Kullanılan HPLC cihazının çalışma koşulları

Kolon	Waters Symetry C18 (250x4.6 mm, ID) 5 µm
Akış Hızı	1 mL dk ⁻¹
Mobil Faz	%2 Asetik Asitli Su (A), %0.5 Asetik Asitli Su: Asetonitril (1:1) (B)
Dalga Boyu	Benzoik asit türevleri ve flavan 3-ol'ler için 280 nm, Flavoneller ve Elajik asit için 360 nm, Antosiyaninler için 520 nm.
Kolon Sıcaklığı	25 °C
Elüsyon Profili	0. dk %10 B, 30. dk %20 B, 60. dk %45 B.

HPLC kromatogramında görülen antosiyanin piklerinin belirlenmesi için dedektör çıkışında pike ait eluentler ayrı ayrı toplanmış ve daha sonra LC-MS/MS (Sıvı Kromatografi-Kütle Spektrometresi) cihazında enjekte edilmiştir. LC-MS/MS cihazının çalışma koşulları Çizelge 3.2'de verilmiştir. Antosiyaninlerin miktarlarının belirlenmesi için siyanidin-3-O-glukozit ile oluşturulan kalibrasyon grafiğinden (Ek 4) yararlanılmış ve sonuçlar, siyanidin-3-O-glukozit eşdeğeri (mg C3G Eş./ kg KM) olarak ifade edilmiştir.

Çizelge 3.2. Kullanılan LC-MS/MS cihazının çalışma koşulları

Cihaz Markası	Thermo Scientific
Model	Q Exactive
Dedektörler	Hassas-kütle (HR/AM) orbitrap dedektörü
Kolon	Waters Symetry C18 (250x4.6 mm, ID) 5 µm
Kolon sıcaklığı	25 °C
İyon kaynağı/Polarite	Electrospray Ionization (ESI) / Pozitif (m/z^+)
Tarama aralığı	100 - 1000 m/z
Elüsyon profili	0. dk %10 B, 4. dk %10 B, 24. dk %90 B, 24.10. dk %10 B, 25. dk %10 B.
Mobil faz	%2 Asetik Asitli Su (A), %0.5 Asetik Asitli Su: Asetonitril (1:1) (B)
Akış oranı	8.0 µl s ⁻¹ (Gradient program)
Tarama tipi	Dinamik Multiple Reaction Monitoring (MRM)
Taşıyıcı gaz sıcaklığı	280 °C
Taşıyıcı gaz akış hızı	10 L dk ⁻¹
Nebulizer basıncı	45 psi
Kapiler sıcaklık	350 °C
Spray voltaj	3000 V

3.2.14. Antioksidan aktivite analizleri

3.2.14.1. DPPH

DPPH radikali sönümleme aktivitesi için Pyo ve ark. (2004) tarafından önerilen yöntem modifiye edilerek kullanılmıştır. Bu yöntem, mor renkli stabil bir bileşik olan DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) radikalinin yok edilmesi sonucu, renkte meydana gelen azalmanın spektrofotometrik olarak ölçülmesi esasına dayanmaktadır. Uygun oranda seyreltilmiş 0.1 mL metanolik ekstrakt 3.9 mL DPPH solüsyonu (0.025 g/L metanol) ile karıştırıldıktan sonra oda sıcaklığında 60 dk tutulmuştur. Süre sonunda örnek absorbansları 515 nm’de ölçülerek, % inhibisyon değerleri Eş. 3.1 ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{ İnhibisyon} = (\text{Abs}_{\text{kontrol}} - \text{Abs}_{\text{örnek}}) / \text{Abs}_{\text{kontrol}} \times 100 \quad (3.1)$$

Sonuçlar troloks eşdeğeri (mmol Trol. Eş./g KM) olarak ifade edilmiştir ($y=0.0709x+0.0991$; $R^2 = 0.9996$) (Ek 5).

3.2.14.2. ABTS

ABTS yöntemi, Re ve ark. (1999) tarafından önerilen yöntemle gerçekleştirilmiştir. Bu yöntem, ABTS^{•+} (2,2’-azinobis-3-etilbenzotiazolin-6-sulfonik asit) radikali tarafından tutulan antioksidatif maddelerin miktarının, sentetik bir antioksidan olan troloksun miktarlarıyla oranlanarak belirlenmesi ilkesine dayanır. Ölçümler, ABTS^{•+} radikalinin giderilmesinin spektrofotometrik olarak belirlenmesiyle yapılmaktadır. Çalışmada öncelikle mavi/yeşil renkte ABTS^{•+} kromoforu oluşturulmuştur. Bu amaç doğrultusunda 2.45 mM potasyum persülfat içeren 7 mM’lık ABTS^{•+} çözeltisi hazırlanmıştır. Bu çözelti karanlıkta ve oda sıcaklığında 12-16 saat bekletilerek stok ABTS^{•+} radikal çözeltisinin oluşması sağlanmıştır. İkinci aşamada ABTS^{•+} çalışma çözeltisi elde edilmiştir. Stok radikal çözeltisi etanol ile seyreltilerek ABTS^{•+} çalışma çözeltisinin absorbansı 734 nm’de 0.70 ± 0.02 olacak şekilde ayarlanmıştır. Daha sonra 20 µL metanolik ekstrakt, 1980 µL ABTS^{•+} çalışma çözeltisi ile reaksiyona sokulmuş ve 6 dk sonunda 734 nm’de absorbansları belirlenmiştir. Sonuçların hesaplanmasında troloks standart kurvesinden yararlanılmış

($y=0.0407x+3.8348$; $R^2 = 0.9971$) ve troloks eşdeğeri (mmol Trol. Eş./g KM) olarak ifade edilmiştir (Ek 6).

3.2.15. pH-diferansiyel yöntemiyle toplam monomerik antosiyanin tayini

Bu analiz Lee ve ark. (2005) tarafından geliştirilen yöntemle yapılmıştır. Yöntemin temel ilkesi, pH 1.0 ve pH 4.5'taki renk farklılığının spektrofotometrik yolla ölçümüdür. Bu analizde; pH 1.0 ile pH 4.5 arasındaki renk farklılığını gözleyebilmek amacıyla, bu pH değerlerinde iki farklı tampon çözelti hazırlanmıştır.

- pH 1.0 tampon: Bir behere 1.86 g KCl tartılmıştır ve üzerine 980 mL damıtık su karıştırıldıktan sonra, yoğun HCl ile pH değeri 1.0'e ayarlanmıştır. Sonra 1 L'lik balona aktarılmış ve balon hacim çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanmıştır.
- pH 4.5 tampon: Bir behere 54.43 g sodyum asetat ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ve üzerine 960 mL damıtık su eklenip karıştırılmıştır. Kuvvetli HCl ile pH değeri 4.5'e ayarlanmıştır. Sonra 1 L'lik balona aktarılmış ve balon hacim çizgisine kadar damıtık su ile tamamlanmıştır.

Tüplere ekstrakt ve çözücü eklenerek uygun absorbans aralığını veren çözeltiler hazırlanmıştır. pH 1.0 ve pH 4.5 için hazırlanmış olan her iki örnek içinde 528 nm (maksimum dalga boyu) ve bulanıklık unsurlarının tespit edilmesi için de 700 nm dalga boyunda absorbans ölçümü yapılmıştır. Sonuçlar literatürdeki genel eğilime uyularak siyanidin 3-glukozit (C3G) cinsinden belirlenmiştir. Absorbans ve TMA miktarı sırasıyla Eş. 3.2 ve Eş. 3.3'e göre hesaplanmıştır.

$$\text{Absorbans farkı (A)} = (A_{\lambda_{\text{vis-max}}} - A_{700})_{\text{pH 1.0}} - (A_{\lambda_{\text{vis-max}}} - A_{700})_{\text{pH 4.5}} \quad (3.2)$$

$$\text{Toplam monomerik antosiyanin, mg/L} = [A \times \text{MW} \times S_f \times 1000] / [\epsilon \times \ell] \quad (3.3)$$

Bu bağıntıda;

MW : Baz alınacak antosiyaninin molekül ağırlığı (siyanidin 3-glukozit, C3G = 449.2 g/mol)

S_f : Seyreltme faktörü,

ϵ : Molar absorptivite, (C3G = 26 900 L/(mol.cm))

ℓ : Spektrometre küveti katman kalınlığı (1 cm).

3.2.16. Antosiyanin ekstraksiyonu

Tek bir bahçeden (Şamranaltı 2) toplanan *Rosa × damascena* Miller'in taç yaprakları klasik ve ultrasonik ekstraksiyona tabi tutulmuştur. Her iki ekstraksiyon yönteminde de geleneksel gül şurubu yapımı dikkate alınarak yapılan ön denemelerle belirlenen örnek ve çözelti miktarı uygulanmıştır. Ön denemelerde belirlendiği şekilde, 380 cc'lik cam kavanozlara 10 g taç yaprak tartılmıştır ve üzerine ekstraksiyon çözeltisi (150 mL sitrik asitli su) eklenmiştir. Klasik ekstraksiyon yöntemi için çalkalamalı su banyosu kullanılmış ve ekstraksiyon 125 rpm'de 3 farklı sıcaklıkta (20, 40 ve 60 °C) gerçekleştirilmiştir. Çözücüdeki asit düzeyinin antosiyanin ekstraksiyonundaki etkisini belirlemek amacıyla %0.75, %1 ve %1.25 oranındaki 150 mL sitrik asit çözeltisi eklenen örnekler 60 °C'de klasik ekstraksiyona tabi tutulmuştur. Klasik ekstraksiyon yöntemlerine alternatif olarak yapılmış olan ultrasonik ses dalgaları ile ekstraksiyon ise Bandelin marka Sonopuls Mini 20 model ultrasonik homojenizatör ile yapılmıştır. Çalışma 3 farklı ultrason genliğinde (%50, %75 ve %100) gerçekleştirilmiştir. Ultrasonik ekstraksiyon boyunca kavitasyon sonucunda değişen sıcaklık, buz banyosu kullanılarak sabit tutulmaya çalışılmıştır. Ultrasonik ekstraksiyonda %50, %75 ve %100 ultrason genliğinde sıcaklıklar sırasıyla 39±2, 41±2 ve 50±2 °C aralığında tutulmuştur.

Ekstraksiyon çalışması 3 tekerrürlü olarak gerçekleştirilmiş ve ekstraksiyonlar süresince belli zaman aralıklarında örnekler alınarak toplam monomerik antosiyanin (TMA) miktarları belirlenmiştir. Söz konusu ekstraksiyon koşullarının TMA miktarına etkisinin incelenmesi amacıyla çalışılan ekstraksiyon parametreleri ve bu parametrelerin düzeyleri Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Çizelge 3.3. Klasik ve Ultrasonik ekstraksiyona ait değişkenler ve düzeyleri

Klasik ekstraksiyon	Sıcaklık	Süre	Çözücü asitlik düzeyi
	20 °C	48 sa.	%1 sitrik asit çözeltisi
	40 °C	7 sa.	%1 sitrik asit çözeltisi
	60 °C	6 sa.	%0.75, %1 ve %1.25 sitrik asit çözeltisi
Ultrasonik ekstraksiyon	Genlik	Süre	Çözücü asitlik düzeyi
	%50	100 dk.	
	%75	50 dk.	%1 sitrik asit çözeltisi
	%100	30 dk.	

3.2.16.1. Ekstraksiyon debisinin hesaplanması

TMA değerlerindeki zamana bağlı değişimler göz önünde bulundurularak kütle transfer katsayısı (K_L), Eş. 3.4'e göre hesaplanmıştır (Heldman ve Singh, 1981).

$$C = C_s \left\{ 1 - \exp \left[-\frac{K_L \times A}{V} \times t \right] \right\} \quad (3.4)$$

C : Herhangi bir zaman diliminde çözücü içinde çözünebilen madde konsantrasyonu

C_s : Doymuş halde, çözücü içinde bulunan çözünebilen madde konsantrasyonu

K_L : Kütle transfer katsayısı ($\text{mL çözelti dk}^{-1}$)

A : Yüzey alanı

V : Çözücü hacmi (mL)

t : Süre (dk)

Başlangıç anındaki ($t = 0$), C değeri sıfır kabul edilmiştir. Hesaplanan $\ln (1 - C / C_s)$ değerleri “y” eksenine, bu değerlere karşılık gelen süreler “x” eksenine işlenerek bir kurve elde edilmiş ve bu kurveye linear regresyon analizi uygulanarak kurvenin denklemi hesaplanmıştır. Bu işlem çalışmada uygulanan her ekstraksiyon koşulu için yapılmış ve regresyon analizi sonucunda elde edilen denklemlerin eğimleri elde edilmiştir. Elde

edilen eğimler, “ $K_L \times A/V$ ” eşitliğine denk gösterilmiştir. Çözücü hacmi ve alan denklemde yerine bırakılarak kütle transfer katsayısı (K_L) ($\text{mL}/\text{cm}^2 \text{ dk}$) hesaplanmıştır.

3.2.17. İstatistikî değerlendirme

Örnekler ve uygulamalar arasındaki farklar SPSS Statistic 20 bilgisayar programı kullanılarak tek yönlü varyans analizi (One-Way ANOVA) ile belirlenmiştir. Ortalamalar arasındaki farkları değerlendirmek için Duncan çoklu karşılaştırma testi uygulanmıştır. Tüm gözlem değerleri arasındaki değişimi karşılaştırılmak amacıyla varyasyon katsayısı (%VK) hesaplanmıştır. Aynı zamanda fiziksel ve kimyasal analizler arasındaki ilişkileri belirlemek amacıyla Korelasyon analizi uygulanmıştır.

4. BULGULAR

4.1. *Rosa × damascena* Miller’ın Bazı Fiziksel Özellikleri

4.1.1. *Rosa × damascena* Miller’ın gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanı

Rosa × damascena Miller goncalarının gonca ağırlığı, goncadaki taç yaprakların ağırlığı, normal yaprak ağırlığı ve yaprak alanı Çizelge 4.1’de verilmiştir. *Rosa × damascena* Miller’ın gonca ağırlığının 4.24 - 5.21 g aralığında değiştiği tespit edilmiştir. En düşük gonca ağırlığına sahip güllerin bulunduğu bahçe Edremit 1, en yüksek gonca ağırlığına sahip güllerin bulunduğu bahçe ise Edremit 2 olarak belirlenmiştir. Yapılan istatistiksel analiz sonucunda gonca ağırlığı açısından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklar önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Güllerin yaprak ağırlığının 2.15 - 2.75 g aralığında değiştiği tespit edilmiştir. En düşük yaprak ağırlığına sahip goncaların bulunduğu bahçe Edremit 3, en yüksek yaprak ağırlığına sahip goncaların bulunduğu bahçe ise Edremit 2 olarak belirlenmiştir. İstatistiksel olarak değerlendirildiğinde, yaprak ağırlığı bakımından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılık önemsiz bulunmuştur ($p > 0.05$).

Goncalar üzerindeki normal yaprak ağırlığının 1.97 - 2.51 g aralığında değiştiği tespit edilmiştir. En düşük normal yaprak ağırlığına sahip goncaların bulunduğu bahçe Edremit 3, en yüksek normal yaprak ağırlığına sahip goncaların bulunduğu bahçe ise Edremit 2 olarak belirlenmiştir. İstatistiksel olarak değerlendirildiğinde, normal yaprak ağırlığı bakımından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılık önemsiz bulunmuştur ($p > 0.05$).

Rosa × damascena Miller bitkisinin taç yapraklarının alanlarının 5.87 - 6.18 cm² aralığında değiştiği tespit edilmiştir. En düşük yaprak alanına sahip örneklerin Edremit 1 bahçesine, en yüksek yaprak alanına sahip örneklerin ise Edremit 3 bahçesine ait olduğu belirlenmiştir. İstatistiksel olarak değerlendirildiğinde, belirlenen yaprak alanları açısından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılığın etkisi önemsiz bulunmuştur ($p > 0.05$). Örneklerin incelenen gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanlarına ait VK değerleri %16.11 - 18.39 aralığında değişmektedir.

Çizelge 4.1. *Rosa × damascena* Miller'in gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanı

Örnekler	Gonca Ağırlığı (g)	Yaprak Ağırlığı (g)	Normal Yaprak Ağırlığı (g)	Yaprak alanı (cm ²)
Edremit 1	4.24±0.60 ^a	2.49±0.50 ^{ab}	2.15±0.50 ^{ab}	5.87±0.41 ^a
Edremit 2	5.21±0.85 ^b	2.75±0.43 ^b	2.51±0.39 ^b	6.11±0.86 ^a
Edremit 3	4.64±0.62 ^{ab}	2.15±0.08 ^a	1.97±0.04 ^a	6.18±0.23 ^a
Şamranaltı 1	5.07±0.62 ^{ab}	2.66±0.33 ^{ab}	2.43±0.38 ^{ab}	5.92±0.31 ^a
Şamranaltı 2	4.56±0.80 ^{ab}	2.40±0.36 ^{ab}	2.10±0.27 ^{ab}	6.12±0.23 ^a
Ort.±Std.	4.74±0.69	2.49±0.34	2.32±0.32	6.04±0.41
VK (%)	16.11	16.48	18.39	18.31

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir (p<0.05).

4.1.2. *Rosa × damascena* Miller'in renk parametre değerleri

Rosa × damascena Miller bitkisinin taç yapraklarının L*, a*, b*, C ve h° değerleri tespit edilmiş ve sonuçlar Çizelge 4.2'de verilmiştir. Açıklık parametresi olan L* değeri, 47.79 – 65.06 aralığında değişim göstermiştir. En yüksek L* (en açık renk) Edremit 3 örneğinde belirlenmiştir. En düşük L* (en koyu renk) ise Edremit 1 örneğinde tespit edilmiştir. Belirlenen a* değerlerinin 26.79 - 41.44 aralığında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. En yüksek a* değeri Şamranaltı 2 örneğinde, en düşük a* değeri ise Edremit 3 örneğinde belirlenmiştir. Belirlenen b* değerlerinin ise (- 9.88) - (- 46.20) aralığında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. En yüksek b* değeri Edremit 3 örneğinde, en düşük b* değeri ise Edremit 1 örneğinde belirlenmiştir. Renkte doygunluğun bir göstergesi olan kroma (C) değerinin, 28.56 - 60.83 aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir. En yüksek C (en parlak renk) Edremit 1 örneğinde, en düşük C değeri ise Edremit 3 örneğinde hesaplanmıştır. Rengin ne olduğunu açıklayan ton açısı (h°) ise 315.85 - 339.72 aralığında değişim göstermiştir. En yüksek h° değeri Edremit 3 örneğinde, en düşük h° değeri ise Edremit 1 örneğinde hesaplanmıştır. İstatistiksel olarak değerlendirildiğinde, *Rosa × damascena* Miller bitkisine ait tüm renk parametreleri (L*, a*, b*, C ve h°) açısından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılık önemlidir (p<0.05). Örneklere ait VK değerleri ise %2.50 - 53.56 aralığında değişmektedir.

Çizelge 4.2. Taze taç yapraklarının renk parametre değerleri

Örnekler	Renk parametre değerleri				h°
	L*	a*	b*	C	
Edremit 1	47.79±0.45 ^a	39.52±3.26 ^{ab}	-46.20±6.21 ^a	60.83±1.28 ^d	315.85±3.47 ^a
Edremit 2	51.28±4.74 ^{ab}	41.44±3.64 ^c	-20.18±4.50 ^b	46.22±4.51 ^c	334.14±4.37 ^b
Edremit 3	65.06±3.76 ^d	26.79±3.36 ^a	-9.88±1.59 ^c	28.56±3.64 ^a	339.72±1.76 ^c
Şamranaltı 1	54.72±4.67 ^c	37.80±3.98 ^b	-18.94±2.92 ^b	42.35±4.24 ^b	333.66±3.69 ^b
Şamranaltı 2	51.18±4.97 ^{ab}	40.94±3.89 ^c	-18.40±1.89 ^b	44.97±3.22 ^{bc}	335.27±3.40 ^b
Ort±Std.	54.01±3.72	37.30±3.63	-22.72±3.42	44.59±3.38	331.73±3.34
VK (%)	13.32	18.61	53.56	24.22	2.50

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p<0.05$).

4.2. *Rosa × damascena* Miller’ın Bazı Kimyasal Özellikleri

4.2.1. *Rosa × damascena* Miller’ın kuru madde, ÇKM ve kül içeriği

Rosa × damascena Miller bitkisinin taç yapraklarının kuru madde (KM), çözünür kuru madde (ÇKM) ve kül içeriği Çizelge 4.3’te verilmiştir. Güllerdeki KM içeriğinin %17.40 - 19.43 değerleri arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. En düşük KM içeriğine sahip güllerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 1, en yüksek KM içeriğine sahip güllerin bulunduğu bahçe ise Edremit 1 olarak belirlenmiştir. Yapılan istatistiksel analiz sonucunda KM içeriği açısından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklar önemli bulunmuştur ($p<0.05$).

Rosa × damascena Miller gül örneklerinin ÇKM içeriği incelendiğinde, değerlerin %11.00 - 11.20 aralığında değiştiği belirlenmiştir. En düşük ÇKM değerinin Şamranaltı 1 bahçesinde yetişen gül bitkilerine, en yüksek ÇKM değerinin ise Edremit 1 bahçesinde yetişen gül bitkilerine ait olduğu tespit edilmiştir. İstatistiksel olarak, bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılıkların ÇKM içeriğine olan etkisi önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$).

Rosa × damascena Miller örneklerinin kül içeriği incelendiğinde değerlerin %2.78 - 3.69 aralığında bir değişim gösterdiği belirlenmiştir. En düşük kül miktarına sahip güllerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 1, en yüksek kül miktarına sahip güllerin bulunduğu bahçe ise Edremit 1 olarak belirlenmiştir. Yapılan istatistiksel analiz sonucunda, kül içeriği bakımından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılık önemli

bulunmuştur ($p<0.05$). Örneklerin kuru madde, ÇKM ve kül özelliklerine ait VK değerleri %0.97 - 9.42 aralığında değişmektedir.

Çizelge 4.3. Taze taç yapraklarının kuru madde, ÇKM ve kül içeriği

Örnekler	Kuru madde (%)	ÇKM (%)	Kül (%)
Edremit 1	19.43±0.24 ^a	11.20±0.14 ^a	3.69±0.07 ^c
Edremit 2	18.91±0.73 ^a	11.05±0.07 ^a	3.22±0.04 ^b
Edremit 3	18.85±0.64 ^a	11.05±0.07 ^a	3.23±0.06 ^b
Şamranaltı 1	17.40±0.02 ^b	11.00±0.14 ^a	2.78±0.01 ^a
Şamranaltı 2	18.66±0.07 ^a	11.15±0.07 ^a	3.29±0.06 ^b
Ort.±Std.	18.65±0.34	11.11±0.10	3.24±0.05
VK (%)	0.97	0.99	9.42

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p<0.05$).

4.2.2. *Rosa × damascena* Miller'in pH ve titrasyon asitliği

Rosa × damascena Miller örneklerinin taze taç yapraklarına ait pH ve titrasyon asitliği değerleri Çizelge 4.4'te verilmiştir. Taç yaprakların pH değerlerinin 5.21 ile 5.64 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. En düşük pH değeri Edremit 2 örneğinde saptanırken, en yüksek pH değeri Edremit 3 örneğinde saptanmıştır. pH içeriği istatistiksel açıdan değerlendirildiğinde, bölgeler ve bahçeler arasındaki farklar önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Örneklerin titrasyon asitliği miktarının ise 0.104 - 0.117 mg/100g aralığında değiştiği belirlenmiştir. En düşük titrasyon asitliği değeri Edremit 3 bahçesine ait örneklerde, en yüksek değer ise Edremit 2 bahçesine ait örneklerde belirlenmiştir. Titrasyon asitliği miktarı açısından değerlendirildiğinde örnekler arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$). Örneklere ait VK değerleri pH ve titrasyon asitliği için sırasıyla %3.34 ve 9.72 olarak belirlenmiştir.

Çizelge 4.4. Taze taç yaprakların pH ve titrasyon asitliği değerleri

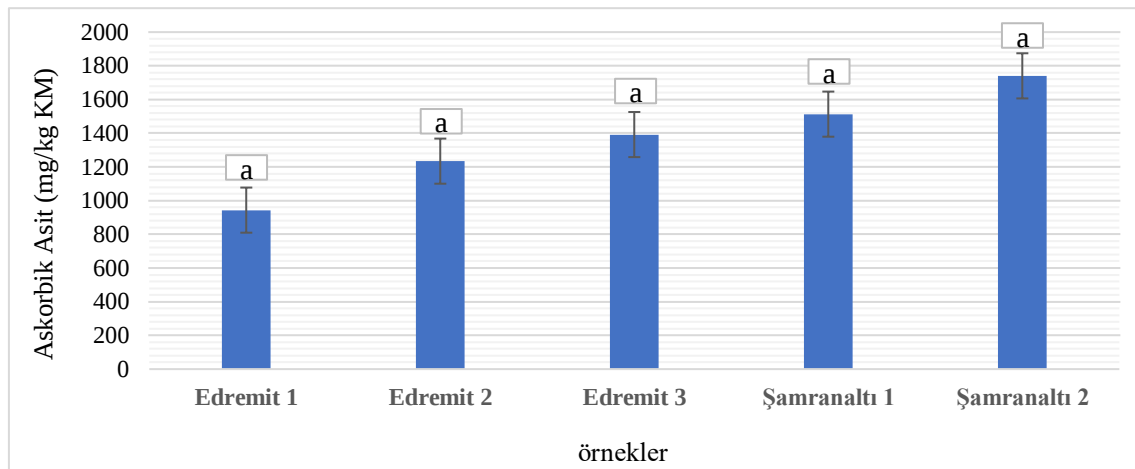
Örnekler	pH	Titrasyon asitliği* (mg/100g)
Edremit 1	5.35±0.07 ^b	0.112±0.012 ^a
Edremit 2	5.21±0.02 ^a	0.117±0.015 ^a
Edremit 3	5.65±0.01 ^c	0.104±0.011 ^a
Şamranaltı 1	5.40±0.04 ^b	0.111±0.012 ^a
Şamranaltı 2	5.64±0.02 ^c	0.108±0.014 ^a
Ort.±Std.	5.45±0.03	0.11±0.013
VK (%)	3.34	9.72

*susuz sitrik asit cinsinden

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p<0.05$).

4.3. *Rosa × damascena* Miller'ın L-Askorbik asit İçeriği

Rosa × damascena Miller bitkisine ait taze örneklerin L-askorbik asit içeriği Şekil 4.1'de verilmiştir. Taç yaprakların L-askorbik asit içeriğinin 943.53 - 1740.48 mg/kg KM aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir. En düşük L-askorbik asit içeriğine sahip güllerin bulunduğu bahçe Edremit 1 olurken, en yüksek L-askorbik asit içeriğine sahip güllerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 2 bahçesi olarak saptanmıştır. İstatistiksel olarak değerlendirildiğinde, aynı harflerle gösterilen ortalamalar önemsiz kabul edilmektedir. L-askorbik asit içeriği bakımından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklar önemli bulunmamıştır ($p>0.05$). Örneklere ait VK değeri ise %27.59 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.1. Taç yaprakların L-askorbik asit içerikleri.

4.4. *Rosa × damascena* Miller'ın Toplam Monomerik Antosiyanin İçeriği

Rosa × damascena Miller'ın TMA içeriği Çizelge 4.5'te verilmiştir. Örneklerle ait belirlenen TMA içerikleri 403.90 - 595.94 mg C3G Eş./100 g KM aralığında değişim göstermiştir. En düşük TMA içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Edremit 3 bahçesi olurken, en yüksek TMA içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 2 bahçesi olarak saptanmıştır. TMA içeriği değerlendirildiğinde, bölgeler ve bahçeler arasındaki farkların istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir ($p < 0.05$). Örneklerle ait VK değeri ise %15.18 olarak belirlenmiştir.

Çizelge 4.5. Taç yaprakların TMA içeriği

Örnekler	TMA (mg C3G Eş./100 g KM)
Edremit 1	507.23±5.90 ^b
Edremit 2	594.90±0.00 ^c
Edremit 3	403.90±16.24 ^a
Şamranaltı 1	476.96±31.00 ^b
Şamranaltı 2	595.94±19.19 ^c
Ort.±Std.	515.79±14.47
VK (%)	15.18

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p < 0.05$).

4.5. *Rosa × damascena* Miller'ın Toplam Fenolik Madde ve Toplam Flavonoid İçeriği ile Antioksidan Aktivitesi

Rosa × damascena Miller bitkilerinin TFM, TFL içerikleri, DPPH ve ABTS değerleri Çizelge 4.6'da verilmiştir. Örneklerle ait en düşük TFM içeriği Edremit 3 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilirken, en yüksek TFM içeriği Şamranaltı 2 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilmiştir. TFM içeriği bakımından değerlendirildiğinde bahçeler arasındaki farklar istatistiksel olarak önemli bulunmamıştır ($p > 0.05$). Örneklerle ait en düşük TFL değeri (72.09 mg Ku/g KM) Şamranaltı 2 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilirken en yüksek TFL değeri (98.81 mg Ku/g KM) Edremit 3 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilmiştir. Farklı bahçe ve bölgelerden toplanan örneklerin TFL değeri açısından aralarındaki farklar istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$).

Çizelge 4.6. Taç yaprakların TFM, TFL, DPPH ve ABTS değerleri

Örnekler	TFM (mg GAE/100g KM)	TFL (mg Ku/g KM)	DPPH (mmol Trol. Eş./g KM)	ABTS (mmol Trol. Eş./g KM)
Edremit 1	3777.84±230.61 ^a	76.56±1.52 ^a	1642.02±179.01 ^a	379.44±5.02 ^a
Edremit 2	4886.93±378.46 ^b	95.19±6.23 ^{ab}	1687.22±249.33 ^a	381.21±1.26 ^{ab}
Edremit 3	3747.16±306.14 ^a	98.81±1.56 ^b	1542.56±268.51 ^a	374.55±1.88 ^a
Şamranaltı 1	4017.61±368.82 ^a	83.15±5.08 ^c	1691.74±134.26 ^a	389.20±1.26 ^b
Şamranaltı 2	5338.07±339.89 ^b	72.09±3.17 ^c	1721.13±105.49 ^a	411.39±5.02 ^c
Ort.±Std.	4353.52±324.78	85.16±3.51	1656.93±187.32	387.16±2.89
VK (%)	12.82	13.28	9.74	3.60

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p<0.05$).

Örneklere ait belirlenen ABTS sonuçlarının, 374.55 - 411.39 mmol Trol. Eş./g KM aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir. En düşük ABTS değerine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Edremit 3 bahçesi olurken, en yüksek ABTS değerine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 2 bahçesi olarak saptanmıştır. ABTS değeri incelendiğinde, bölgeler ve bahçeler arasındaki farkların istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir ($p<0.05$). Örneklere ait en düşük DPPH değeri (1542.56 mmol Trol. Eş./g KM) Edremit 3 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilirken en yüksek DPPH değeri (1721.13 mmol Trol. Eş./g KM) Şamranaltı 2 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilmiştir. Farklı bahçelerden toplanan örneklerin DPPH değeri açısından aralarındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($p>0.05$). Örneklerin TFM, TFL, DPPH ve ABTS özelliklerine ait VK değerleri %3.60 - 13.28 aralığında değişmektedir.

4.6. *Rosa × damascena* Miller'ın Fenolik Madde Dağılımı

Bitki örneklerinden elde edilen ekstraktlara ait fenolik madde dağılımı HPLC cihazı ile belirlenmiştir. Yapılan çalışmada bitki örneklerine ait ekstraktlarda fenolik asitlerden gallik asit ve elajik asit, flavonoidlerden rutin, flavan-3-ol'lerden ise kateşin tespit edilmiştir. Bitki ekstraktlarında tespit edilen fenolik bileşiklerin miktarları Çizelge 4.7'de verilmiştir. Örneklerde gallik asit miktarının 19.57 - 48.66 mg/kg KM, elajik asit

miktarının 103.27 - 436.38 mg/kg KM, kateşin miktarının 137.64 - 279.33 mg/kg KM, rutin miktarının ise 1155.97 - 2501.34 mg/kg KM aralığında değiştiği belirlenmiştir. *Rosa × damascena* Miller bitkisinin bireysel fenolik içerikleri istatistiksel açıdan değerlendirildiğinde, farklı bölge ve bahçelerden toplanan örneklerde saptanan bireysel fenolik madde miktarları arasındaki farklılıklar istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Özellikle Şamranaltı bölgesindeki bitkilerin elajik asit miktarı, Edremit bölgesindeki bitkilere göre önemli miktarda yüksek bulunmuştur. Örneklere ait gallik asit, kateşin, elajik asit ve rutin bileşikleri için hesaplanan VK değerleri %18.07 - 65.76 aralığında değişmektedir.

Çizelge 4.7. Taç yapraklarda saptanan fenolik bileşikler (mg/kg KM)

Örnekler	Gallik asit	Kateşin	Elajik asit	Rutin	Toplam
Edremit 1	19.57±5.34 ^a	198.76±86.06 ^{ab}	103.27±13.41 ^a	2389.19±436.03 ^b	3654.33±600.4 ^{ab}
Edremit 2	20.60±2.68 ^a	174.09±29.46 ^{ab}	137.20±29.27 ^a	1155.97±121.13 ^a	2722.07±437.09 ^a
Edremit 3	46.85±4.44 ^b	279.33±13.94 ^b	125.28±6.94 ^a	2256.56±140.33 ^b	4100.11±264.73 ^b
Şamranaltı 1	48.36±2.57 ^b	241.30±37.11 ^{ab}	415.96±59.78 ^b	2501.34±0.36 ^b	4720.24±410.86 ^b
Şamranaltı 2	48.66±0.37 ^b	137.64±30.39 ^a	436.38±50.47 ^b	2324.18±245.32 ^b	4687.33±14.28 ^b
Ort.±Std.	36.81±4.28	206.22±39.39	243.62±31.97	2125.45±188.63	3976.82±345.47
VK (%)	39.81	30.46	65.76	25.77	21.03

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p<0.05$).

4.7. *Rosa × damascena* Miller'in Antosiyanin Dağılımı

Rosa × damascena Miller örneklerinden elde edilen ekstraktlara ait antosiyanin dağılımı HPLC cihazı ile belirlenmiştir. Yapılan çalışmada bitki örneklerine ait ekstraktlarda farklı geliş süresine sahip 2 adet antosiyanin piki tespit edilmiştir. Bunlar sırasıyla antosiyanin-1 ve antosiyanin-2 olarak adlandırılmıştır (Ek 13, 14).

Elde edilen pikler LC-MS/MS cihazında teşhis edildiğinde antosiyanin-1 H^+ ile antosiyanin-2 ise Na^{+2} ile pozitif iyonlaşma vermiştir (Ek 15, 16). Gül taç yapraklarında saptanan antosiyaninlerin kromatografik, spektroskopik ve kütle spektral özellikleri Çizelge 4.8'de verilmiştir.

Çizelge 4.8. Taç yapraklarda saptanan antosiyaninlerin kromatografik, spektroskopik ve kütle spektral özellikleri.

Pikler	Rt (dk)	$\lambda_{\max}$ (nm)	Moleküler iyon öncüsü (m/z)	[M] ⁺	Moleküler formül
Antosiyanin-1	17.5	277 – 512	612.16 [M+H] ⁺	611.16	C ₂₇ H ₃₁ O ₁₆
Antosiyanin-2	26	277 – 512	634.15 [M+Na] ⁺²	611.16	C ₂₇ H ₃₁ O ₁₆

Rosa × damascena Miller'ın taç yapraklarının antosiyanin içeriği Çizelge 4.9'da verilmiştir. Örneklerde belirlenen, ortalama antosiyanin-1 ve antosiyanin-2 miktarı sırasıyla, 2111.42 ve 2243.97 mg C3G Eş./ kg KM olarak tespit edilmiştir. En düşük antosiyanin-1 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 1 bahçesi (1040.90 mg C3G Eş./kg KM) olurken, en yüksek antosiyanin-1 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Edremit 1 bahçesi (2927.54 mg C3G Eş./kg KM) olarak saptanmıştır. Antosiyanin-1 içeriği değerlendirildiğinde, bölgeler ve bahçeler arasındaki farkların istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir (p<0.05). Örneklerle ait VK değeri ise %36.00 olarak belirlenmiştir. En düşük antosiyanin-2 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 1 bahçesi (1059.98 mg C3G Eş./kg KM) olurken, en yüksek antosiyanin-2 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Edremit 1 bahçesi (3036.85 mg C3G Eş./kg KM) olarak saptanmıştır. Antosiyanin-2 içeriği değerlendirildiğinde, bölgeler ve bahçeler arasındaki farkların istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir (p<0.05). Örneklerle ait VK değeri ise %38.38 olarak belirlenmiştir.

Çizelge 4.9. Taç yapraklarda saptanan antosiyanin bileşikleri (mg C3G Eş. / kg KM)

Örnekler	Antosiyanin-1	Antosiyanin-2
Edremit 1	2927.54±38.2 ^e	3036.85±0.96 ^d
Edremit 2	2744.59±72.20 ^d	2873.87±53.94 ^d
Edremit 3	2313.61±69.99 ^c	2524.63±26.65 ^c
Şamranaltı 1	1040.90±56.85 ^a	1059.98±12.50 ^a
Şamranaltı 2	1530.47±40.41 ^b	1724.51±8.93 ^b
Ort.±Std.	2111.42±55.54	2243.97±20.60
VK (%)	36.00	38.38

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Aynı sütunda farklı harflerle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir (p<0.05).

4.8. *Rosa × damascena* Miller'a Ait Özellikler Arasındaki Korelasyon

Korelasyon katsayısı, değişkenler arasındaki doğrusal ilişkinin ölçüsüdür. İki değişken arasındaki korelasyon katsayısı, bu iki değişkenin birlikte değişim derecesidir. Yani, iki değişken arasında hesaplanan korelasyon katsayısı yüksek ise bu iki değişkenin birbirine bağlı olduğunu ve birlikte değiştiğini söyleyebilmek mümkündür (Orhan ve Kaşıkçı, 2002). Bu çalışma kapsamındaki tüm fiziksel ve kimyasal analizler arasındaki ilişkiyi istatistiksel olarak belirlemek amacıyla Pearson korelasyon katsayıları belirlenmiştir. Yapılan tüm fiziksel ve kimyasal özelliklere ait Pearson korelasyon katsayıları (r) Şekil 4.2'de verilmiştir.

Gonca ve yaprak ağırlığı arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki saptanmıştır ($r = 0.652$). Bu ilişki istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur ($p < 0.05$). Kuru madde miktarı ile kül ve ÇKM arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır. Bu ilişki istatistiksel olarak anlamlıdır ($p < 0.01$). Kül içeriği ile kuru madde, ÇKM, TFM miktarı ($p < 0.05$) ve antosiyanin 1, antosiyanin 2 içeriği ($p < 0.01$) arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($p < 0.01$). pH ve titrasyon asitliği arasında negatif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($r = -0.458$). Bu ilişki istatistiksel olarak anlamlıdır ($p < 0.05$). TMA ile a^* değeri arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($p < 0.01$). TFM içeriği ile galik asit, antosiyanin 1 ve antosiyanin 2 miktarı arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($p < 0.01$). ABTS miktarı ve TFL içeriği arasında doğrusal bir ilişki vardır ($r = 0.692$) ve bu ilişki istatistiksel olarak anlamlıdır ($p < 0.05$). Aynı zamanda ABTS miktarı ve elajik asit içeriği arasında da pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($r = 0.806$). Bu ilişki istatistiksel olarak anlamlıdır ($p < 0.01$). Antosiyanin 1 ve antosiyanin 2 içerikleri arasında çok yüksek düzeyde bir ilişki söz konusudur ($r = 0.989$). Bu ilişki istatistiksel olarak önemlidir ($p < 0.01$). Renk parametrelerinden L^* değeri ile a^* ve C değerleri arasında negatif, b^* ve h° değerleri arasında ise pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır. Bir diğer önemli renk parametresi olan C değeri ile a^* ve b^* değerleri arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır. Ton açısı olan h° değeri ile b^* arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($r = 0.986$). Bu ilişki istatistiksel olarak önemlidir ($p < 0.01$). Diğer parametreler arasında ilişki tespit edilememiştir.

Correlations																										
	Kuru Madde	Kül	pH	%Asitlik	ÇKM	TMA	TFM	DPPH	ABTS	Askorbik Asit	TFL	Galilik Asit	Kateşin	Elajik Asit	Rutin	Antosyanin 1	Antosyanin 2	L*	a*	b*	C	h*	Gonca Ağrılığı	Yaprak Ağrılığı	Normal Yaprak Ağrılığı	Alan
Kuru Madde	1	0,834**	-0,0703	0,110	0,416*	0,160	0,499	-0,474	-0,213	-0,419	-0,047	-0,579	-0,172	-0,680	-0,236	0,812**	0,787**	0,039	-0,209	-0,428	0,308	-0,480	-0,204	0,039	-0,117	-0,013
Kül	0,834**	1	-0,0233	0,034	0,640*	0,160	0,700*	-0,052	-0,148	-0,388	-0,256	-0,601	-0,218	-0,586	-0,022	0,775**	0,788**	-0,146	-0,047	-0,694	0,535	-0,738	-0,343	-0,173	-0,099	-0,189
pH	-0,070	-0,023	1	-0,458*	0,041	-0,366	-0,586	-0,087	0,340	0,463	-0,116	0,784	0,221	0,332	0,602	-0,401	-0,392	0,707	-0,592	0,457	-0,602	0,328	-0,205	-0,695	-0,694	0,342
%Asitlik	0,110	0,034	-0,458*	1	0,011	0,167	0,115	-0,279	0,054	0,387	0,038	-0,423	-0,155	-0,196	-0,470	0,155	0,136	-0,396	0,261	-0,101	0,267	-0,075	0,220	0,475	0,343	-0,639
ÇKM	0,416*	0,640*	0,041	0,011	1	0,239	0,481	0,164	0,197	-0,256	-0,482	-0,371	-0,656	-0,122	0,038	0,350	0,407	-0,220	0,128	-0,501	0,502	-0,562	-0,205	-0,278	0,251	-0,480
TMA	0,160	0,160	-0,366	0,167	0,239	1	0,365	0,361	0,578	0,014	-0,438	-0,323	-0,814	0,289	-0,453	0,057	0,121	-0,525	0,782**	-0,200	0,506	-0,130	0,336	0,446	0,284	0,156
TFM	0,499	0,700*	-0,586	0,115	0,481	0,365	1	0,252	-0,339	-0,575	-0,097	-0,883**	-0,281	-0,556	-0,308	0,747**	0,775**	-0,551	0,398	-0,804	0,777	-0,739	0,059	0,253	0,499	-0,250
DPPH	-0,474	-0,052	-0,087	-0,279	0,164	0,361	0,252	1	0,194	0,029	-0,173	0,014	-0,314	0,355	-0,011	-0,167	-0,055	-0,230	0,457	-0,100	0,193	-0,021	0,202	-0,058	0,112	0,142
ABTS	-0,213	-0,148	0,340	0,054	0,197	0,578	-0,339	0,194	1	0,558	0,692*	0,441	-0,608	0,806**	0,179	-0,601	-0,558	-0,200	0,465	0,161	0,093	0,125	0,019	-0,080	-0,138	0,048
Askorbik Asit	-0,419	-0,388	0,463	0,387	-0,256	0,014	-0,575	0,029	0,558	1	-0,082	0,568	0,050	0,523	0,126	-0,605	-0,580	0,200	-0,022	0,540	-0,400	0,501	0,329	-0,028	-0,280	-0,008
TFL	-0,047	-0,256	-0,116	0,038	-0,482	-0,438	-0,097	-0,173	0,692*	-0,082	1	-0,070	0,523	-0,549	-0,506	0,299	0,254	0,555	-0,556	0,499	-0,600	0,555	0,209	-0,038	0,115	0,216
Galilik Asit	-0,579	-0,601	0,784	-0,423	-0,371	-0,323	-0,883**	0,014	0,441	0,568	-0,070	1	0,279	0,700	0,566	-0,835	-0,837	0,539	-0,331	0,689	-0,702	0,618	-0,073	-0,451	-0,548	0,394
Kateşin	-0,172	-0,218	0,221	-0,155	-0,656	-0,814	-0,281	-0,314	-0,608	0,050	0,523	0,279	1	-0,288	0,363	-0,051	-0,125	0,414	-0,599	0,190	-0,467	0,174	-0,135	-0,151	-0,367	0,175
Elajik Asit	-0,680	-0,586	0,332	-0,196	-0,122	0,289	-0,556	0,355	0,806**	0,523	-0,549	0,700	-0,288	1	0,409	-0,318	-0,872	-0,136	0,414	0,327	-0,113	0,314	0,130	-0,029	-0,144	0,172
Rutin	-0,236	-0,022	0,602	-0,470	0,038	-0,453	-0,308	-0,011	0,179	0,126	-0,506	0,566	0,363	0,409	1	-0,482	-0,487	0,078	-0,189	-0,152	-0,039	-0,255	-0,372	-0,406	-0,495	0,014
Antosyanin 1	0,812**	0,775**	-0,401	0,155	0,350	0,057	0,747**	-0,167	-0,601	-0,605	0,299	-0,835	-0,051	-0,918	-0,482	1	0,989**	-0,039	-0,166	-0,495	0,350	-0,474	-0,102	0,100	0,171	-0,123
Antosyanin 2	0,787**	0,788**	-0,392	0,136	0,407	0,121	0,775**	-0,055	-0,558	-0,580	0,254	-0,837	-0,125	-0,872	-0,487	0,989**	1	-0,050	-0,122	-0,497	0,369	-0,475	-0,032	0,121	0,163	-0,101
L*	0,039	-0,146	0,707	-0,396	-0,220	-0,525	-0,551	-0,230	-0,200	0,200	0,555	0,539	0,414	-0,136	0,078	-0,039	-0,050	1	-0,891**	0,725*	-0,905**	0,649*	-0,009	-0,516	-0,553	0,497
a*	-0,209	-0,047	-0,592	0,261	0,128	0,782**	0,398	0,457	0,465	-0,022	-0,556	-0,331	-0,599	0,414	-0,189	-0,166	-0,122	-0,891**	1	-0,445	0,734*	-0,348	0,221	0,527	0,500	-0,193
b*	-0,428	-0,694	0,457	-0,101	-0,501	-0,200	-0,804	-0,100	0,161	0,540	0,499	0,689	0,190	0,327	-0,152	-0,495	-0,497	0,725*	-0,445	1	0,920**	0,986**	0,321	-0,157	-0,270	0,456
C	0,308	0,535	-0,602	0,267	0,502	0,506	0,777	0,193	0,093	-0,400	-0,600	-0,702	-0,467	-0,113	-0,039	0,350	0,369	-0,905**	0,734*	0,920**	1	-0,876**	-0,124	0,354	0,457	-0,482
h*	-0,480	-0,738	0,328	-0,075	-0,562	-0,130	-0,739	-0,021	0,125	0,501	0,555	0,618	0,174	0,314	-0,255	-0,474	-0,475	0,649*	-0,348	0,986**	-0,876**	1	0,375	-0,077	-0,175	0,472
Gonca Ağrılığı	-0,204	-0,343	-0,205	0,220	-0,205	0,336	0,059	0,202	0,019	0,329	0,209	-0,073	-0,135	0,130	-0,372	-0,102	-0,032	-0,009	0,221	0,321	-0,124	0,375	1	0,652*	0,270	0,262
Yaprak Ağrılığı	0,039	-0,173	-0,695	0,475	-0,278	0,446	0,253	-0,058	-0,080	-0,028	-0,038	-0,451	-0,151	-0,029	-0,406	0,100	0,121	-0,516	0,527	-0,157	0,354	-0,077	0,652*	1	0,308	0,005
Normal Yaprak Ağrılığı	-0,117	-0,099	-0,694	0,343	0,251	0,284	0,499	0,112	-0,138	-0,280	0,115	-0,548	-0,367	-0,144	-0,495	0,171	0,163	-0,553	0,500	-0,270	0,457	-0,175	0,270	0,308	1	-0,495
Alan	-0,013	-0,189	0,342	-0,639	-0,480	0,156	-0,250	0,142	0,048	-0,008	0,216	0,394	0,175	0,172	0,014	-0,123	-0,101	0,497	-0,193	0,456	-0,482	0,472	0,262	0,005	-0,495	1

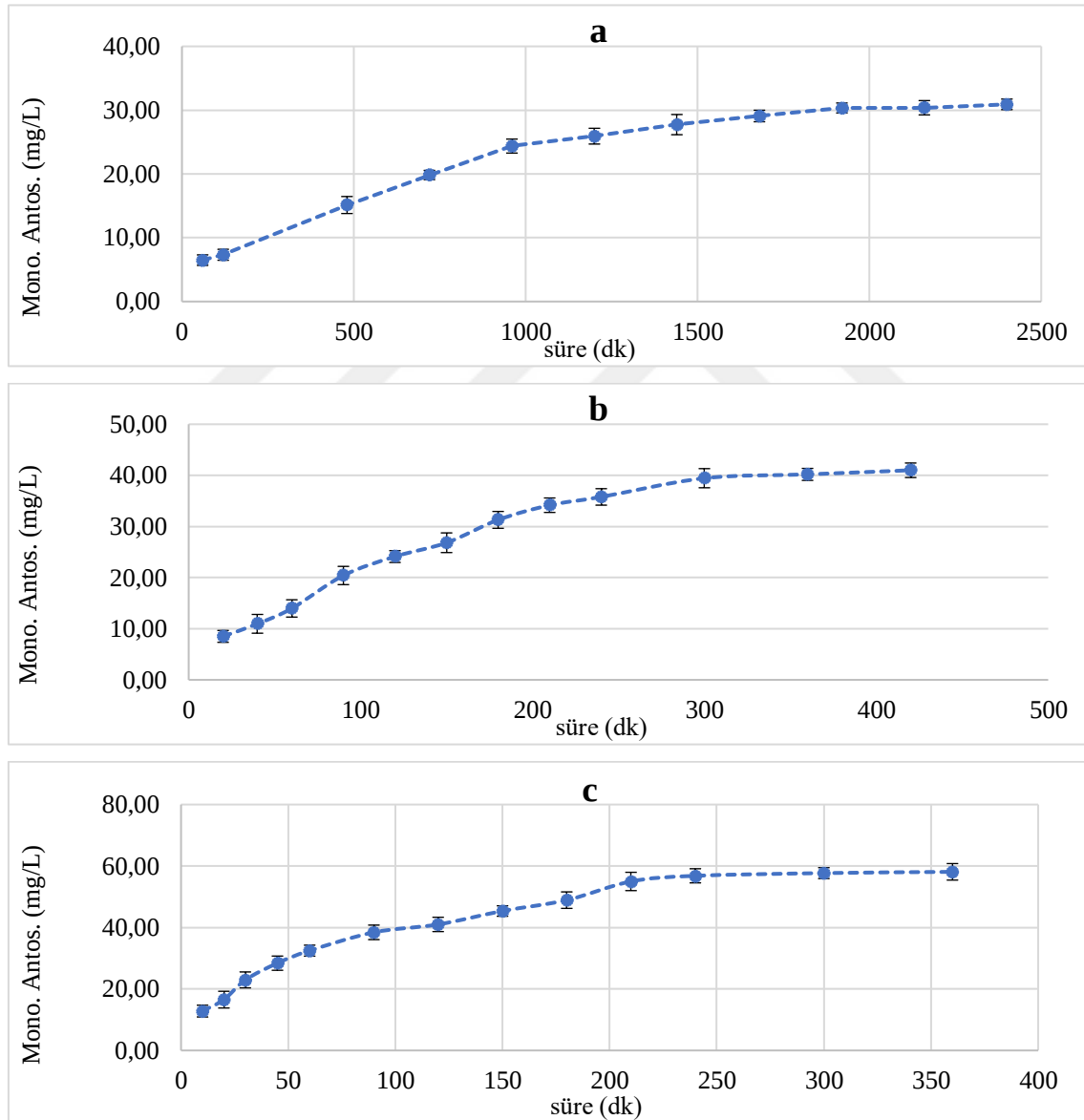
Şekil 4.2. Yapılan tüm fiziksel ve kimyasal özelliklere ait Pearson korelasyon katsayıları.

*Korelasyon $p < 0.05$ derecesinde önemlidir.

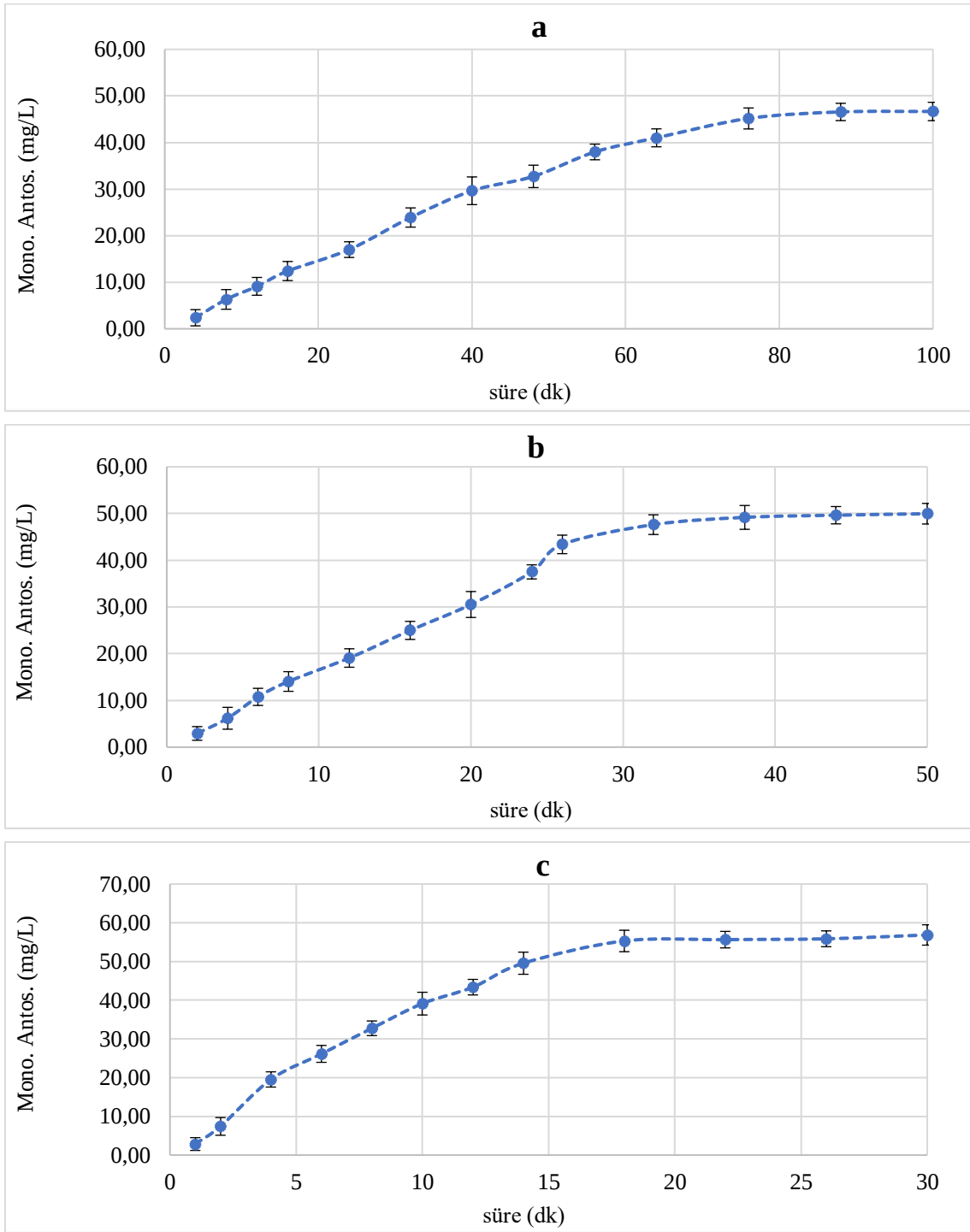
**Korelasyon $p < 0.01$ derecesinde önemlidir.

4.9. *Rosa × damascena* Miller Antosiyanin Ekstraksiyonu

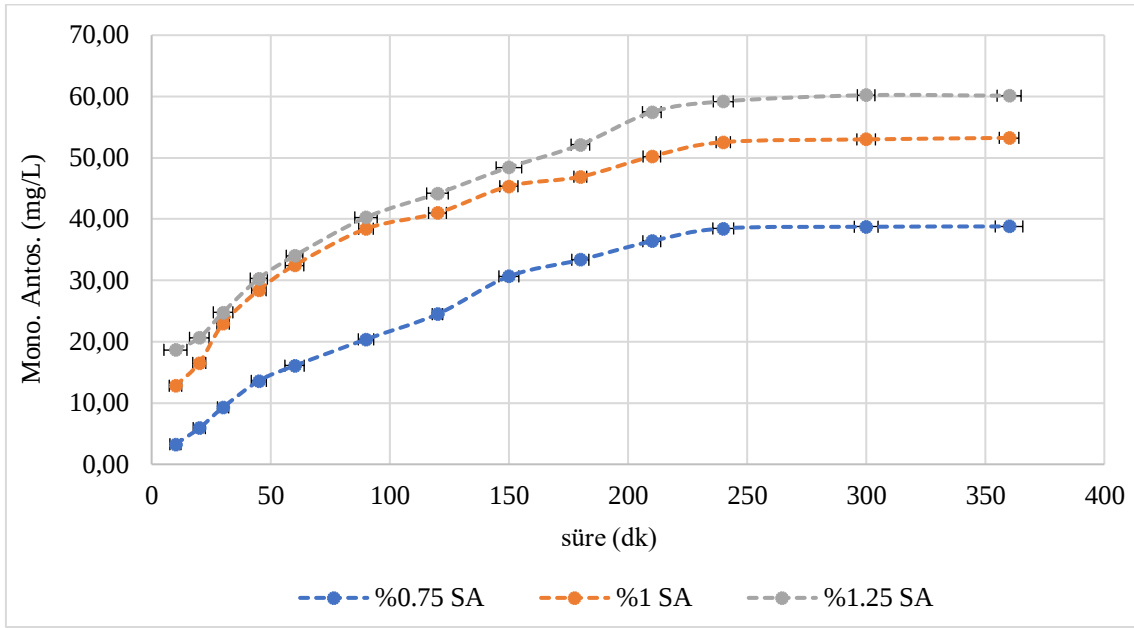
Yapılan ekstraksiyon çalışmalarında pH-diferansiyel yöntemi ile tayin edilen TMA değerleri ekstraksiyon süresine karşı grafiğe geçirilmiştir. Taç yapraklar farklı sıcaklık, süre ve asitlik oranı ile klasik ekstraksiyona ve farklı ultrasonik genlik, süre ile ultrasonik ekstraksiyona tabi tutulmuştur. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.3, 4.4 ve 4.5'te verilmiştir.



Şekil 4.3. Klasik ekstraksiyon boyunca farklı sıcaklıklardaki TMA geçişi (a = 20 °C’de gerçekleştirilen klasik ekstraksiyon, b = 40 °C’de gerçekleştirilen klasik ekstraksiyon, c = 60 °C’de gerçekleştirilen klasik ekstraksiyon).



Şekil 4.4. Ultrasonik ekstraksiyon boyunca farklı genliklerdeki TMA geçişi (a = %50 genlikte gerçekleştirilen ultrasonik ekstraksiyon, b = %75 genlikte gerçekleştirilen ultrasonik ekstraksiyon, c = %100 genlikte gerçekleştirilen ultrasonik ekstraksiyon).



Şekil 4.5. Klasik ekstraksiyon boyunca 60 °C’de çözücüdeki farklı asit oranlarına bağlı TMA geçişi.

Ekstraksiyon debisi, çözünebilen bileşenin belirlenen süre içerisinde bir fazdan diğer faza iletiminin bir ölçüsüdür. Ekstraksiyon debisi için hesaplanan değerler Çizelge 4.10’da verilmiştir. Klasik ekstraksiyon için hesaplanan kütle transfer katsayıları 0.068 – 1.092 mL/cm² dk aralığındadır. Klasik ekstraksiyona ait katsayılar istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, farklı sıcaklık uygulamalarının (20, 40 ve 60 °C) istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir ($p < 0.05$). Ancak farklı asitlik uygulamalarının (%0.75, 1 ve 1.25) istatistiksel açıdan önemsiz olduğu tespit edilmiştir ($p > 0.05$). Klasik ekstraksiyon örneklerine ait VK değerlerinin ise %2.62 - 12.48 aralığında olduğu belirlenmiştir. Ultrasonik ekstraksiyon için hesaplanan kütle transfer katsayıları 2.178 - 7.812 mL/cm² dk aralığındadır. Ultrasonik ekstraksiyona ait katsayılar istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, farklı genlik uygulamalarının (%50, 75 ve 100 ultrason genliği) istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir ($p < 0.05$). Ultrasonik ekstraksiyon örneklerine ait VK değerlerinin ise %0.29 - 2.29 aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir.

Çizelge 4.10. Farklı ekstraksiyon metotları ve koşulları ile yapılan antosiyanin ekstraksiyonuna ait kütle transfer katsayıları* (mL/cm² dk)

Klasik ekstraksiyon	Sıcaklık	Süre	Çözücü asitlik düzeyi	Kütle transfer katsayısı (Ort.±Std.)	VK (%)
	20 °C	48 sa.	%1 SA	0.068±0.004 ^a	2.62
	40 °C	7 sa.	%1 SA	0.324±0.004 ^b	12.48
	60 °C	6 sa.	%0.75 SA	0.730±0.042 ^A	11.62
			%1 SA	0.922±0.015 ^{cAB}	3.22
			%1.25 SA	1.092±0.066 ^B	12.17

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Sıcaklık uygulamaları arasındaki fark aynı sütunda küçük harfler ile verilmiştir. Asitlik uygulamaları arasındaki fark aynı sütunda büyük harfler ile verilmiştir. Farklı harfle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir (p<0.05).

Ultrasonik ekstraksiyon	Genlik	Süre	Çözücü asitlik düzeyi	Kütle transfer katsayısı (Ort.±Std.)	VK (%)
	%50	100 dk.	%1 SA	2.178±0.013 ^a	1.17
	%75	50 dk.	%1 SA	3.822±0.044 ^b	2.29
	%100	30 dk.	%1 SA	7.812±0.011 ^c	0.29

Değerler ortalama±standart sapma şeklinde verilmiştir. Farklı ultrasonik genlik uygulamaları arasındaki fark aynı sütunda küçük harfler ile verilmiştir. Farklı harfle gösterilen ortalamalar arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir (p<0.05).

* Kütle transfer katsayıları hesabı için hacim (V) 160 mL, Şamranaltı 2 bahçesine ait alan (A) ise 6.12 cm² kabul edilmiştir. Taç yapraklara ait kalınlık ihmal edilmiştir.



5. TARTIŞMA VE SONUÇ

5.1. *Rosa* × *damascena* Miller’ın Bazı Fiziksel Özellikleri

5.1.1. *Rosa* × *damascena* Miller’ın gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanı

Hasat koşullarına bağlı olarak, bitki gelişimini normal olarak tamamlamış, toprakta bulunan su ve suda erimiş besin maddelerini rahatlıkla alabilmiş ve fotosentez herhangi bir sekteye uğramamış ise yaprak ağırlığı gibi bazı fizyolojik özelliklerde artış gözlemlenmektedir (Uyan, 2011). Çalışmada gül bitkisinden elde edilen bazı fiziksel analiz sonuçları değerlendirildiğinde; gonca ağırlığının en düşük olduğu bahçe Edremit 1 (4.24 g), en yüksek olduğu ise Edremit 2 (5.21 g) bahçesidir. Goncalardaki yaprak ağırlığı en düşük Edremit 3 (2.15 g), en yüksek Edremit 2 (2.75 g) bahçelerinde yetişen bitkilerde tespit edilmiştir. Bu çalışmada elde edilen gonca ve yaprak ağırlıkları literatürdeki verilerle karşılaştırıldığında; Velioğlu (1990) Isparta gülüne ait gonca ağırlığını 2.14 g, goncadaki yaprakların ağırlığını ise 1.58 g olarak belirlemiştir. Zeinali ve ark. (2009) ise İran’ın farklı bölgelerinden topladıkları *Rosa damascena* bitkisine ait taze gonca ağırlığının 1.0 – 2.4 g aralığında, taze taç yaprak ağırlığının ise 0.9 - 1.3 g aralığında değişim gösterdiğini bildirmişlerdir. Literatürde bildirilen değerlerin, bulduğumuz değerlerden oldukça düşük olduğu görülmektedir. Bu durum, tür, coğrafi koşullar, iklim ve yetiştirme koşullarındaki farklılıkların fiziksel özellikler üzerindeki etkisinden kaynaklanıyor olabilir.

Bitkilerin ışıktan yararlanması yani verim, yaprak alanı ile ilgilidir. Dolayısıyla bitkilerde büyüme ve gelişmenin önemli göstergelerinden biri, yaprak alanı ölçümüdür (Öner ve Sezer, 2007). Yapmış olduğumuz çalışmada, gül yapraklarının alanlarının 5.87 - 6.18 cm² aralığında değiştiği ve örnekler arasındaki farkın istatistiksel olarak önemsiz olduğu sonucuna varılmıştır (p>0.05). Kuiper ve ark. (1995) tarafından yapılan çalışmada, Madelon güllerine ait petal alanları ölçülmüştür. Petallerin alanlarının 580 - 1010 mm² aralığında değişim gösterdiği bildirilmiştir. Tarafımızdan belirlenen değerler de bu aralıkta yer almaktadır. Örneklerin incelenen gonca ve yaprak ağırlıkları ile yaprak alanlarına ait VK değerleri %16.11 - 18.39 aralığında değişmektedir. Birbirine yakın VK değerlerine sahip olmaları nedeniyle benzer aralıkta değişim gösterdikleri söylenebilir.

5.1.2. *Rosa × damascena* Miller'in renk parametre deęerleri

Bitkilerin fotosentez mekanizmasında rol alan klorofil ve karotenoid gibi fotosentetik pigmentler ve antioksidan özellik taşıyan antosiyanin grubu pigmentler yansıttıkları ışınlar ile bitkilerde renk oluşumunu sağlar. Bitki rengini etkileyen başlıca etken genetik faktörler olmakla birlikte sıcaklık, ışık, yağış ve atmosferik gaz yoğunlukları gibi iklimsel faktörler ayrıca toprak nitelięi, olgunluk düzeyi, yetiştirme teknięi ve stres durumu, bitki büyümesini düzenleyici maddeler, budama, gübreleme gibi faktörlerdir. Ayrıca hava kirlilięi ve yağmur gibi dięer etkenler de bitkinin ışık almasını azaltarak dolaylı olarak renge etki etmektedir. Gübrelemedeki aşırı azotun etkisi ve yanlış budama da sıcaklık dağılımını olumsuz etkileyerek renklenmeyi olumsuz etkilemektedir (Karakurt ve Aslantaş, 2008; Şener, 2012).

Taze taç yapraklara ait renk parametreleri deęerlendirildięinde, L^* parametresi ile tanımlanan gül yapraklarının renk açıklıęı üzerinde bölge ve bahçelerin önemli bir etkisi olduęu tespit edilmiştir. En yüksek L^* deęeri Edremit 3 bahçesinde (65.06), en düşük L^* deęeri ise Edremit 1 bahçesinde (47.79) belirlenmiştir. Renkte kırmızılıęın göstergesi olan pozitif a^* deęeri en yüksek Şamranaltı 2 bahçesinde (41.44), en düşük Edremit 3 bahçesinde (26.79) belirlenmiştir. Mavilięin göstergesi olan negatif b^* deęeri ise en yüksek Edremit 3 bahçesinde (-9.88), en düşük Edremit 1 bahçesinde (-46.20) belirlenmiştir. Mavi ve kırmızı rengin yoğunluęu antosiyaninlerin varlıęından kaynaklanmış olabilir. Antosiyaninler, kırmızıdan mavi renge kadar deęişim göstermektedir (Mazza ve Miniati, 1993). Renkte doęunluęun bir göstergesi olan kroma (C) deęeri, en yüksek Edremit 1 bahçesinde (60.83), en düşük Edremit 3 bahçesinde (28.56) belirlenmiştir. Ton açısı olarak bilinen h° deęeri, 270° 'den 360° 'ye doęru deęişen h° deęeri, maviden kırmızıya doęru bir renk geçişinin göstergesidir. En yüksek h° deęeri Edremit 3 örneęinde 339.72 olarak, en düşük ise Edremit 1 örneęinde 315.85 olarak hesaplanmıştır. *Rosa damascena* Miller bitkilerinin kırmızı renge çok daha yakın olduęu söylenebilir.

Şengül ve ark. (2017) Isparta'da yetişen *Rosa damascena* Mill.'a ait L^* , a^* ve b^* deęerlerini sırasıyla 38.98, 17.30 ve -3.44 olarak belirlemişlerdir. Belirlenen bu sonuçlar bulunduęumuz sonuçlarla karşılaştırıldığında, L^* ve a^* deęerleri bizim bulunduęumuz deęerlerden oldukça düşük, b^* deęeri ise daha yüksektir. Kumar ve ark. (2017) tarafından

yapılan çalışmada, Hindistan’da yetişen *Rosa damascena* gülünün taç yapraklarına ait L^* , a^* ve b^* değerleri sırasıyla 53.54, 17.25, -0.6 olarak bildirilmiştir. L^* değeri bizim değer aralığımızdayken, a^* değeri bizim değerlerimizden düşük, b^* değeri ise oldukça yüksek bulunmuştur. Li ve ark. (2018) tarafından yapılan çalışmada Çin’de yetişen *Rosa rugosa* türünün taç yapraklarına ait renk parametreleri belirlenmiştir. Türe ait L^* , a^* , b^* , C ve h° değerleri sırasıyla 28.09, 30.42, -12.64, 32.91 ve 337.68 olarak verilmiştir. Bildirilen bu sonuçlar elde ettiğimiz sonuçlarla karşılaştırıldığında, L^* değerinin daha düşük, diğer parametrelerin ise belirlenen aralıklar dâhilinde olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma kapsamında *Rosa × damascena* Miller bitkisine ait tüm renk parametreleri (L^* , a^* , b^* , C ve h°) açısından bölgeler ve bahçeler arasındaki farklılık önemlidir ($p<0.05$). Örneklere ait VK değerleri ise %2.50 - 53.56 aralığında değişmektedir. En yüksek VK değerine sahip olan b^* parametresinin (%53.56), diğer parametrelere göre daha yüksek değişkenlik gösterdiğini söylemek mümkündür.

5.2. *Rosa × damascena* Miller’in Bazı Kimyasal Özellikleri

5.2.1. *Rosa × damascena* Miller’in kuru madde, ÇKM ve kül içeriği

Çalışmada kapsamında taze bitkilerin kimyasal analizlere ait sonuçları değerlendirildiğinde; incelenen bitkilerden en düşük KM içeriği Şamranaltı 1 bahçesinde (%17.40), en yüksek KM içeriği ise Edremit 1 bahçesinde (%19.43) belirlenmiştir. Bu çalışmada elde edilen KM değerlerini literatürdeki verilerle karşılaştırdığımızda; Şengül ve ark. (2017) gül taç yaprakların KM içeriğini %18.43 olarak bulmuşlardır. Bildirilen değer bulduğumuz sonuç aralığındadır. Velioğlu (1990) tarafından yapılan bir çalışmada taze gül yapraklarında %19.32 KM bulunduğu belirlenmiştir. Tarafımızdan bulunan değerler, Edremit 1 bahçesi haricinde bu değerden bir miktar düşüktür. Kumar ve ark. (2017), *Rosa damascena* taç yapraklarına ait nem değerini %86 olarak bildirmişlerdir. Sonuçlar karşılaştırıldığında, bildirilen örneğin KM içeriği bu çalışma kapsamında bildirilen değerlerden düşüktür.

Bitkilerin ÇKM içeriklerine bakıldığında; değerlerin %11.00 ile %11.20 arasında değiştiği görülmektedir. Şengül ve ark. (2017) gül taç yaprakların ÇKM içeriğini %10.35 olarak bildirmişlerdir. Bu değer, çalışmamızda tespit edilen bahçelere ait örneklerin ÇKM

değerlerinden bir miktar daha düşüktür. Velioğlu (1990) taze gül yapraklarının ÇKM değerini %11 olarak belirlemiştir. Bu değer ise bitkilerin ÇKM değerlerine oldukça yakındır. Kumar ve ark. (2017), *Rosa damascena* taç yapraklarına ait ÇKM değerini %8.37 olarak tespit etmişlerdir. Bu değer çalışmamızda belirlenen ÇKM miktarına oranla oldukça düşüktür.

Bu çalışma kapsamında, *Rosa damascena* Miller bitkilerinin kül içeriği %2.78 - 3.69 aralığında bulunmuştur. Elde edilen kül değerleri literatürde verilen *Rosa damascena* Mill. bitkisine ait verilerle karşılaştırılmıştır. Velioğlu (1990) tarafından bildirilen kül içeriği (%0.63) ve Şengül ve ark. (2017) tarafından bildirilen kül içeriği (%0.90) ile kıyaslandığında, tarafımızdan belirlenen değer bu değerlerden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kumar ve ark. (2017) ise *Rosa damascena* taze taç yapraklarına ait kül içeriğini %0.36 olarak bildirmişlerdir. Tarafımızdan bulunan değerler, bu değerden daha yüksektir. Vijayanchali (2017) yapmış olduğu çalışmada, *Rosa damascena* yapraklarının kül içeriğini (0.4 g/100 g KM) çalışmamızda saptanan değerlerden daha düşük bulmuşlardır.

Analiz edilen gül yapraklarının kuru madde, ÇKM ve kül özelliklerine ait VK değeri %0.97 - 9.42 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Bunun sonucunda % kül değerlerinin, % KM ve ÇKM değerlerine göre daha geniş bir aralıkta değiştiği görülmektedir.

Bitki fizyolojisi içsel ve çevresel faktörlerden etkilenmektedir. Genetik farklılıklar, biyotik ve abiyotik faktörler bitkilere ait fiziksel ve kimyasal özellikleri etkilemektedir. Büyüme ve gelişme esnasında etki eden farklı sıcaklık, ışık şiddeti ve nem miktarı gibi iklimsel faktörler bitkinin fizikokimyasal özelliklerinde değişimlere neden olmaktadır. Bu faktörler, bitkinin kuru madde birikimi ve büyüme parametrelerini etkilemektedir (Koca ve Turgut, 2012). Bitkilerin aynı türlerinde dahi görülen bileşim farklılığı üzerine sayısız faktör etkili olmaktadır. Fizikokimyasal özelliklere ait sonuçlar ile literatür arasındaki farklılıklar büyük ölçüde bu faktörlerden kaynaklanmaktadır.

5.2.2. *Rosa × damascena* Miller'ın pH ve titrasyon asitliği

Bitkilerin pH ve titrasyon asitliği sonuçları incelendiğinde, pH değerinin 5.21 ile 5.65 arasında, titrasyon asitliğinin ise 0.104 – 0.117 mg/100 g aralığında değiştiği tespit

edilmiştir. pH açısından bitkiler arasındaki farklılık istatistiksel olarak önemli iken titrasyon asitliği açısından anlamlı bir fark tespit edilememiştir. Bahçelerden Edremit 2'den alınan örnekler daha düşük pH ile diğer bahçelere göre bir miktar daha yüksek asitlik göstermiştir. Kumar ve ark. (2017) taze gül taç yapraklarının pH değerini 5.47 olarak bildirmişlerdir. Bu değer, çalışma kapsamında bildirilen değerlere ait aralıktadır. Şengül ve ark. (2017) taze gül yapraklarının asitliğini %0.99 ve pH değerini 5.30 bulmuşlardır. Çalışmada bulunan pH değerleri, Şengül ve ark. (2017) tarafından bildirilen değerlere benzerlik gösterirken, titrasyon asitliği daha düşüktür. Velioğlu (1990) güllere ait taç yaprakların titrasyon asitliğini %0.64, pH değerini ise 5.92 olarak bildirmiştir. Tarafımızdan bulunan değerler, Velioğlu (1990) tarafından bildirilen değerler ile karşılaştırıldığında hem titrasyon asitliği hem de pH'ya ait verilerin daha düşük olduğu görülmektedir. Bulduğumuz değerler ile literatürde bildirilen değerler arasındaki farklılıklar, bitkiye büyüme ve gelişme esnasında etki eden iklimsel faktörler, toprak özellikleri, çeşit ve yetiştirme tekniklerinden kaynaklanmış olabilir. Ayrıca örnekler ait VK değerleri pH ve titrasyon asitliği için sırasıyla %3.34 ve 9.72 olarak belirlenmiştir. Farklı bahçelere ait örneklerin pH değerleri titrasyon asitliğine göre daha az bir değişkenlik göstermiştir.

5.3. *Rosa × damascena* Miller'ın L-Askorbik asit İçeriği

Yaptığımız çalışmada gül yapraklarının L-askorbik asit içeriğinin 957.08 - 1740.48 mg/kg KM aralığında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Şengül ve ark. (2017) yapmış oldukları çalışmada, taze *Rosa damascena* taç yapraklarının L-askorbik asit içeriğini (45 mg/100 g) çalışmamızda saptanan değerlerden daha yüksek bulmuşlardır. Velioğlu (1990) ise yaptığı çalışmada *Rosa damascena* taç yaprağında askorbik asit miktarını spektrofotometrik yöntem ile 91.52 mg/100 g olarak tespit etmiştir. Prata ve ark. (2017) yapmış oldukları çalışma ile Brezilya'da yetiştirilen, yenilebilir çiçek grubundaki on üç farklı gül çeşidine ait askorbik asit miktarını titrimetrik yöntem ile ortalama olarak 70.47 mg/100 g bulmuşlardır. Kumar ve ark. (2017) ise taze *Rosa damascena* gülü taç yapraklarının askorbik asit değerini 293.37 mg/100 g olarak bildirmişlerdir. Tarafımızdan belirlenen sonuçlar yaş örnek bazında değerlendirildiğinde, literatürde verilen sonuçlar çalışmamızda bulduğumuz değerlerden daha yüksektir.

Askorbik asit için bulduğumuz değerler ile literatürde bildirilen değerler arasındaki farklılıklar analiz yöntemleri arasındaki farklılıklardan kaynaklanabilir. Aynı zamanda askorbik asit miktarı, bitkinin yetiştiği rakıma, ekolojik şartlara, bitkinin tür ve çeşidine, hasat zamanına, işleme teknolojisine (Ercişli, 1996) ve bitkinin hasat şekline göre değişim göstermektedir (Munzuroğlu ve ark., 2000). Tarafımızdan bildirilen sonuçlar ile literatür arasındaki farklılık, söz konusu durumlardan kaynaklanmış olabilir. L-askorbik asit içeriğine ait VK değeri ise %27.59 olarak belirlenmiştir.

5.4. *Rosa × damascena* Miller'ın TMA İçeriği

Bu çalışmada pH diferansiyel yöntemi ile yapılan analiz sonucunda, taze gül yapraklarının toplam antosiyanin miktarı 403.90 – 595.94 mg C3G Eş./100 g KM aralığında bulunmuştur. TMA içeriğine ait VK değeri ise %15.18 olarak belirlenmiştir. Velioğlu (1990), taze *Rosa damascena*'da toplam antosiyanin konsantrasyonunun 285 mg/kg düzeyinde olduğunu belirlemiştir. Şengül ve ark. (2017) taze *Rosa damascena* güllerinin TMA değerini 155.31 mg/100 mL olarak belirlemişlerdir. Kalcheva-Karadzhova ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada Bulgaristan'da yetişen kurutulmuş *Rosa damascena* Miller'ın TMA miktarını 12.6 mg siyanidin-3-glukozit/100 g olarak bildirmişlerdir. Kumar ve ark. (2017) tarafından yapılan çalışmada ise taze *Rosa damascena* taç yapraklarının 98.64 mg/100 g TMA içerdiği bildirilmiştir. Tarafımızdan belirlenen TMA değerleri yaş örnek bazında değerlendirildiğinde, literatürde verilen bu değerlerin tümünden oldukça yüksektir. Antosiyaninlerin miktar ve içerikleri, ortamın pH değerine göre değişim göstermektedir. Hava sıcaklığının çok düşük veya çok yüksek olması, aşırı veya yetersiz yağışlar ve fazla sulama yapılması antosiyaninleri olumsuz yönde etkilemektedir (Şengül, 2017). Bütün bunlar, Van bölge ve bahçelerinin sahip olduğu sıcaklık, yağış miktarı gibi faktörlerin antosiyanin birikimi için oldukça elverişli olduğunun bir göstergesi olabilir.

5.5. *Rosa × damascena* Miller'ın Toplam Fenolik Madde ve Toplam Flavonoid İçeriği ile Antioksidan Aktivitesi

Farklı bahçe ve bölgelerden toplanan güllerin TFM içeriklerinin 3747.16 - 5338.07 mg GAE/100 g KM aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Bu çalışmadaki

sonular literat rle karşılaştırılırken, taze  rneklerde verilen literat r deęerleri iin sonularımız yaşı  rnek bazında hesaplanarak deęerlendirilmiřtir. Kovatcheva-Apostolova ve ark. (2008) taze *Rosa damascena* bitkisinin TFM ierięini 7.9 mg GAE/g KM olarak belirlemiřlerdir. Kalcheva-Karadzhova ve ark. (2014) tarafından yapılan alıřmada Bulgaristan’da yetiřen kurutulmuř *Rosa damascena* Miller yapraklarının TFM deęeri 308 mg GAE/100 g KM olarak bildirilmiřtir. Sivaraj ve ark. (2019) Hindistan’da yetiřen *Rosa damascena*’nın taze sulu ekstresine ait TFM ierięini 110.065  g GAE/mg olarak bulmuřlardır. řeng l ve ark. (2017) Isparta’da yetiřen taze *Rosa damascena* g llerine ait TFM miktarını 481.54  g GAE/mg  rnek olarak bildirmiřlerdir. Kumar ve ark. (2017) Hindistan’ın Ludhiana kentinden temin ettikleri *Rosa damascena* g l n n taze ta yapraklarının TFM miktarını 2230 mg GAE/100 g olarak tespit etmiřlerdir.  zkan ve ark. (2004) Isparta’da bulunan g l bahelerinden topladıkları *Rosa damascena* t r n n taze ta yaprakları ekstraktlarına ait TFM deęerini 276.02 mg GAE/g olarak bildirmiřlerdir. alıřmamızda elde edilen ortalama TFM miktarları, yukarıda anılan alıřmalar ile karşılaştırıldığında Kovatcheva-Apostolova ve ark. (2008) ile Kalcheva-Karadzhova ve ark. (2014) tarafından bildirilen deęerlerden daha y ksek ancak dięer alıřmalara g re daha d ř k bulunmuřtur. Dudonne ve ark. (2009) *Rosa damascena* ieklerinin TFM miktarını 124.86 mg GAE/g olarak bildirmiřlerdir. Dudonne ve ark. (2009) tarafından bildirilen deęer, řamranaltı 2  rneęine ait TFM miktarından bir miktar d ř k ancak dięerlerinden y ksektir. Fenolik bileřiklerin, bitkinin t r veya eřidinden, yetiřtirildięi iklim kořullarından, olgunluk d zeyinden etkilendięi bilinmektedir (řeng l, 2017). Toplam fenolik madde miktarı ile literat r arasındaki fark bu kořullardaki farklılıklardan kaynaklanmıř olabilir.

alıřmada *Rosa damascena* Miller bitkisine ait TFL ieriklerinin 72.09 - 98.81 mg Ku/g KM aralıęında deęiřtięi tespit edilmiřtir. Rezvani-Kamran ve ark. (2017) İran’da yetiřen taze *Rosa damascena* bitkisinin TFL ierięini 1240 mg Ku/100 g olarak belirlemiřlerdir. Sivaraj ve ark. (2019) Hindistan’da yetiřen *Rosa damascena*’nın taze sulu ekstresine ait TFL ierięini ise 176.00  g Ku/mg olarak bulmuřlardır. Bildirilen bu deęerlerle karşılaştırıldığında alıřmamızdaki TFL deęerleri, Rezvani-Kamran ve ark. (2017) tarafından bildirilen deęerden y ksek, Sivaraj ve ark. (2019) tarafından bildirilen deęerden daha d ř kt r.

Bu çalışma kapsamında *Rosa damascena* Miller bitkisine ait en düşük DPPH değeri 1542.56 mmol Trol. Eş./g KM ile Edremit 3 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilirken en yüksek DPPH değeri 1721.13 mmol Trol. Eş./g KM ile Şamranaltı 2 bahçesinden toplanan örneklerde tespit edilmiştir. Örneklerden en düşük ABTS değerinin Edremit 3'te en yüksek ABTS değerinin ise Şamranaltı 2'de olduğu belirlenmiştir. İncelenen bitki örneklerinin ABTS değerleri 374.55 - 411.39 mmol Trol. Eş./g KM arasında olduğu saptanmıştır. Kalcheva-Karadzhova ve ark. (2014) tarafından yapılan çalışmada Bulgaristan'da yetişen ve kurutulmuş olarak analiz edilen *Rosa damascena* Miller'in DPPH değeri 2163 μ mol Trol. Eş./100 g KM olarak bildirilmiştir. Bildirilen bu değer çalışmamızdaki DPPH değerlerinden (1542.56 - 1721.13 mmol Trol. Eş./g KM) daha düşük olduğu belirlenmiştir. Bitkilerin antioksidan kapasitesi metabolik, enzimatik ve mikrobiyal faaliyetler, solunum, terleme, sıcaklık, hasat, taşıma gibi faktörlerin etkisi sonucunda olumsuz değişimlere maruz kalabilir (Lindley, 1998). Antioksidan aktivite literatürle karşılaştırıldığında, tarafımızdan belirlenen sonuçların daha yüksek olduğu görülmektedir. Karşımıza çıkan bu farklılıklar yukarıda bildirilen faktörlerin bir sonucu olabilir.

Örneklerde TFL sonuçları için hesaplanan VK değeri (%13.28), diğer sonuçlara göre daha yüksek bulunmuştur. Bu da TFL değerlerinin TFM, DPPH ve ABTS sonuçlarına göre daha geniş bir aralıkta yayılım gösterdiğini ortaya koymaktadır. VK değerleri ve dolayısıyla değişkenlik genel olarak düşüktür. Özellikle ABTS miktarına ait VK değeri (%3.60) oldukça düşük bulunmuştur.

5.6. *Rosa* $\times$ *damascena* Miller'da Fenolik Madde Dağılımı

Çalışmada farklı bahçe ve bölgelerden toplanan *Rosa damascena* Miller bitkisinin fenolik madde dağılımı incelendiğinde; gallik asit miktarının 19.57 - 48.66 mg/kg KM, kateşin miktarının 137.64 - 279.33 mg/kg KM, elajik asit miktarının 103.27 - 436.38 mg/kg KM ve rutin miktarının ise 1155.97 - 2501.34 mg/kg KM değerleri arasında değiştiği saptanmıştır. En yüksek gallik asit miktarına Şamranaltı 2 (48.66 mg/kg KM), en düşük değere ise Edremit 1 örneğinin (19.57 mg/kg KM) sahip olduğu belirlenmiştir. En yüksek kateşin miktarına Edremit 3 (279.33 mg/kg KM), en düşük değere ise Şamranaltı 2 örneğinin (137.64 mg/kg KM) sahip olduğu belirlenmiştir. En yüksek elajik

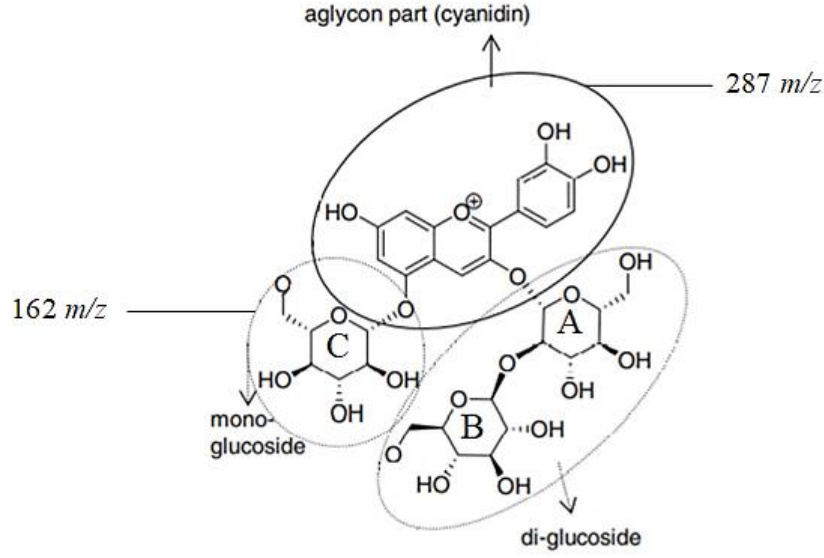
asit miktarına Şamranaltı 2 (436.38 mg/kg KM), en düşük değere ise Edremit 1 örneğinin (103.27 mg/kg KM) sahip olduğu belirlenmiştir. En yüksek rutin miktarına Şamranaltı 1 (2501.34 mg/kg KM), en düşük düzeye ise Edremit 2 örneğinin (1155.97 mg/kg KM) sahip olduğu belirlenmiştir.

Kalcheva-Karadzhova ve ark. (2014) tarafından yapılan çalışmada, *Rosa damascena* Miller'in kateşin miktarı 3.1 mg/g KM olarak bildirilmiştir. Baydar ve Baydar (2013), *Rosa damascena* bitkisine sıcak (60 °C) ve soğuk (40 °C) olmak üzere 2 ayrı ekstraksiyon yöntemi uygulamışlar ve ekstraktlarda gallik asit miktarını sırasıyla 1.91 mg/g KM ve 0.72 mg/g KM olarak saptamışlardır. Yaptığımız çalışmada bulunan gallik asit miktarları, bildirilen değerlerden daha düşük bulunmuştur. Abdel-Hameed ve ark. (2016) tarafından, *Rosa damascena* Miller varyetesi olan ve Arabistan'da yetişen taze Taif güllerine ait gallik asit (10.01 mg/g), kateşin (17.78 mg/g) ve rutin (68.86 mg/g) miktarlarını bildirilmiştir. Belirtilen rutin miktarı (68.86 mg/g) tarafımızdan bulunan değerlerden daha yüksektir. Cendrowski ve ark. (2017), *Rosa damascena* ile aynı cinsten olan *Rosa rugosa* bitkisinin fenolik madde dağılımını 2 farklı hasat döneminde incelemişlerdir. Elajik asit miktarını 47.30 - 50.90 mg/100 g yaş ağırlık aralığında, kateşin miktarını ise 177.60 mg/100 g yaş ağırlık olarak tespit etmişlerdir. Demir ve ark. (2014) *Rosa L.* cinsinden *Rosa dumalis* ve *Rosa gallica*'nın gallik asit ve kateşin miktarlarının sırasıyla 7.70 - 7.88 ve 7.18 - 8.48 µg/g KM aralığında değiştiğini bildirmişlerdir. Çalışma kapsamında belirlenen *Rosa damascena* Miller bitkisine ait kateşin miktarları, Kalcheva-Karadzhova ve ark. (2014), Abdel-Hameed ve ark. (2016) ve Cendrowski ve ark. (2017) tarafından bildirilen kateşin miktarları (sırasıyla 3.1 mg/g KM, 17.78 mg/g ve 177.60 mg/100 g yaş ağırlık) ile çalışmamızın sonuçları karşılaştırıldığında genel olarak daha düşük olmasına karşın Demir ve ark. (2014) tarafından bildirilen kateşin miktarlarından (7.70 - 7.88 ve 7.18 - 8.48 µg/g KM) daha yüksek bulunmuştur. Bu çalışma kapsamında belirlenen Şamranaltı 1 ve 2 bahçelerine ait bitkilerin elajik asit içeriği Cendrowski ve ark. (2017) tarafından bildirilen elajik asit miktarından (47.30 - 50.90 mg/100 g yaş ağırlık) oldukça yüksektir. Örneklere ait gallik asit, kateşin, elajik asit ve rutin bileşikleri için hesaplanan VK değerleri %18.07 - 65.76 aralığında değişmektedir. Diğer fenolik bileşikler birbirine yakın VK değerlerine sahipken, özellikle elajik asit sonuçları için hesaplanan VK değeri (%65.76), diğer fenolik madde sonuçlarına göre daha yüksek bulunmuştur. Elajik asit miktarı tespit edilen diğer fenolik maddelere göre daha geniş bir

aralıkta yayılım göstermektedir. Bu durum Şamranaltı bölgesindeki örnekler için elajik asit miktarlarının, Edremit bölgesindeki örneklerin içerdiği elajik asit miktarlarından oldukça yüksek bulunmasından kaynaklanmaktadır.

5.7. *Rosa × damascena* Miller’ın Antosiyanin Dağılımı

Bitki örneklerinden elde edilen ekstraktlara ait antosiyanin dağılımı HPLC cihazı ile belirlenmiştir. Yapılan çalışmada bitki örneklerine ait ekstraktlarda farklı geliş süresine sahip 2 farklı antosiyanin piki tespit edilmiştir. Bunlar tarafımızdan geliş sıraları doğrultusunda antosiyanin-1 ve antosiyanin-2 olarak adlandırılmıştır. Tarafımızdan belirlenen 2 pik de aynı spektrumu verip, spektrumları 277 - 512 nm olarak tespit edilmiştir. Wan ve ark. (2019) tarafından yapılan çalışmada, *Rosa* spp. türünün taç yapraklarının antosiyaninin dağılımına ait kromatografik, spektroskopik ve kütle spektral özellikleri verilmiştir. Siyanidin-3,5-diglukozit antosiyaninin spektrumunu (λ_{max}) 277.2 - 512.6 nm olarak bildirilmiştir. Birbiri ile aynı absorbansı gösteren 2 pikin tanımlanması için LC-MS/MS (Sıvı Kromatografi-Kütle Spektrometresi) kullanılarak molekül ağırlıkları belirlenmiştir. LC-MS/MS cihazı tarafından molekül ağırlıkları $[M]^+$ (m/z) ise her ikisinin de 611.16 olarak tespit edilmiştir. Srivichai ve Hongprabhas (2020) da yaptıkları çalışmada Tayland’da yetişen *Dioscorea alata* (Mor Yam) bitkisinde antosiyanin tanımlaması için LCMS-IT-TOF (SHIMADZU, Tokyo, Japan) cihazı ile örnekte bulunan antosiyaninlerin molekül ağırlıklarını belirlemişlerdir. Srivichai ve Hongprabhas (2020) tarafından yapılan çalışmada, kapalı formülleri aynı olan ($C_{27}H_{31}O_{16}$) siyanidin-3,5-diglukozit ve siyanidin-3-diglukozit izomer antosiyaninlerinin $[M]^+$ (m/z) değerleri 611 olarak bildirilmiştir. Jia ve ark. (2008) yapmış oldukları çalışmada kapalı formülleri aynı olan ($C_{27}H_{31}O_{16}$) siyanidin-3,5-diglukozit ve siyanidin-3-O-glukozit-5-O-galaktozit izomer antosiyaninlerinin de $[M]^+$ (m/z) değerlerini 611 olarak bildirilmiştir. Tarafımızdan elde edilen antosiyanin-1 ve antosiyanin-2 de aynı molekül ağırlığına sahiptir. UV spektrumları ve MS sonuçları birlikte değerlendirildiğinde bu 2 antosiyanin pikinin siyanidin-3,5-diglukozit, siyanidin-3-diglukozit veya siyanidin-3-O-glukozit-5-O-galaktozit gibi kapalı formülleri aynı olan ve 2 molekül şeker içeren farklı siyanidin izomerleri olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 5.1. Antosiyanin kimyasal yapısı (Charron ve ark., 2007, değiştirilerek alınmıştır).

Örneklerde belirlenen, ortalama antosiyanin-1 ve antosiyanin-2 miktarı sırasıyla 2111.42 ve 2243.97 mg C3G Eş./kg KM olarak tespit edilmiştir. En düşük antosiyanin-1 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 1 bahçesi (1040.90 mg C3G Eş./kg KM) olurken, en yüksek antosiyanin-1 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Edremit 1 bahçesi (2927.54 mg C3G Eş./kg KM) olarak saptanmıştır. En düşük antosiyanin-2 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Şamranaltı 1 bahçesi (1059.98 mg C3G Eş./kg KM) olurken, en yüksek antosiyanin-2 içeriğine sahip örneklerin bulunduğu bahçe Edremit 1 (3036.85 mg C3G Eş./kg KM) olarak saptanmıştır. Antosiyanin-1 ve antosiyanin-2'ye ait VK değerleri ise sırasıyla, %36.00 ve %38.38 olarak belirlenmiştir.

5.8. *Rosa × damascena* Miller'e ait Özellikler Arasındaki Korelasyon

Bu çalışma kapsamındaki tüm fiziksel ve kimyasal analizler arasındaki ilişkiyi istatistiksel olarak belirlemek amacıyla Pearson korelasyon katsayıları belirlenmiştir.

Gonca ve yaprak ağırlığı arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($r = 0.652$). Goncadaki yaprak miktarına bağlı olarak gonca ağırlığı da artmaktadır. Kuru madde miktarı ile kül ve ÇKM değerleri arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki olduğu tespit edilmiştir. Toplam kuru maddenin suda çözünen kısmına çözünür kuru madde

(ÇKM) denmektedir. Kül miktarı, kuru maddedeki organik ve inorganik bileşenlerden organik kısmın yakılması sonucunda geriye kalan inorganik kalıntıdır (Cemeroğlu, 2018). Bu sebeple kuru madde miktarı ile kül ve ÇKM değerleri arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki olması mümkündür. Asitlik ve pH arasında negatif yönde doğrusal bir ilişki olduğu belirlenmiştir. Toplam asitlik değeri çözeltideki H^+ derişiminin ölçüsü, pH ise H^+ iyonu konsantrasyonunun negatif logaritmasıdır. Ortamda bulunan H^+ iyonu konsantrasyonu arttıkça asitlik artar ve sonucunda pH düşer (Galloway ve ark., 1979).

TMA ile a^* değeri arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki olduğu belirlenmiştir. Renk parametrelerinden a^* değeri kırmızılığın göstergesidir. Antosiyaninler ise pembeden mora kadar değişen aralıkta renge sahip olan doğal pigmentlerdir. TMA ile a^* değeri arasında ilişki de bundan kaynaklanmaktadır. Tarafımızdan yapılan çalışmada, TMA miktarı ile DPPH ve ABTS miktarları arasında anlamlı bir korelasyon bulunmamıştır ($p>0.05$). Damar (2010) tarafından yapılan çalışmada da antioksidan kapasite ile TMA ve TMA degradasyon indeksi arasında anlamlı bir korelasyon bulunmamıştır ($p>0.05$). TFM içeriği ile gallik asit, antosiyanin 1 ve antosiyanin 2 arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($p<0.01$).

ABTS miktarı ve elajik asit içeriği arasında da pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır. Elajik asit antioksidan, antikarsinojenik ve antimutajenik özelliklere sahip doğal bir fenolik birleşiktir (Alp ve ark., 2011). Bu pozitif yöndeki ilişki elajik asidin antioksidan aktivitesinden kaynaklanabilir.

Renk parametrelerinden L^* değeri ile a^* ve C değerleri arasında negatif, b^* ve h° değerleri arasında ise pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır. Renkte doygunluk (C) ve kırmızılık (a^*) arttıkça açıklığın (L) azaldığının göstergesi olabilir. Bir diğer önemli renk parametresi olan C değeri ile a^* ve b^* değerleri arasında sırasıyla pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır. Bu ilişki C değerinin hesaplandığı formülden $(a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$ kaynaklanabilir. Ton açısı olan h° değeri ile b^* arasında pozitif yönde doğrusal bir ilişki vardır ($r = 0.986$). Bu ilişki istatistiksel olarak önemlidir. Bu ilişki de h° değerinin b^* 'nin a^* 'ya oranı ile hesaplanmasından kaynaklanabilir.

5.9. *Rosa × damascena* Miller'dan Antosiyanin Ekstraksiyonu

Bu çalışmada, yüksek antosiyanin içeren *Rosa damascena* Miller'ın farklı ekstraksiyon yöntemleri (klasik ve ultrason destekli ekstraksiyon) kullanılarak TMA ekstraksiyonu yapılmıştır. Her 2 ekstraksiyon yönteminde de gül taç yaprakları (10 g) üzerine solvent (150 mL sitrik asitli su) eklenmiştir. Klasik ekstraksiyonda, farklı çözücü asit konsantrasyonu (%0.75, 1 ve 1.25 sitrik asit) ile farklı sıcaklıklar (20, 40, 60 °C); ultrason destekli ekstraksiyonda ise farklı ultrason genliği (%100, 75, 50) kullanılarak ekstraksiyon gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyonlar boyunca farklı sürelerde ekstraksiyon solventinden örnek alınarak toplam monomerik antosiyanin (TMA) miktarı tespit edilmiştir.

Klasik ekstraksiyonda TMA ekstraksiyonunun sıcaklıkla birlikte arttığı görülmektedir. Ekstraksiyonun en hızlı 60 °C'de gerçekleştiği görülmektedir. Çözücünün asitlik düzeyinin etkisi göz önüne alındığında, 60 °C'de %1.25 SA çözeltisi ile yapılan ekstraksiyonda diğerlerine oranla daha yüksek ekstraksiyon eğimi elde edilmiştir. Bu değerlere göre, klasik ekstraksiyonda reaksiyon en hızlı 60 °C'de %1.25 SA çözeltisinde gerçekleşmiştir. Bununla beraber sıcaklık ve çözücü oranındaki asitliğin artışı ile beraber TMA geçiş hızının da arttığını söylemek mümkündür. Ultrasonik ekstraksiyonda %50, 75 ve 100 ultrason genliğinde sıcaklıklar sırasıyla 39±2 °C, 41±2 °C ve 50±2 °C aralığında kalmıştır. Ekstraksiyonda maximum eğim %100 ultrason genliğinde, minimum eğim ise %50 ultrason genliğinde elde edilmiştir. Ekstraksiyonda doygunluk noktasına ulaşılması ile birlikte eğim azalmaya başlamıştır. Klasik ekstraksiyon 60 °C'de 210., 40 °C'de 300. ve 20 °C'de 1440. dakikada kesilmiştir. Ultrasonik ekstraksiyon ise %100 genlikte 18., %75 genlikte 32. ve %50 genlikte 76. dakikada kesilmiştir.

Sıvı-sıvı veya katı-sıvı ekstraksiyonlarında debi; partikül büyüklüğü, çözücü tipi, sıcaklık ve sıvının karıştırılması gibi birçok faktöre bağlıdır. Katı-sıvı ekstraksiyonunda, çözücünün partikül içindeki difüzyon katsayısının sıcaklıkla artması beklenir ve böylece ekstraksiyon debisi artar. Tarafımızdan yapılan çalışmada, 60 °C'deki klasik ekstraksiyonda hesaplanan K_L değerleri %0.75, 1 ve 1.25 sitrik asit çözeltisi için sırasıyla 0.730, 0.922 ve 1.092 mL/cm² dk olarak tespit edilmiştir. 40 ve 20 °C'deki %1 sitrik asitli çözücü ile klasik ekstraksiyonda hesaplanan K_L değerleri ise sırasıyla 0.324 ve 0.068 mL/cm² dk olarak bulunmuştur. Buna bağlı olarak, çözücü asitlik oranı ve sıcaklık

artışının ekstraksiyon debisini yani TMA geçişini arttırdığı söylenebilir. Asitlik uygulamaları (%0.75, 1 ve 1.25) arasında bir farklılık tespit edilmiştir ancak bu farklılık istatistiksel açıdan önemli bulunmamıştır ($p>0.05$). Buna karşın sıcaklıklar arasındaki farklılık istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Ultrasonik ekstraksiyonda %100, 75, 50 ultrason genliği için hesaplanan K_L değerleri sırasıyla 7.812, 3.822 ve 2.178 mL/cm² dk olarak belirlenmiştir. Ultrasonik ekstraksiyonda %50, 75 ve 100 ultrason genliğinde, ultrason genliğindeki ve sıcaklıktaki artışın ekstraksiyon debisini arttırdığı sonucuna varılabilir. Sıcaklıktaki artış ve ultrason uygulaması, hücre duvarında parçalanmalara neden olarak çözgenin hücrel materyal içerisine daha fazla nüfuz etmesini sağlar. Bunun sonucunda, artan kütle transfer hızına bağlı olarak ekstraksiyon hızı da artar (Cavuldak ve ark., 2016; Şengül ve Topdaş, 2019).

Bakkalbaşı (2001) tarafından yapılan çalışmada, dut kurusunun su ile çok aşamalı ve tekrarlı ekstraksiyonunda sıcaklığın (20, 50 ve 70 °C) ekstraksiyon verimi üzerine etkisi araştırılmıştır. Farklı sıcaklıklar için saptanan kütleli debi 20 °C’de 2.91 mL/dk, 50 °C’de 4.68 mL/dk ve 70 °C’de 5.52 mL/dk olarak bildirilmiştir. Sıcaklık arttıkça kütleli debinin arttığı görülmektedir.

Ekstraksiyonlara ait grafikler incelendiğinde ekstraksiyon eğiminin, ultrason genliği ve sıcaklığının artması ile artış gösterdiği saptanmıştır. Aynı zaman da ekstraksiyon debisi de sıcaklık, asitlik ve ultrason genliği arttıkça artmıştır. Ekstraksiyonda doygunluk noktasına ulaşılması ile birlikte eğim sabitlenmeye başlamıştır. Bu nedenle eğim göz önüne alınarak değişimin önemsiz olmaya başladığı noktadan itibaren ekstraksiyon sonlandırılabilir. Klasik ekstraksiyonu 60 °C’de 210., 40 °C’de 300. ve 20 °C’de 1440. dakikada, ultrasonik ekstraksiyonu ise %100 genlikte 18., %75 genlikte 32. ve %50 genlikte 76. dakikada kesmek mümkün olacaktır. Her iki ekstraksiyonda da elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında, TMA geçişi ultrasonik yöntemde %100 ultrason genliğinde 18 dakikada, klasik yöntemde ise 60 °C’de 210 dakikada gerçekleşmiştir. Ultrasonik ekstraksiyonun klasik ekstraksiyona göre çok daha hızlı ve etkili olduğu sonuçlardan görülmektedir.

Sonuç olarak, bu çalışma ile Van yöresinde en çok bulunan ve gıda üretiminde reçel, şurup, renklendirici ve aroma vermek amacıyla yıllardır kullanılan ve klasik Van mutfağında önemli yeri olan *Rosa × damascena* Miller’ın bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri belirlenmiştir. Böylece Van ili ve civarında yetişen *Rosa × damascena* Miller

bitkisinin sahip olduđu biyoaktif bileşenler (L-askorbik asit, fenolik bileşikler ve antosiyaninler) ve yüksek antioksidan aktivitesi sayesinde, sağlık açısından önemli bir besin kaynağı ve fonksiyonel gıda üretimi için doğal bir kaynak olabileceğı ortaya konulmuştur. *Rosa × damascena* Miller bitkisi özellikle sağlık üzerine olumlu etkileri olan antosiyaninler açısından da zengin bir doğal kaynaktır. Aynı zamanda yüksek antosiyanin içeriğı sayesinde önemli bir doğal renk maddesi olarak nitelendirilebilir. *Rosa damascena* Miller'ın yapısındaki antosiyaninlere ait ekstraksiyon çalışmasında, TMA ekstraksiyonunda sıcaklık (20, 40 ve 60 °C) ve ultrason genliğindeki (%50, 75 ve 100) artışların ekstraksiyon etkinliğini (hızı ve miktarını) arttırdığı tespit edilmiştir. Farklı asit konsantrasyonlarının (%0.75, 1 ve 1.25) TMA geçişini belli oranda arttırdığı ancak bu artışın istatistiksel açıdan önemli olmadığı tespit edilmiştir. Ultrasonik ses dalgalarının sağladığı avantajlardan dolayı, ultrasonik ekstraksiyon yöntemi ile klasik ekstraksiyon yönteminden daha hızlı ve daha verimli bir antosiyanin ekstraksiyon prosesinin gerçekleştirilebileceğı tespit edilmiştir. Bununla birlikte, *Rosa damascena* Miller'dan TMA ekstraksiyonunda, elde edilecek maksimum verim için, ultrasonik ekstraksiyon tekniğı ile %100 ultrason genliğinde 18 dk boyunca gerçekleşecek kısa süreli bir ekstraksiyon işleminin yeterli olabileceğı sonucuna varılmıştır.



KAYNAKLAR

- Abdel-Hameed, S. E., Bazaid, A. S., Hagag, A. H., 2016. Chemical characterization of *Rosa damascena* Miller var. *trigintipetala* essential oil and its in vitro genotoxic and cytotoxic properties. **Journal of Essential Oil Research**, **28** (2): 121–129.
- Akal, Y. G., 2019. **Siyah Havuç Posasından Antosiyanin Ekstraksiyonu** (Doktora Tezi). AÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Bilimi ve Teknolojisi AD, Ankara.
- Alp, H., Aytekin, İ., Atakişi, O., Ogün, M., 2011. Ratlarda akut malathion toksisitesinin neden olduğu oksidatif stres üzerine kafeik asit fenetil ester ve elajik asitin etkileri. **Atatürk Üniversitesi Vet. Bil. Derg.**, **6** (2): 117-124.
- Alp, Ş., 2007. Van kenti ve çevresindeki geleneksel konut bahçelerinde kullanılan bitki materyalinin belirlenmesi. **YYÜ Ziraat Fakültesi Tarım Bilimleri Dergisi (J. Agric. Sci.)**, **17** (1): 1-6.
- Alp, Ş., Ercişli, S., Doğan, H., Temim E., Leto, A., Zia-Ul-Haq, M., Hadziabulic, A., Aladağ, H., 2016. Chemical composition and antioxidant activity *Ziziphora clinopodioides* eco types from Turkey. **Romanian Biotechnological Letters**, **21** (2): 11298-11303.
- Alp, Ş., Koyuncu, M., 2010. Rose (*Rosa* spp.) genetic resources of Lake Van basin, Turkey: endangered antic roses of old Van gardens. **Genet Resour Crop Evol**, **57**: 807–812.
- Anonim, 1996. **Hunter Lab Color Scale Applications Note**, **8** (9): 1-4. Hunter associates Lab., Virginia.
- AOAC, 1990. **Official Methods of Analysis, 15th ed.** AOAC, Arlington, Va.
- AOAC, 2003. **Official Methods of Analysis**, AOAC, Washington, DC.
- Aşkın, B., Küçüköner, E., 2019. Factors affecting the stability of anthocyanins. **Food Science and Technology**, **7** (11): 1759-1765.
- Avcı, M., 2005. Çeşitlilik ve endemizm açısından Türkiye'nin bitki örtüsü. **İÜ Edebiyat Fakültesi Coğrafya Bölümü Coğrafya Dergisi**, **0** (13): 27-55.
- Bakkalbaşı, E., 2001. **Dut Kurusunun Ekstraksiyon Koşullarının Belirlenmesi** (Yüksek Lisans Tezi). VAN YYÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği AD, Van.
- Bardakçı, B., Seçilmiş, H., 2006. Isparta bölgesindeki gül yağının kimyasal içeriğinin GC-MS ve FTIR spektroskopisi tekniği ile incelenmesi. **Fen Dergisi (E-dergi)**, **1**(1-2): 64-69.
- Baydar, G. N., Baydar, H., 2013. Phenolic compounds, antiradical activity and antioxidant capacity of oil-bearing rose (*Rosa damascena* Mill.) extracts. **Industrial Crops and Products**, **41** (1): 375–380.
- Baydar, G. N., Baydar, H., Debener, T., 2004. Analysis of genetic relationships among *Rosa damascena* plants grown in Turkey by using AFLP and microsatellite markers. **Journal of Biotechnology**, **111** (2004): 263–267.
- Budak, Z., 2020. **Van Gül Şurubu Prosesi (Sözlü görüşme)**, Van.
- Butcaru, A. C., Stănică, F., Dobrin, A., Bucharest 6-9 th of June 2018. Some results on nutritional properties of organic rose petals and related processed products, **9 th CASEE Conference**.
- Caldas, L. S., Bravo, C., Piccolo, H., Faria, C.R., 1992. Measurement of leaf area with a hand-scanner linked to a microcomputer. **Revista Brasileira de Fisiologia Vegetal**, **4** (1): 17-20.

- Cavuldak, A. Ö., Vural, N., Anlı, R. E., 2016. Bitki kaynaklı fenolik bileşiklerin ultrasonik dalga destekli ekstraksiyonu. **GIDA**, **41** (1): 53-60.
- Cemeroğlu, B., 2018. **Gıda Analizleri**. AÜ, 4. Baskı, Bizim Grup Basımevi, ISBN : 978-605-63149-3-9, Türkiye, 480.
- Cendrowski, A., Scibisz, I., Mitek, M., Kieliszek, M., Kolniak-Ostek, J., 2017. Profile of the phenolic compounds of *Rosa rugosa* petals. **Journal of Food Quality**. **2017** (2): 1-10.
- Cendrowski, A., Scibisz, I., Mitek, M., Kieliszek, M., Kolniak-Ostek, J., 2017. UPLC-PDA-Q/TOF-MS profile of polyphenolic compounds of liqueurs from rose petals (*Rosa rugosa*). **Molecules**, **22** (11): 1832.
- Changxing, L., Chenling, M., Alagawany, M., Jianhua, L., Dongfang, D., Gaichao, W., Wenying, Z., Syed, S.F., Arain, M.A., Saeed, M., Hassan, F.U., Chao, S., 2018. Health benefits and potential applications of anthocyanins in poultry feed industry. **World's Poultry Science Journal**, **74** (2): 251-264.
- Charron, S. C., Clevidence, A. B., Steven J. Britz, J. S., Novotny, A. J., 2007. Effect of dose size on bioavailability of acylated and nonacylated anthocyanins from red cabbage (*Brassica oleracea* L. Var. capitata). **J. Agric. Food Chem.**, **55** (13): 5354 – 5362.
- Cheok, C. Y., Chin, N. L., Yusof, Y. A., Talib, R. A., Law, C. L., 2013. Optimization of total monomeric anthocyanin (TMA) and total phenolic content (TPC) extractions from mangosteen (*Garcinia mangostana* Linn.) hull using ultrasonic treatments. **Industrial Crops and Products**, **50**: 1-7.
- Coloric, M., Veberic, R., Solar, A., Hudina, M., Stampar, F., 2005. Phenolic acids, syring aldehyde, and juglone in fruits of different cultivars of *Juglans regia* L. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, **53**: 6390-6396.
- Çınar, İ., 2012. Sıcaklık ve sürenin meyan kökü (*Glycyrrhiza glabra* L.) ekstraksiyonuna etkisi ve ekstraksiyon kinetiğinin modellenmesi. **Electronic Journal of Food Technologies**, **7** (2): 21-30.
- Damar, İ., 2010. **Vişne Suyunun Antosiyanin Profili ve Antioksidan Kapasitesi** (Yüksek Lisans Tezi). AÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği AB, Ankara.
- Demir, N., Yıldız, O., Alpaslan, M., Hayaloğlu, A. A., 2014. Evaluation of volatiles, phenolic compounds and antioxidant activities of rose hip (*Rosa* L.) fruits in Turkey. **LWT - Food Science and Technology**, **57** (1): 126-133.
- Demirhan, N., 2020. **Van Gül Şurubu Prosesi (Sözlü görüşme)**, Van.
- Dudonne, S., Xavier Vitrac, X., Coutiere, P., Woillez, M., Merillon J., 2009. Comparative study of antioxidant properties and total phenolic content of 30 plant extracts of industrial interest using DPPH, ABTS, FRAP, SOD, and ORAC assays. **J. Agric. Food Chem.**, **57** (5): 1768–1774.
- Ercişli, S., 1996. **Gümüşhane ve İlçelerinde Doğal Olarak Yetişen Kuşburnuların (Rosa Spp.) Seleksiyon Yoluyla Islahı ve Çelikle Çoğaltma İmkânları Üzerinde Bir Araştırma** (Doktora Tezi). ATAÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Ercişli, S., 2005. Rose (*Rosa* spp.) germplasm resources of Turkey. **Genetic Resources and Crop Evolution**, **52** (6): 787–795.
- Ersus, S., 2006. Antosiyaninlerin ekstraksiyonu, tanımlanması ve antioksidant kapasitesi. **Akademik Gıda**, **4** (6): 17-22.
- Ersus, U. S., 2004. **Kara Havuç (Daucus Carota L.) Antosiyanin Ekstraktının Püskürtmeli Kurutucu Kullanılarak Mikroenkapsülasyonu** (Doktora Tezi). EÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği AD, Bornova İzmir.

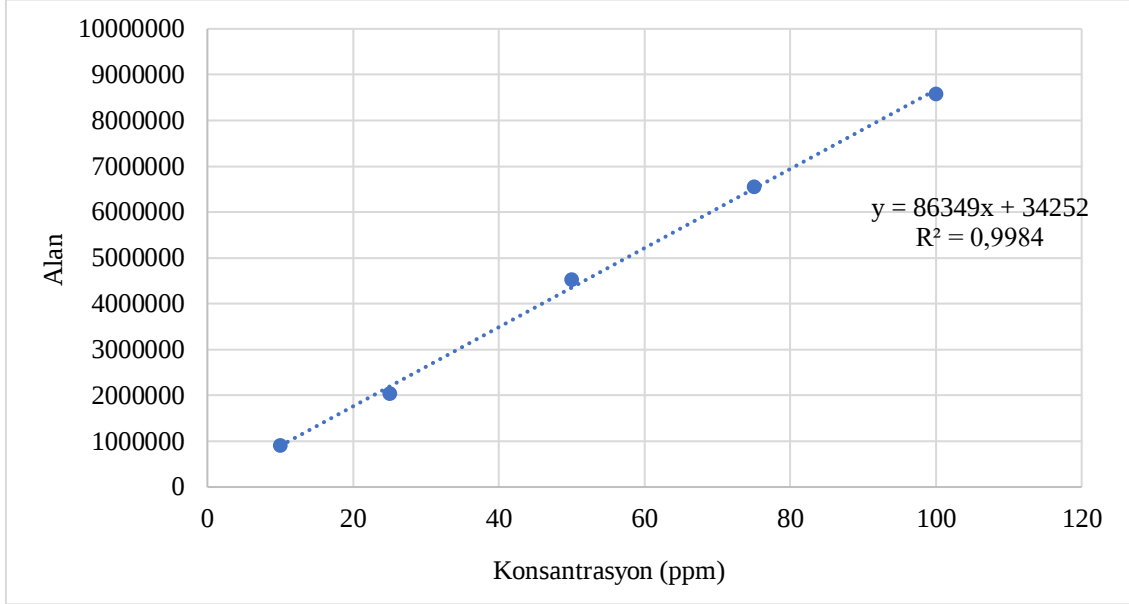
- Heldman, D. R., Singh, R. P., 1981. **Food Process Engineering**. 2. Baskı, AVI Pub. Co., Westport, Connecticut, USA, 416.
- Galloway, J. N., Cosby, B. J., Likens, G. E., 1979. Acid precipitation: measurement of pH and acidity. **Limnology and Oceanography**, **24** (6): 1161-1165.
- Jia, N., Shu, Q., Wang, D., Wang, L., Liu, Z., Ren, H., Xu, Y., Tian, D., Tilt, K., 2008. Identification and characterization of anthocyanins by high-performance liquid chromatography–electrospray ionization–mass spectrometry in herbaceous peony species. **J. AMER. SOC. HORT. SCI.**, **133** (3): 418–426.
- Kalcheva-Karadzhova K., Shikov V., Mihalev K., Dobrev, G., Ludneva D., Penov N., 2014. Enzyme-assisted extraction of polyphenols from rose (*Rosa damascena* Mill.) petals. **Acta Universitatis Cibiniensis Series E: FOOD TECHNOLOGY**, **18** (2): 65-72.
- Karafakı, Ç. F., Karafakı, L., 2013. Tıbbi bir bitki olarak gül. **SDU Journal of Natural and Applied Science**, **17** (2): 11-13.
- Karakurt, H., Aslantaş, R., 2008. Bitki renk maddelerinin (pigmentler) oluşum ve değişim fizyolojisi. **Alatarım**, **7** (2): 34-41.
- Kazaz, S., Baydar, H., Erbaş, S., 2009. Variations in chemical compositions of *Rosa damascena* Mill. and *Rosa canina* L. fruits. **Czech J. Food Sci.**, **27** (3): 178–184.
- Keleş, Y., 2015. Antosiyanin pigmentlerin biyokimyası ve analizi. **Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi**, **8** (1): 19-25.
- Khosh-Khui, M., 2014. Biotechnology of scented roses: a review. **Int. J. Hort. Sci. Technol.**, **1** (1): 1-20.
- Koca, Y. O., Turgut, İ., 2012. Mısırdada (*Zea Mays* L.) farklı ekim zamanlarının tane verimine, kuru madde birikimine, yaprak alanı indeksine ve bazı büyüme parametrelerine etkisi. **Adnan Menderes Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi**, **9** (1) : 1-10.
- Kocabıyık, S., Yurdagel, Ü., 1987. Kırmızı üzüm cıbresinden boyar bileşiklerin eldesi ve gıda sanayiinde kullanım olanakları üzerine araştırma. **Gıda**, **12** (1): 47-53.
- Korkmaz, M., Özçelik, H., 2015. Türkiye güllerinin (*Rosa* L.) yöresel adları ve yetiştikleri yöreler. **SDU Journal of Natural and Applied Science**, **19** (1): 75-82.
- Korkmaz, M., Özçelik, H., Kandemir, A., İlhan, V., 2013. Erzincan ve çevresinde yayılış gösteren doğal gül (*Rosa* L.) taksonları. **SDU Journal of Natural and Applied Science**, **17** (1): 49-59.
- Kovatcheva-Apostolova, E. G., Georgiev, M. I., Ilieva, M. P., Skibsted, L. H., Rødtjer, A., Andersen, M. L., 2008. Extracts of plant cell cultures of *Lavandula vera* and *Rosa damascena* as sources of phenolic antioxidants for use in foods. **Eur Food Res Technol.**, **227**: 1243–1249.
- Krga, I., Milenkovic, D., 2019. Anthocyanins: from sources and bioavailability to cardiovascular health benefits and molecular mechanisms of action. **J. Agric. Food Chem.** **67** (7): 1771–1783.
- Kuiper, D., Ribot, S., Reenen, S. H., Marissen, N., 1995. The effect of sucrose on the flower bud opening of Madelon cut roses. **Scientia Horticulturae**, **60** (3-4): 325-336.
- Kumar, A., Kaur, A., Joshi, V. K., Kumar, V., 2017. *Rosa damascena*: quality evaluation and process optimization for the development of rose syrup. **Intl. J. Food. Ferment. Technol.**, **7** (2): 279-285.
- Kumar, N., Bhandari, P., Singh, B., Bari, S. S., 2009. Antioxidant activity and ultra-performance LC-electrospray ionization-quadrupole time-of-flight mass

- spectrometry for phenolics-based fingerprinting of rose species: *Rosa damascena*, *Rosa bourboniana* and *Rosa brunonii*. **Food and Chemical Toxicology**, **47** (2): 361–367.
- Kutlu, N., Yeşilören, G., İşçi, A., Şakıyan, Ö., 2017. Konvansiyonel ekstraksiyona alternatif: yeşil teknolojiler. **The Journal Of Food**, **42** (5): 514-526.
- Lee, H. J., Lee, H., Choung, M., 2011. Anthocyanin compositions and biological activities from the red petals of Korean edible rose (*Rosa hybrida* cv. Noblered). **Food Chemistry**, **129** (2): 272–278.
- Lee, H. S., Coates, G.A., 1999. Vitamin C in frozen, fresh squeezed, unpasteurized, polyethylene-bottled orange juice: a storage study. **Food Chemistry**, **65** (2): 165–168.
- Lee, J., Barnes, K. W., Eisele, T., Giusti, M. M., Haché, J., Hofsommer, H., Koswig, S., Krueger, D. A., Kupina, S., Martin, S. K., Martinsen, B. K., Miller, T. C., Paquette, F., Ryabkova, A., Skrede, G., Trenn, U., Wightman, J. D., 2005. Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: collaborative study. **Journal of Aoac International**, **88** (5): 1269-1278.
- Li, Z., Zhao, M., Jin, J., Zhao, L., Xu, Z., 2018. Anthocyanins and their biosynthetic genes in three novel-colored *Rosa rugosa* cultivars and their parents. **Plant Physiology and Biochemistry**, **129**: 421–428.
- Lindley, M. G., 1998. The impact of food processing on antioxidants in vegetable oils, fruits and vegetables. **Trends in Food Science and Technology**, **9**: 336-340.
- Lončarić, A., Pichler, A., Trtinjak, I., Piližota, V., Kopjar, M., 2016. Phenolics and antioxidant activity of freeze-dried sourcherry puree with addition of disaccharides. **LWT - Food Science and Technology**, **73**: 391-396.
- Mazza, G., Miniati, E., 1993. **Anthocyanins in Fruits, Vegetables, and Grains**. CRC Press, London. 384.
- Moreira, D. N. C., Almeida, L. G., Carvalho, N. E. E., Garci,a D. A. J., Nachtigall, M. A., Boas, V. M. B., 2019. Quality parameters, antioxidant activity, and sensory acceptability of mixed jams of rose petals and apple. **Journal of Food Processing and Preservation**, **43** (12): 1-6.
- Munzuroğlu, Ö., Karataş, F., Gür, N., 1999. Işgın (*Rheum ribes* L.) bitkisindeki A, E ve C vitaminleri ile selenyum düzeylerinin araştırılması. **Türk J. Biol.**, **24**: 397-404.
- Nowaka, R., Gawlik-Dzikib, U., 2007. Polyphenols of *Rosa* L. leaves extracts and their radical scavenging activity. **A Journal of Biosciences**, **62** (1-2): 32-38.
- Orhan, H., Kaşıkçı, D., 2002. Path, korelasyon ve kısmi regresyon katsayılarının karşılaştırılmalı olarak incelenmesi. **Hayvansal Üretim**, **43** (2): 68-78.
- Öner, F., Sezer, İ., 2007. Işık ve sıcaklığın mısırdaki (*Zea mays* L.) büyüme parametreleri üzerine kantitatif etkileri. **Journal of Tekirdag Agricultural Faculty**, **4** (1): 55-64.
- Özçelik, H., Korkmaz, M., 2015. Çeşitli yönleriyle Türkiye gülleri. **SDU Journal of Science (E-Journal)**, **10** (2): 1-26.
- Özçelik, H., Korkmaz, M., Özgökçe, F., Ünal, M., Sakçalı, S., 2013. Türkiye güllerinin (*Rosa* L. spp.) ekolojik ve coğrafi karakteristikleri. **SDU Journal of Science (E-Journal)**, **8** (1): 9-21.
- Özkan, G., Sağdıç, O., Baydar, N. G., Baydar, H., 2004. Note: antioxidant and antibacterial activities of *Rosa damascena* flower extracts. **Food science and technology internatiol**, **10** (4): 277-281.

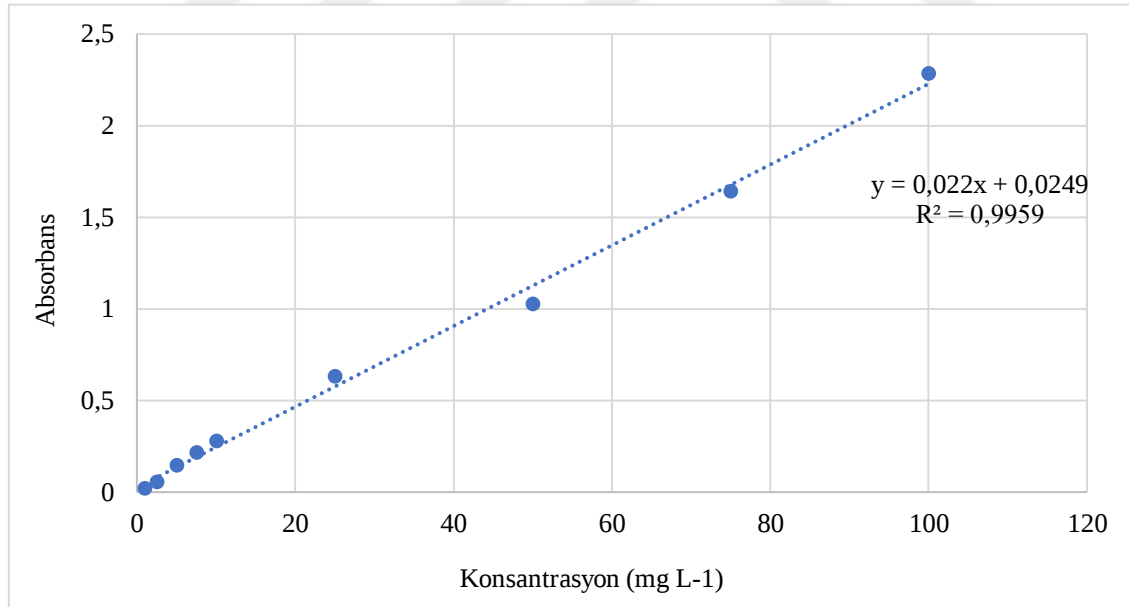
- Poojary, M. M., Passamonti, P., 2015. Extraction of lycopene from tomato processing waste: kinetics and modelling. **Food Chemistry**, **173**: 943-950.
- Prata, G. G. B., Oliveira de Souza, K., Lopes, M. M. A., Oliveira L. S., Aragao, F. A. S., Alves, R. E., Silva, M. S., 2017. Nutritional characterization, bioactive compounds and antioxidant activity of brazilian roses (*Rosa* spp). **J. Agr. Sci. Tech.**, **19**: 929-941.
- Pyo, Y. H., Lee T. C., Logendra L., Rosen, R. T., 2004. Antioxidant activitiy and phenolic compounds of swisschard (*Beta vulgaris* Subspecies cyclo) extracts. **Food Chemistry**, **85**: 19-26.
- Rasouli, O., Ahmadi, N., Monfared Rashidi, S., Sefidkon, F., 2017. Physiological, phytochemicals and molecular analysis of color and scent of different land races of *Rosa damascena* during flower development stages. **Scientia Horticulturae**, **231** (2018): 144–150.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., and Rice-Evans, C. 1999. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology and Medicine**, **26**: 1231-1237.
- Rezvani-Kamran, A., Salehi, I., Shahidi, S., Zarei, M., Moradkhani, S., Komaki, A., 2017. Effects of the hydroalcoholic extract of *Rosa damascena* on learning and memory in male rats consuming a high-fat diet. **Pharmaceutical Biology**, **55** (1): 2065-2073.
- Shikov, V., Kammerer, R. D., Mihalev, K., Mollov, P., Carle, R., 2011. Antioxidant capacity and colour stability of texture-improved canned strawberries as affected by the addition of rose (*Rosa damascena* Mill.) petal extracts. **Food Research International**, **46** (2012): 552–556.
- Singleton, V. L., Rossi, J. A., 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, **16**: 144-58.
- Sivaraj, C., Abhirami, R., Deepika, M., Sowmiya, V., Saraswathi, K., Arumugam P. 2019. Antioxidant, antibacterial activities and GC-MS analysis of fresh rose petals aqueous extract of *Rosa damascena* Mill. L. **Journal of Drug Delivery & Therapeutics**, **9** (4-s): 68-77.
- Skaria, P. B., Joy, P. P., Mathew, S., Mathew, G., Joseph, A., Joseph, R., 2007. **Aromatic Plants** (Editor: K. V. Peter). **New Publishing Agency**, New Delhi, India. 282.
- Srivichai, S., Hongsprabhas, P., 2020. Profiling anthocyanins in thai purple yams (*Dioscorea alata* L.). **Hindawi International Journal of Food Science**, **2020** (2): 1-10.
- Şener, D., 2012. **Isparta Güllü (*Rosa Damascena* Miller) ve Bazı Ürünlerinin Antioksidan Kapasiteleri ve Fizikokimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi** (Yüksek Lisans Tezi). ATAÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği AD, Erzurum.
- Şengül, M., Şener, D., Ercişli, S., 2017. The determination of antioxidant capacities and chemical properties of Rosa (*Rosa damascena* Mill.) products. **Acta Sci. Pol. Hortorum Cultus**, **16** (4): 63–72.
- Şengül, M., Topdaş, E. F., 2019. Katı-sıvı ekstraksiyonunda kullanılan modern teknikler ve bu teknikler arasında ultrason yardımlı ekstraksiyonun yeri. **Atatürk Üniv. Ziraat Fak. Derg.**, **50** (2): 201-216.
- Tokgöz, H., Gölükcü, M., Toker, R., 2010. Moro kan portakalının meyve suyuna işlemeye uygunluğunun tespiti ve antosiyanin stabilitesi üzerine ışık, sıcaklık ve pH'nın etkisi. **Batı Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü Derim Dergisi**, **27** (2): 34-44.

- Uyan, B., 2011. ***Değişik Vejetasyon Dönemlerinde Farklı Su Kısıtlarının Ispanakta Meydana Getirdiği Fizyolojik, Morfolojik ve Kimyasal Değişikliklerin Belirlenmesi*** (Yüksek Lisans Tezi). NKÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bahçe Bitkileri AD, Tekirdağ.
- Velioğlu, S. Y., 1990. ***Isparta Gülü (R. Damascena) Yapraklarının Flavonoid Yapısı ve Reçel Üretimi Amacıyla Muhafaza Yöntemleri Üzerinde Araştırmalar*** (Doktora Tezi). AÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği AD, Ankara.
- Vijayanchali, S.S. Dr., 2017. Nutrient, phytonutrient and antioxidant activity of the dried rose petals. ***Journal of Research, Extension and Development***, **6** (2): 2319-1899.
- Wan, H., Yu, C., Han, Y., Guo, X., Luo, L., Pan, H., Zheng, T., Wang, J., Cheng, T., Zhang, Q., 2019. Determination of flavonoids and carotenoids and their contributions to various colors of rose cultivars (*Rosa* spp.). ***Frontiers in Plant Science***, **10** (123): 1-14.
- Yıldız, F., Dikmen, D., 1988. Kırmızı üzüm ve kırmızı üzüm kabuğundan antosiyaninlerin özütlenmesi. ***TOAG-649***, Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Grubu, TÜBİTAK, 51, Ankara.
- Zeinali, H., Tabaei-Aghdaei, S. R., Arzani, A., 2009. A study of morphological variations and their relationship with flower yield and yield components in *Rosa damascena*. ***J. Agric. Sci. Technol.***, **11** (4): 439-448.
- Zhinsen, J., Mengcheng, T., Jianming, W., 1999. The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. ***Food Chemistry***, **64** (4): 555-559.

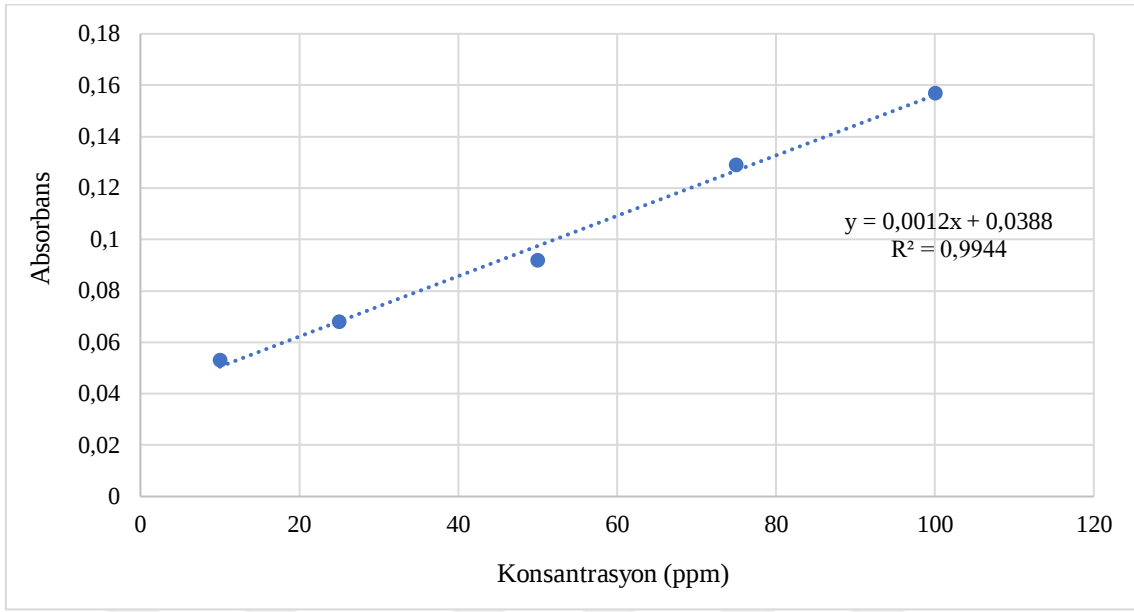
EKLER



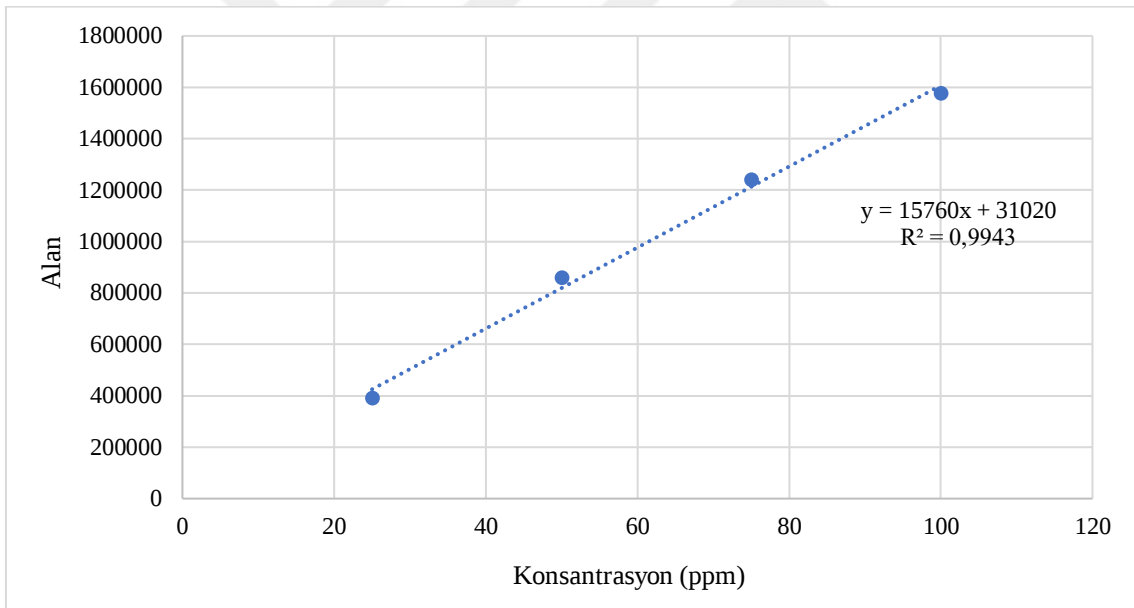
Ek 1. L-askorbik asit kurvesi.



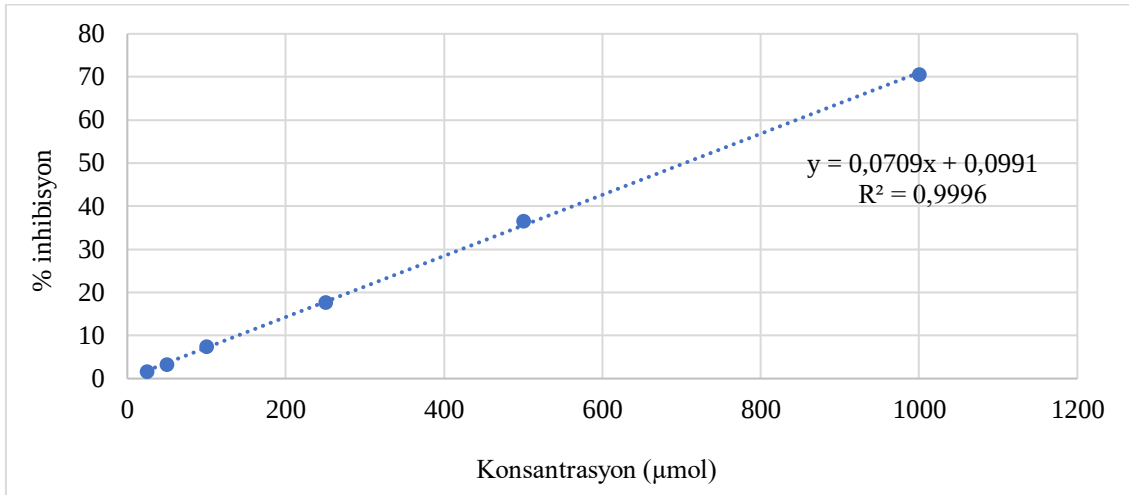
Ek 2. TFM analizi için Gallik asit kurvesi.



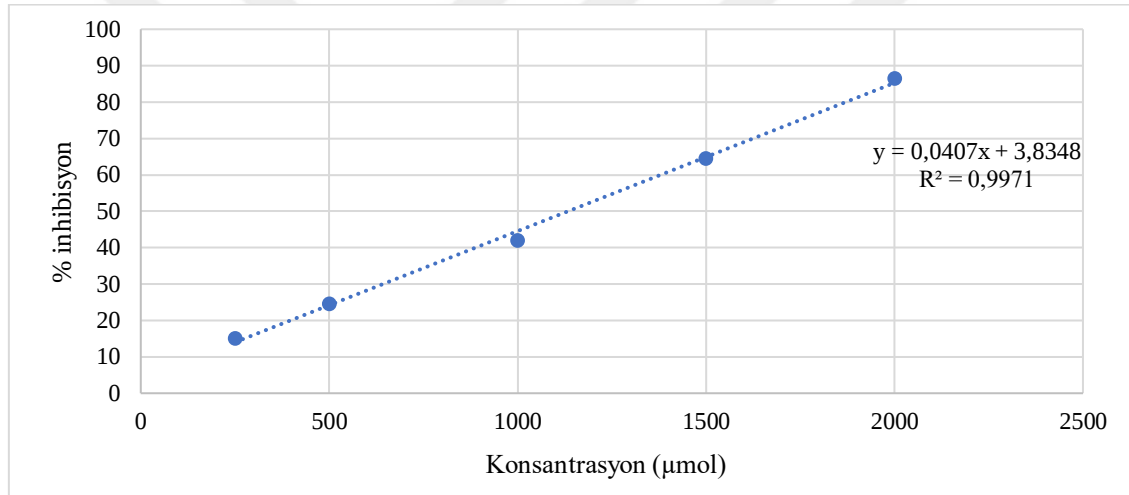
Ek 3. Kuersetin kurvesi.



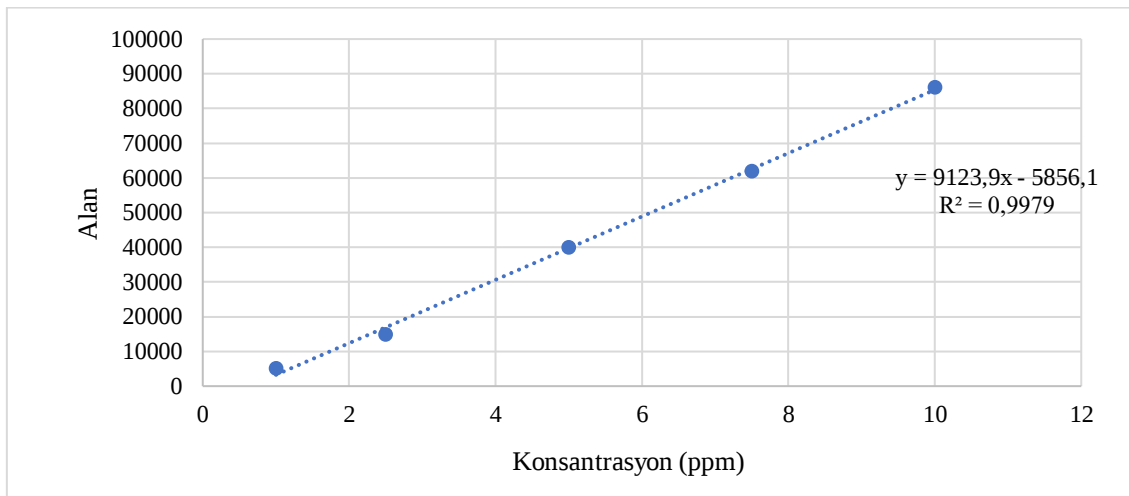
Ek 4. Siyanidin-3-O-glukozit (C3G) kurvesi.



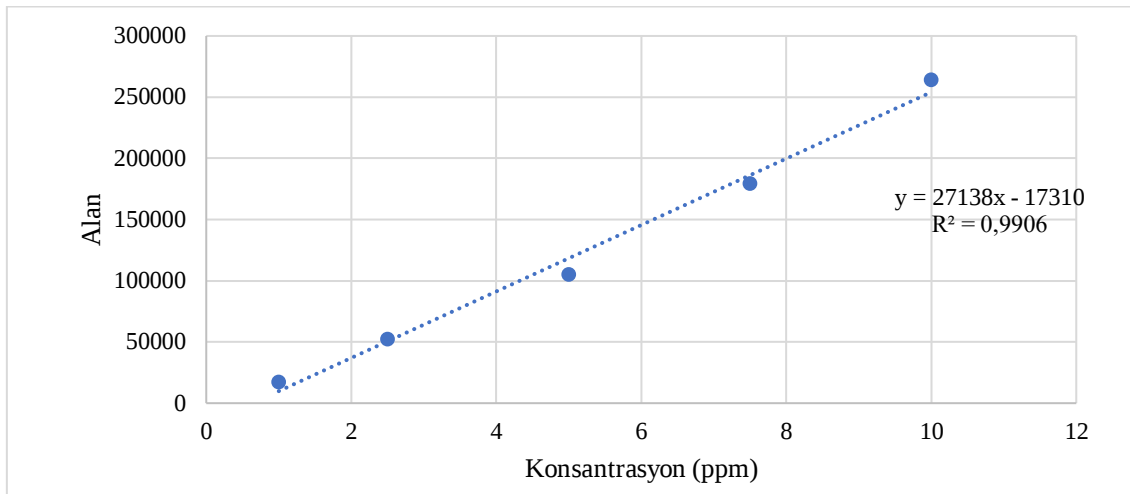
Ek 5. DPPH analizi için Trolox kurvesi.



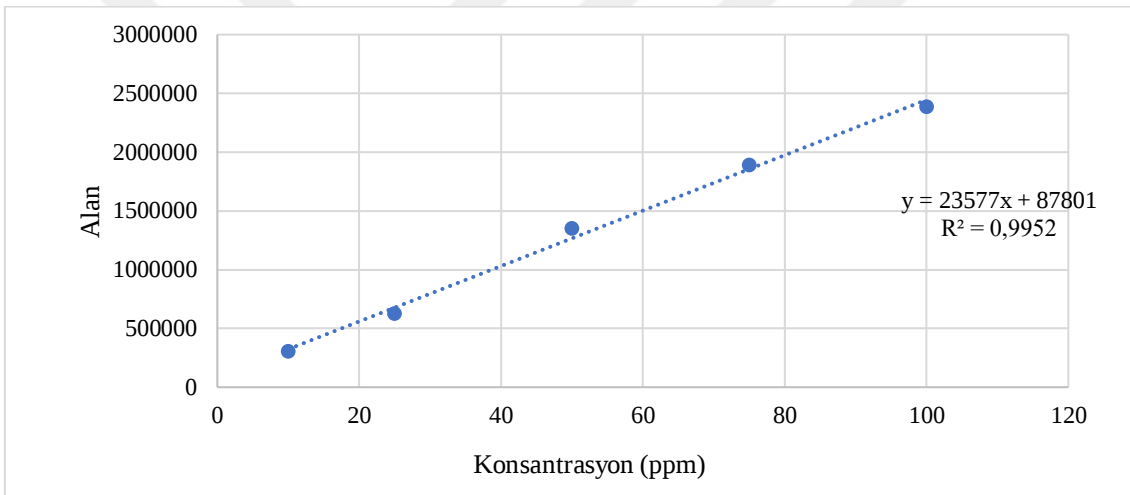
Ek 6. ABTS analizi için Trolox kurvesi.



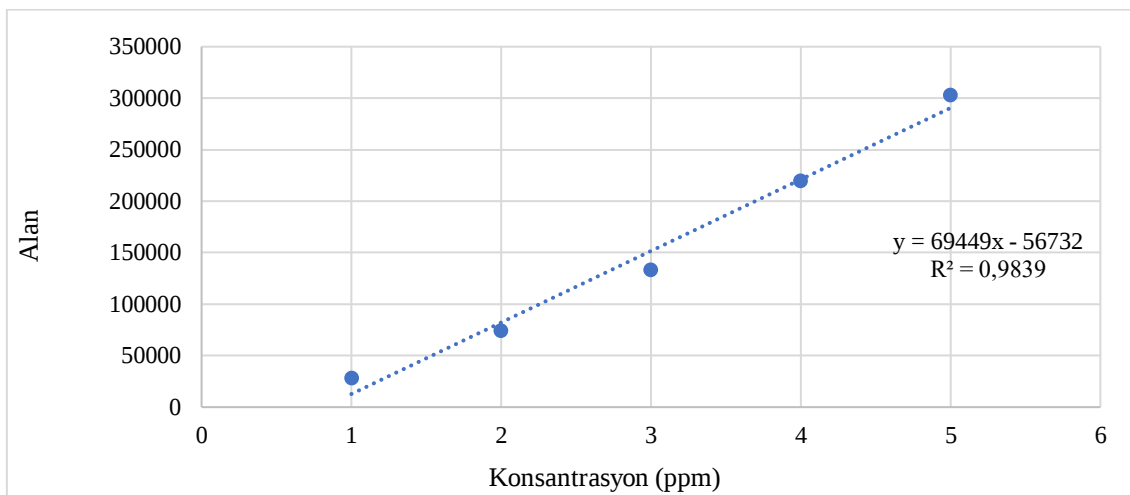
Ek 7. Katesin kurvesi.



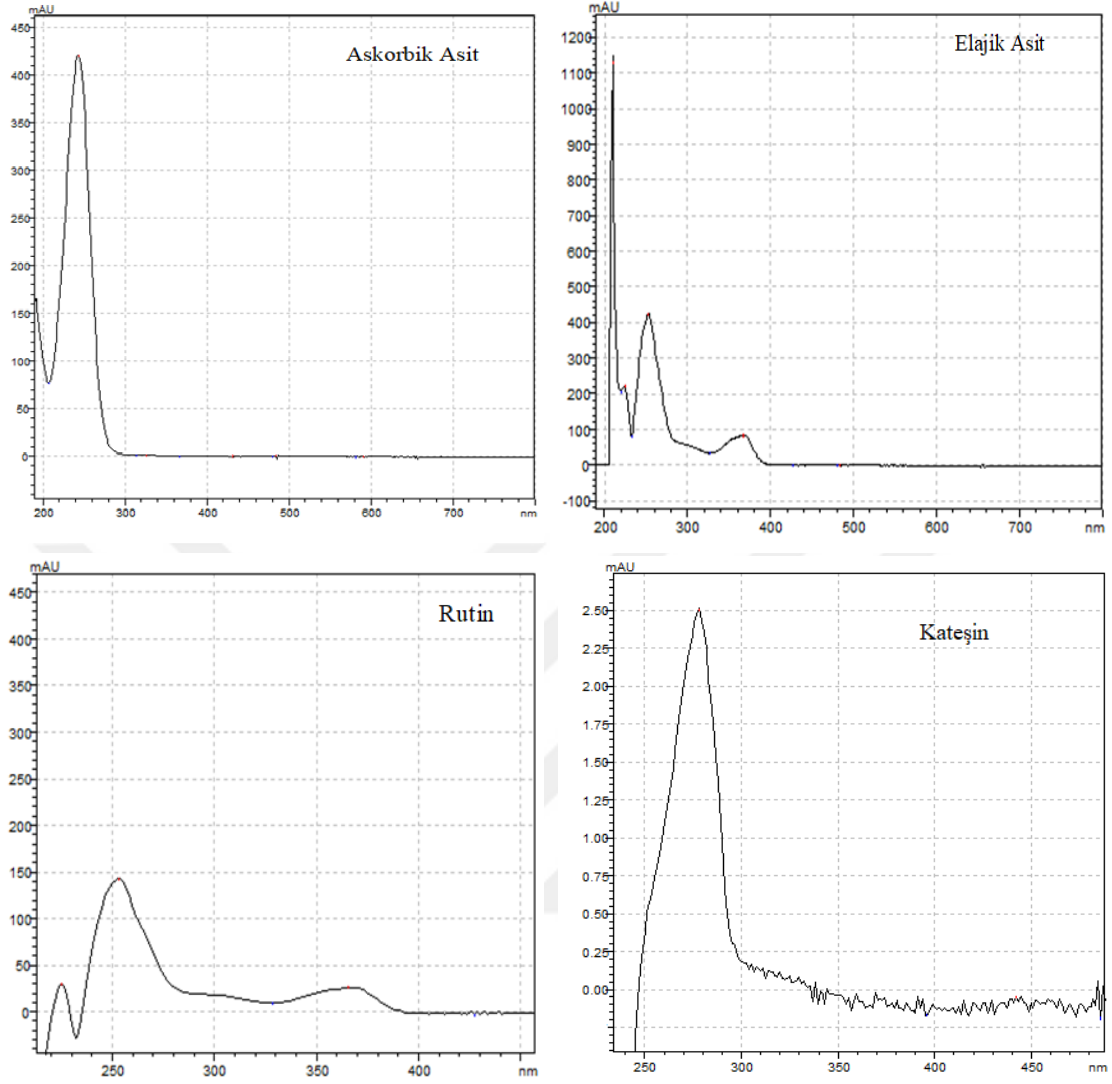
Ek 8. Elajik asit kurvesi.



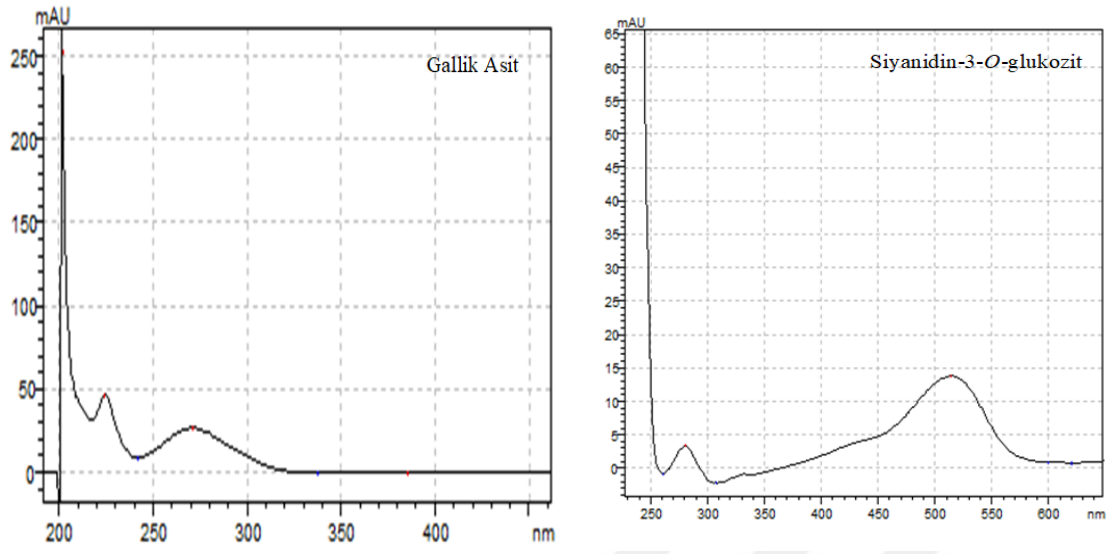
Ek 9. Rutin kurvesi.



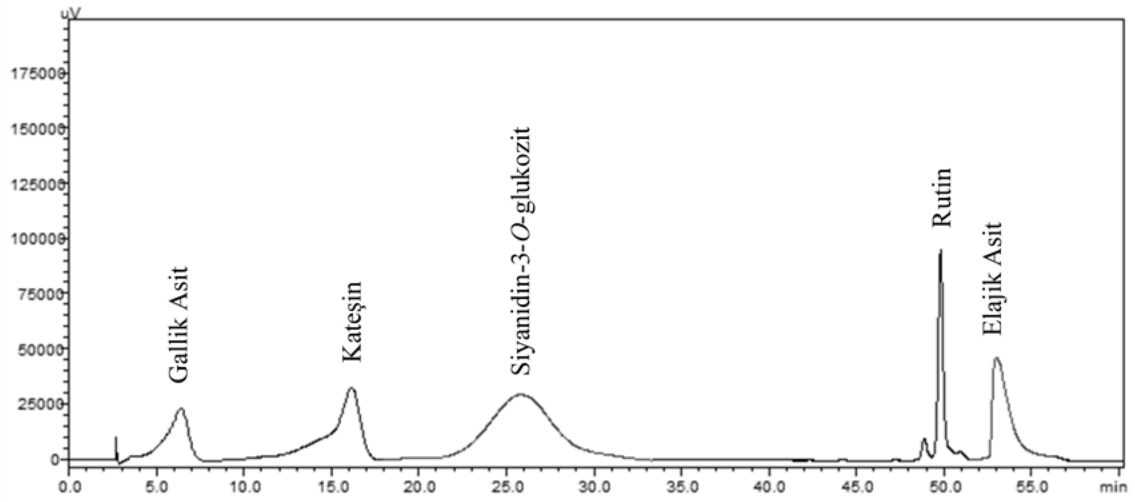
Ek 10. Gallik asit kurvesi.



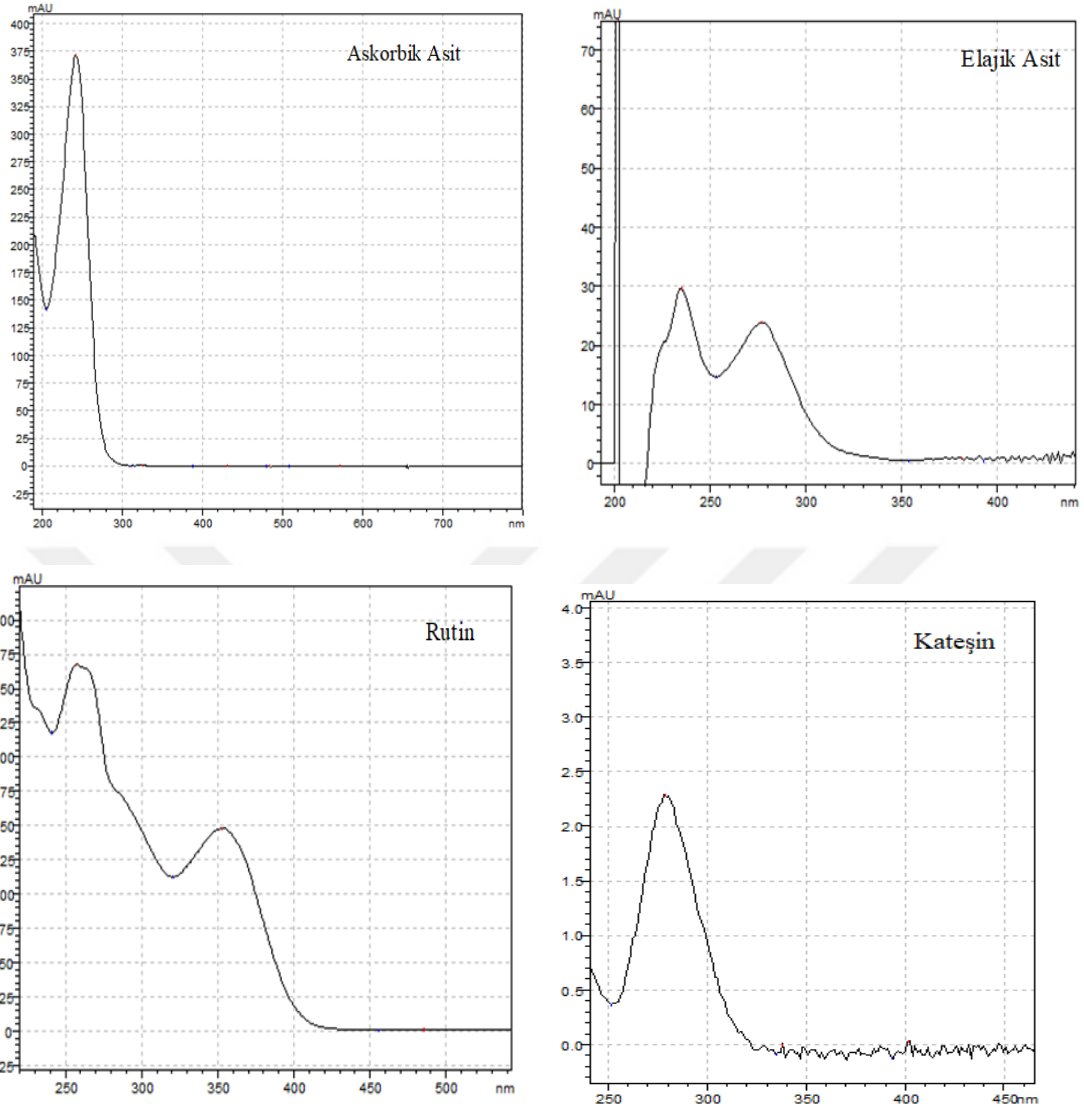
Ek 11. Standart maddelere ait spektrumlar.



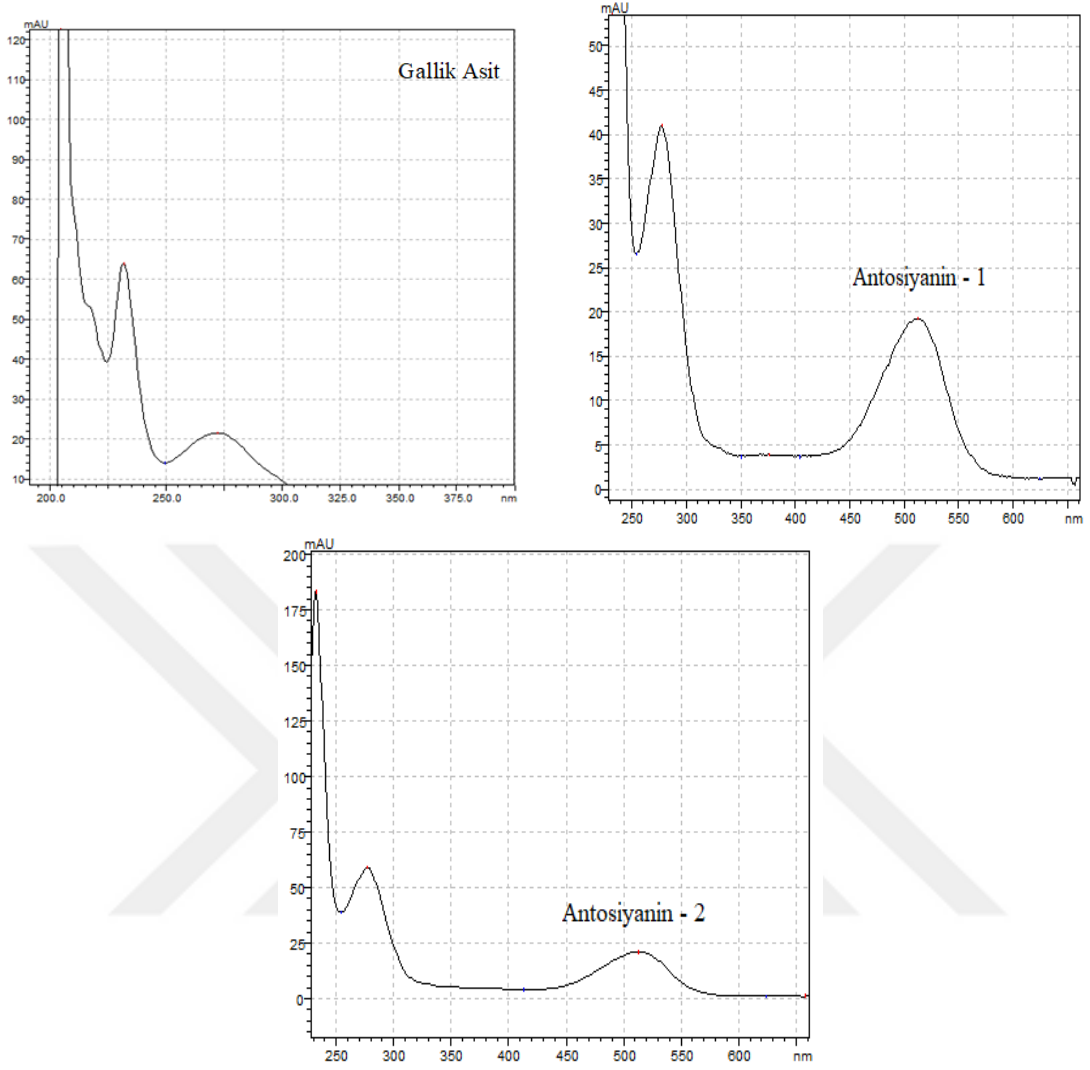
Ek 11. Standart maddelere ait spektrumlar (devam).



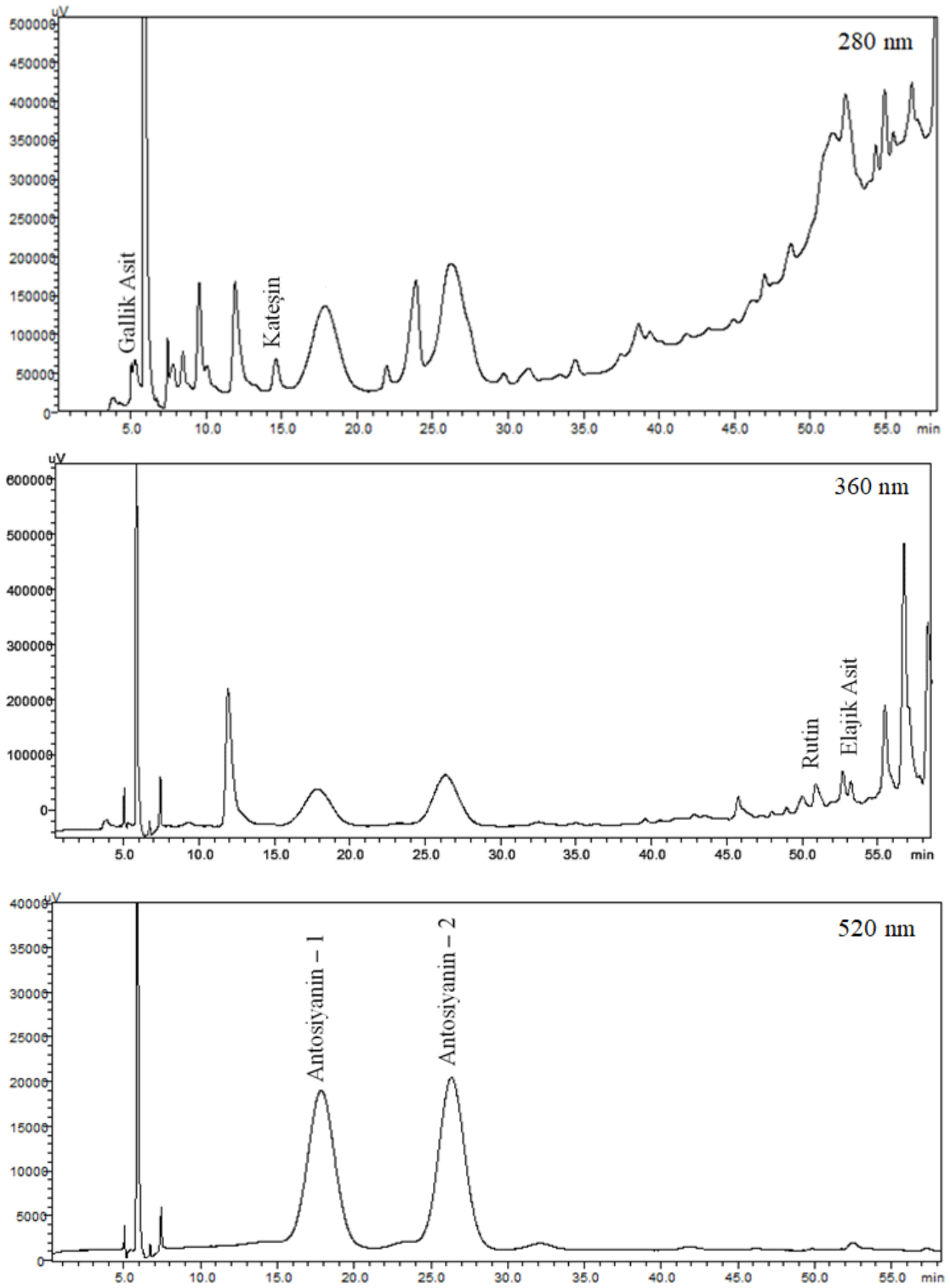
Ek 12. Standart maddelere ait HPLC kromatogramları.



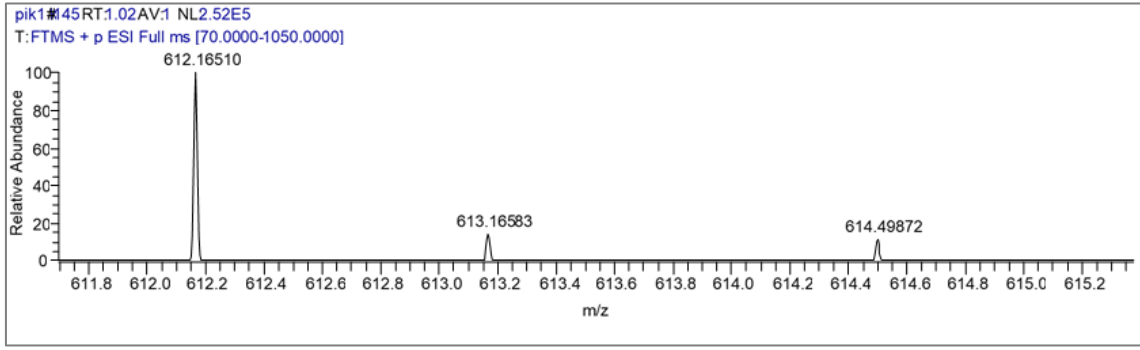
Ek 13. Örneklere ait spektrumlar.



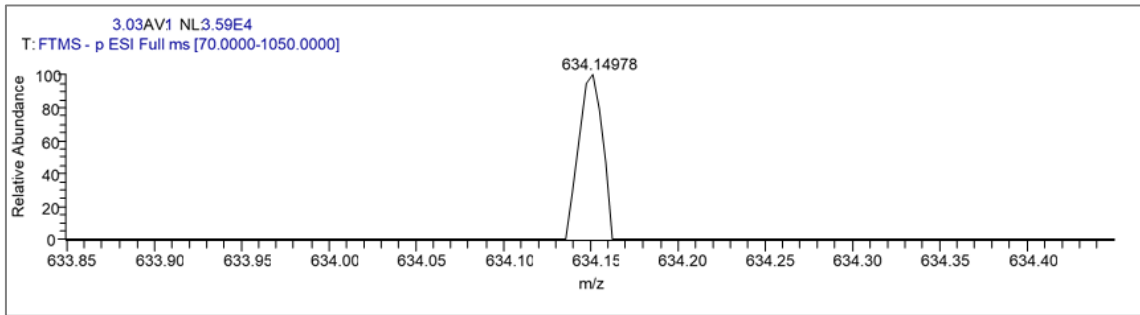
Ek 13. Örneklere ait spektrumlar (devam).



Ek 14. Örneklere ait HPLC kromatogramları.



Ek 15. Antosiyenin – 1'e ait H^+ iyonlaşmalı ana kütleinin LC-MS/MS kromatogramı.



Ek 16. Antosiyenin – 2'ye ait Na^{+2} iyonlaşmalı ana kütleinin LC-MS/MS kromatogramı.

ÖZ GEÇMİŞ

Gülşen Berat TORUSDAĞ, 1995 yılında Van’da doğmuş, ilk ve ortaöğrenimini Van’da tamamlamıştır. 2014 yılında Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü’nde başlamış olduğu lisans eğitimini 2018 yılında birincilikle tamamlamıştır. Yüksek lisans eğitimine 2018 yılında Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı’nda başlamıştır.



T.C
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
LİSANSÜSTÜ TEZ ORJİNALLİK RAPORU

Tarih: 18/11/2020

Tez Başlığı / Konusu: VAN İLİNDE YETİŞEN *Rosa × damascena* MİLLER'İN BAZI FİZİKSEL VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ İLE ANTOSİYANİN EKSTRAKSİYON KOŞULLARININ BELİRLENMESİ

Yukarıda başlığı/konusu belirlenen tez çalışmamın Kapak sayfası, Giriş, Ana bölümler ve Sonuç bölümlerinden oluşan toplam 71 sayfalık kısmına ilişkin, 18/11/2020 tarihinde şahsım/tez danışmanım tarafından Turnitin intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtreleme uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre, tezimin benzerlik oranı %1 (bir)'dir.

Uygulanan filtreler aşağıda verilmiştir:

- Kabul ve onay sayfası hariç,
- Teşekkür hariç,
- İçindekiler hariç,
- Simge ve kısaltmalar hariç,
- Gereç ve yöntemler hariç,
- Kaynakça hariç,
- Alıntılar hariç,
- Tezden çıkan yayınlar hariç,
- 7 kelimedenden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç (Limit inatch size to 7 words)

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Lisansüstü Tez Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılmasına İlişkin Yönergeyi inceledim ve bu yönergede belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içermediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini bilgilerinize arz ederim.

Gülşen Berat TORUSDAĞ
18/11/2020

Adı Soyadı: Gülşen Berat TORUSDAĞ

Öğrenci No: 18910001088

Anabilim Dalı: Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Programı: Gıda Mühendisliği

Statüsü: Y. Lisans ☒

Doktora ☐

DANIŞMAN ONAYI
UYGUNDUR

ENSTİTÜ ONAYI
UYGUNDUR

Doç. Dr. Emre BAKKALBAŞI