



Extraction of Pectin from Pomegranate Peel

Ferda Sarı^{1,a,*}, Tuğçe Birlik^{1,b}

¹Food Engineering Department, Faculty of Engineering, Sivas Cumhuriyet University, 58140 Sivas, Turkey

*Corresponding author

ARTICLE INFO	ABSTRACT
<p><i>Research Article</i></p> <p>Received : 05/12/2019 Accepted : 23/02/2020</p> <p>Keywords: Pomegranate peel Pectin Extraction Response surface method Particle size</p>	<p>In this study, pectin was extracted by acid extraction method from pomegranate peel. The temperature, time and particle size which affected pectin yield were optimized using response surface method. As a result of optimization, optimum conditions for pectin extraction from pomegranate peel were determined as 468-568 μm for particle size, 82°C for temperature and 47,5 minutes for extraction time. After the extraction at optimum conditions pectin yield was found to be 25,96%. In addition, pectin that was produced had equivalent weight of 488,01 mg, methoxyl content of 5,74%, the degree of esterification of 47,43% and anhydrogalacturonic acid content of 68,64%. The results showed that the obtained pectin was low methoxyl pectin.</p>

Türk Tarım – Gıda Bilim ve Teknoloji Dergisi, 8(5): 1043-1052, 2020

Nar Kabuğundan Pektin Ekstraksiyonu

MAKALE BİLGİSİ	ÖZ
<p><i>Araştırma Makalesi</i></p> <p>Geliş : 05/12/2019 Kabul : 23/02/2020</p> <p>Anahtar Kelimeler: Nar kabuğu Pektin Ekstraksiyon Yanıt yüzey yöntemi Partikül boyutu</p>	<p>Bu çalışmada nar kabuğundan asit ekstraksiyonu ile pektin özütlenmiştir. Pektin verimine etki eden sıcaklık, süre ve partikül boyutu yanıt yüzey yöntemi kullanılarak optimize edilmiştir. Optimizasyon sonucunda nar kabuğundan pektin ekstraksiyonu için optimum koşullar; partikül boyutu için 468-568 μm, sıcaklık için 82°C ve süre için ise 47,5 dakika olarak belirlenmiştir. Optimum koşullarda yapılan ekstraksiyon sonucunda pektin verimi %25,96 olarak bulunmuştur. Ayrıca üretilen pektinin ekvivalent ağırlığı 488,01 mg, metoksil içeriği %5,74, esterleşme derecesi, %47,43 ve anhidrogalakuronik asit içeriği ise %68,64 olarak belirlenmiştir. Sonuçlar elde edilen pektinin düşük metoksilli pektin olduğunu göstermiştir.</p>

^a fesari@cumhuriyet.edu.tr ^b <https://orcid.org/0000-0002-2249-3489> | ^c tugcebb.19@gmail.com ^d <https://orcid.org/0000-0001-6008-0047>



Giriş

Lainece ismi *Punica granatum* Linn. olan nar, Punicacea familyasına ait kültür bitkilerinin meyvesidir. Anavatanı olan Ortadoğu, Anadolu, Kafkasya ile İran Körfezi arasında kalan bölgede binlerce yıldır kültüre alındığı bilinmektedir. Türkiye narın anavatanı içerisinde olup, en fazla nar yetiştirilen bölgeler Akdeniz, Ege ve Güneydoğu Anadolu Bölgesidir (Oğuz ve ark., 2014).

Nar, taze olarak tüketilmesinin yanı sıra meyve suyu, meyve suyu konsantresi, reçel, şarab ve nar ekşisi gibi birçok ürüne işlenerek de tüketilmektedir (Zhai ve ark., 2018). Son yıllarda yapılan araştırmalarda, narın kanser (Lansky ve Newman, 2007), tip 2 diyabet (Banihani ve ark., 2014), kardiyovasküler hastalıklar (Al-Jarallah ve ark., 2013; Avıram ve ark., 2008), üzerinde olumlu etkilere sahip olduğu, ayrıca antioksidan ve antibakteriyel (Zhai ve ark., 2018) özellikler de sergilediği belirlenmiştir. Sağlık üzerine olan bu etkiler narın üretimini ve çeşitli gıdalara işlenmesini artırmakta, buna bağlı olarak da her yıl çok fazla miktarda nar kabuğu atık olarak ortaya çıkmaktadır (Abid ve ark., 2016). Nar kabuğu tüm meyvenin yaklaşık %40'ını oluşturmaktadır (Abid ve ark., 2016). Bu atıklar çevresel problemlere yol açtığından nar atıklarından ilaç, yağ, hayvan yemi, sirke, sitrik asit, pektin, boya ve mürekkep gibi ürünlerin elde edilmesinde faydalanılmaktadır (Özguven ve ark., 2000).

Pektin, Yunanca'da katılaştırıcı, pelteleştirici, pıhtılaştırıcı ve sertleştirici anlamına gelen "*Pektikos*" kelimesinden türetilmiş olup, ilk defa 1825 yılında Henri Braconot tarafından keşfedilmiştir. Keşfinden bu zaman kadar pektin üzerine oldukça yoğun çalışmalar yapılmaktadır (Srivastava ve Malviya, 2011; Naqash ve ark., 2017).

Pektin, FAO/WHO ortak komitesi tarafından günlük alım sınırlaması olmaksızın E-440 kodu ile kodlanmış güvenli kabul edilen gıda katkı maddesi olarak gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan bir polisakkarittir (Abid ve ark., 2016).

Pektin yapısal çeşitliliği fazla olan, belki de doğada en karmaşık yapıya sahip 17 farklı monosakkaritin, 20'den fazla farklı bağ ile bağlanmış olduğu bir biyopolimerdir (Voragen ve ark., 2009; Naqash ve ark., 2017). Kimyasal olarak pektin, D- α -(1,4) anhidrogalakturonik asitin linear polimerlerini içeren ve karboksilik gruplarının bir kısmı metil alkolle esterleşmiş bir moleküldür (Canteri-Schemin ve ark., 2005).

Meyve ve sebzelerde yaygın olarak bulunan doğal pektin, meyve ve sebzelerin bir bileşenini oluşturur ve çözünür diyet lifi olarak işlev görür (Zhang ve ark., 2015). Pektin çoğunlukla reçel vb. ürünlerde jelleştirici madde olarak kullanılmakla beraber, meyve sularında, süt ürünlerinde, yüksek proteinli meyve içeceklerinde ve antioksidan takviyeli yiyeceklerde stabilizatör, salata soslarında ve dondurmada ise yağ ikame maddesi olarak kullanılmaktadır (Srivastava ve Malviya, 2011; Azad ve ark., 2014; Xu ve ark., 2014). Ayrıca pektinin yenilebilir ve biyobozunur filmlerde, yapıştırıcılarda, kağıt yerine geçen maddelerde, köpüklerde, ilaç formülasyonlarında bağlayıcı olarak kullanılması da mümkündür (Mohsen, 2008; Jindal ve ark., 2013).

Ticari olarak pektin üretiminde kullanılan başlıca hammaddeler elma posası, turunçgil kabuğu, ayçiçeği tablası ve şeker pancarı posasıdır. Ülkemizde gıda endüstrisinde kullanılan pektinin büyük bir kısmı yurt dışından ithal edilmektedir (Cemeroğlu, 2013).

Meyve sebze ve ürünlerinin üretimi sırasında ortaya çıkan atıklar çevresel problemlere yol açtığından bu atıkların değerlendirilerek katma değeri yüksek ürünlere dönüştürülmesi ve dolayısıyla ülke ekonomisine katkı sağlaması çok önemlidir. Gıda endüstrisi atıklarından olan nar kabukları da çeşitli çalışmalarda pektin üretimi amacıyla kullanılmış ve pektin verimi üzerine sıcaklık, pH, ekstraksiyon yöntemi gibi parametrelerin etkisi incelenmiştir (Moorthy ve ark., 2015; Abid ve ark., 2016, 2017; Pereira ve ark., 2016). Nar dışındaki gıda atıklarından pektin üretimi ve verimi üzerine yapılan bazı çalışmalarda partikül boyutunun verim üzerine etkisinin önemli olduğu belirtilmiştir (Geerkens ve ark., 2015; Huang ve ark., 2018). Ancak nar kabuklarında partikül boyutunun pektin verimi üzerine etkisine ilişkin çalışma bulunmamaktadır.

Bir ürün veya prosesin geliştirilmesinde, proses değişkenlerinin etkisini incelemek ve optimize etmek için uygulanan deneysel çalışmalarda, anlamlı verilerin elde edilebilmesi ancak deney tasarımının doğru planlanması ile mümkündür. İstatistiksel deney tasarımlarının amacı da, minimum zaman, emek ve kaynak ile maksimum anlamlı verileri elde etmektir. İstatistiksel deney tasarımında tam faktöriyel deney tasarımı, Yanıt yüzey yöntemi (RSM) gibi farklı yöntemler kullanılmaktadır (Gökçe ve Taşgetiren, 2009). Yanıt yüzey yönteminde Merkezi Bileşik veya Box Behnken Deney Tasarımları yaygın olarak kullanılan deneysel tasarımlardır. Bu deney tasarımlarından herhangi biri kullanılarak optimizasyon için gerekli deney sayısı azaltılabilmektedir. Yanıt yüzey tasarımları ikinci dereceden terimler içeren modellerdir ve yanıt üzerine, bağımsız değişkenlerin gerek tek başlarına gerekse de birlikteki etkilerini açıklar ve buna ek olarak prosesin tümünü doğru bir şekilde açıklayan matematiksel modeli verir (Değirmencioglu ve Yazgi, 2006; Kent, 2008). Yanıt yüzey yöntemi kullanılarak iki veya daha fazla faktörün (zaman, sıcaklık gibi) bağımlı (yanıt) değişkenler üzerindeki etkileri araştırılıp optimum değerleri bulunabilir. Daha az sayıda deneysel kombinasyon kullanılarak gerçekte test edilmeyen faktör düzeyi ve bunların kombinasyonları hakkında tahmin yapılabilir (Tekindal, 2009).

Bu çalışmada; nar kabuğundan asit ekstraksiyonu ile pektin elde edilmesinde, pektin verimine etki eden partikül boyutu, sıcaklık ve sürenin yanıt yüzey yöntemi kullanılarak optimize edilmesi, optimum koşullarda elde edilen pektinin ekvivalent ağırlığı, esterleşme derecesi, metoksil içeriği ve anhidrogalakturonik asit miktarının belirlenmesi amaçlanmıştır.

Materyal ve Metot

Materyal ve Kimyasallar

Çalışmada materyal olarak kullanılan narlar Sivas'ta yerel bir marketten satın alınmıştır. Narlar kullanılmaya kadar +4°C'de muhafaza edilmiştir.

Analizlerde kullanılan kimyasallardan sitrik asit, hidroklorik asit, sodyum klorür, fenol kırmızısı, sodyum hidroksit analitik saflıkta olup Merck (Darmstadt, Almanya) firmasından temin edilmiştir. Pektinin ekstraksiyonunda kullanılan etil alkol teknik saflıkta (%99'luk) Embo firmasından temin edilmiştir.

Metot**Nar kabuklarının hazırlanması**

Narlar (2 kg) yıkandıktan sonra tanelerinden ayrılmış ve kabuk kısmı bir bıçak yardımıyla küçük parçalara bölünmüştür. İki kg nardan elde edilen yaklaşık 1,092 kg kabuk, enzimleri inaktive etmek için kaynar suda 5 dakika bekletilmiş ve sonra soğuk suyla yıkanarak soğutulmuştur. Soğutulan nar kabukları tepsili kurutucuda (Eksis Makine) 50°C'de kurutulmuştur. 1,092 kg yaş nar kabuğunun kurutulmasıyla 192 g kurutulmuş nar kabuğu elde edilmiştir. Kurutulmuş nar kabukları çekiçli değirmende (Perten-3610) öğütüldükten sonra elek delik açıklığı 300-400, 400-500, 500-600 µm olan eleklerden (RETSH) geçirilmiş ve pektin ekstraksiyonunda bu aralıktaki örnekler kullanılmıştır. Örnekler kilitli plastik poşetlerde +4°C'de muhafaza edilmiştir.

Nar kabuklarından pektin ekstraksiyonu

Pektin ekstraksiyonu Wang ve ark. (2015)'in uyguladıkları yöntemde bazı modifikasyonlar yapılarak gerçekleştirilmiştir. Kurutulmuş ve farklı partikül boyutlarına getirilmiş nar kabukları, hidroklorik asit ile pH'sı 1,2'ye ayarlanmış distile sulu çözeltiye 1:20 (w/v) oranında eklenerek farklı sıcaklıklara (70, 80 ve 90°C) ayarlanmış çalkalamalı su banyosunda (Stuart, SBS40) farklı sürelerde (30, 45 ve 60 dakika) tutularak gerçekleştirilmiştir. Ekstraktlar + 4°C'ye soğutulduktan sonra 5000 rpm de 20 dakika santrifüjlenmiştir. Süpernatant kısmı (V_f) alınmış ve eşit hacimde %96'lık etil alkol ilave edilerek 4°C'de 2 saat bekletilmiştir. Çöken pektin cendere bezinden süzülerek ayrılmış ve %96'lık etil alkol ile birkaç kez yıkanmıştır. Daha sonra 50°C'de bir gece bekletilerek kurutulmuştur. Pektin verimi eşitlik (1) kullanılarak hesaplanmıştır (Wang ve ark., 2015).

$$\%Verim = \frac{M}{m} \times \frac{V}{V_f} \times 100 \quad (1)$$

- m = Ekstraksiyona alınan örnek miktarı (g)
M = Kurutulmuş pektin miktarı (g)
V = Asitli su miktarı (ml) (pH=1,2)
V_f = Süpernatant miktarı (ml)

Pektin veriminin optimize edilmesi

Nar kabuklarında pektin ekstraksiyonuna partikül boyutu, sıcaklık ve sürenin etkisinin incelenmesi için optimizasyon çalışması yapılmıştır. Ekstraksiyon koşullarının optimizasyonunda MINITAB 18 (State College, PA) programında Yanıt-Yüzey analizi uygulanmıştır. Yanıt-yüzey yöntemi kullanılırken, ikinci dereceden modellemeye izin veren Box-Behnken deneme deseni üç faktör, üç düzey ve iki tekerrürlü olarak uygulanmıştır. Çalışmada kullanılan faktörlerin düzeyleri Çizelge 1'de, Box-Behnken deneme deseni ise Çizelge 2'de verilmiştir. Çizelge 1'de yer alan "-1" en az (minimum), "0" orta (merkez) ve "1" ise, en yüksek (maksimum) düzeyi ifade etmektedir.

Nar kabuklarından elde edilen pektinde yapılan analizler

Aşağıda belirtilen analizler en yüksek verimin elde edildiği optimum koşullarda elde edilen pektin örneğinde gerçekleştirilmiştir.

Eşdeğer (ekivalent) ağırlığının belirlenmesi

Pektin örneklerinin eşdeğer ağırlığının belirlenmesi için 250 ml'lik erlenmayer içerisine 0,5 g pektin örneği tartılmış, üzerine 5 ml etanol eklenmiştir. Daha sonra 1 g sodyum klorür ve 100 ml distile su ilave edilip çalkalanarak pektinin çözünmesi sağlanmıştır. Pektin çözüldükten sonra 6 damla fenol kırmızısı ilave edilerek 0,1 N NaOH ile titre edilmiştir. Ekivalent ağırlığın hesaplanmasında eşitlik (2) kullanılmıştır (Azad ve ark., 2014).

$$\text{Eküvalent ağırlık} = \frac{W \times 1000}{\text{HNA} \times \text{NNA}} \quad (2)$$

HNA= Harcanan NaOH (ml)

NNA= Normalite NaOH

W =: Örnek ağırlığı (g)

Metoksil içeriğinin belirlenmesi

Ekivalent ağırlığının belirlenmesi için toplanan nötral çözelti üzerine 25 ml 0,25 N NaOH eklenip oda sıcaklığında 30 dakika bekletilmiştir. Süre sonunda 25 ml 0,25 N HCl ve 6 damla fenol kırmızısı eklenip 0,1 N NaOH ile titre edilmiş ve harcanan NaOH hacmi (V₂) kullanılarak eşitlik (3) yardımıyla metoksil içeriği hesaplanmıştır (Azad ve ark., 2014).

$$\%Metoksil \text{ içeriği} = \frac{\text{HNA} \times \text{NNA} \times 31 \times 100}{W \times 1000} \quad (3)$$

HNA= Harcanan NaOH (ml)

NNA= Normalite NaOH

W: = Örnek ağırlığı (g)

31 = Metoksil grubunun (CH₃O) moleküler ağırlığı

Anhidrogalakturonik asit içeriğinin belirlenmesi

Ekivalent ağırlık ve metoksil değerleri kullanılarak, pektinin anhidrogalakturonik asit miktarı eşitlik (4) kullanılarak hesaplanmıştır (Azad ve ark., 2014).

$$\%AUA = \left[\frac{(176 \times 0.1Z \times 100)}{(W \times 1000)} \right] + \left[\frac{(176 \times 0.1Y \times 100)}{(W \times 1000)} \right] \quad (4)$$

Z = Ekivalent ağırlıkta kullanılan NaOH sarfiyatı (ml)

Y = Metoksil içeriği belirlemede kullanılan NaOH sarfiyatı (ml)

W = Örnek ağırlığı (g)

176 = Anhidrogalakturonik asidin moleküler birimi (1 birim)

Çizelge 1. Deneme deseninde kullanılan Bağımsız Değişkenlerin (Faktörlerin) Düzeyleri

Table 1. Levels of Independent Variables (Factors) used in experimental design

Bağımsız Değişkenler	Düzeyler			
	Kodlar	-1	0	1
Partikül boyutu(µm)	A	300-400	400-500	500-600
Sıcaklık (°C)	B	70	80	90
Süre (dakika)	C	30	45	60

Esterleşme derecesi

Ekivalent ağırlık ve metoksil içeriği değerleri kullanılarak pektinin esterleşme derecesi eşitlik (5) kullanılarak hesaplanmıştır (Azad ve ark., 2014).

$$\%ED = \left[\frac{(176 \times \%MeO)}{(31 \times \%AUA)} \right] \times 100 \quad (5)$$

İstatistik analiz ve şekil çizimi

Tüm denemeler iki tekkerrülü olarak gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçlarının ortalama \pm standart sapmalarının belirlenmesinde ve modelin istatistiksel analizinde MINITAB 18 (State College, PA) paket programı kullanılmıştır. Şekillerin MINITAB 18 (State College, PA) paket programı kullanılarak çiziminde, bir değişken optimum düzeyde sabit tutulup, diğer iki değişken deneme aralığı içerisinde değiştirilmiş ve böylelikle iz düşüm grafikleri çıkartılmıştır.

Bulgular ve Tartışma***Pektinin Ekstraksiyonu ve Ekstraksiyon Koşullarının Optimizasyonu***

Pektin üretiminde farklı bitkisel kaynakların seyreltik asit çözeltisiyle sıcaklık uygulayarak ekstrakte edilmesi ve daha sonra ekstraktta bulunan pektinin etanol ile çöktürülmesi yaygın olarak kullanılan yöntemdir (Maran

ve ark., 2013; Moorthy, 2015; Hosseini ve ark., 2019).

Değişik kaynaklardan pektin ekstraksiyonunun optimizasyonu üzerine daha önce yapılan araştırmalarda pektin verimi üzerine ekstraksiyon sıcaklığı, süresi, pH ve solvent ürün oranı gibi faktörler çalışılmıştır (Maran ve ark., 2013; Moorthy, 2015; Hosseini ve ark., 2019; Ceylan ve ark., 2017). Bu çalışmalarda düşük pH'ların pektin veriminde daha etkili olduğu ortaya konulmuştur. Yapılan ön deneme çalışmalarında sabit sıcaklık (80°C) ve sürede (45 dakika) ortam pH'sı 1.2-2,45 arasında değiştirildiğinde pH 1,2'de daha yüksek pektin verimi elde edilmiştir. Moorthy ve ark., (2015), nar kabuklarında farklı ekstraksiyon koşullarında pektin verimi üzerine yaptıkları çalışmada düşük pH'ların ekstraksiyon verimini arttırdığını belirtmişlerdir. Araştırmacılar bunun nedeninin çözünmeyen pektin bileşenlerinin asidik ekstraksiyon çözücüsüyle temas ettiğinde çözünür pektinlere dönüşmesi dolayısıyla pektin geri kazanımının asidik pH'da maksimum olmasına ayrıca pH değerinin artmasının ise pektinin kümeleşerek pektin salınımını geciktirmesine ve verimi azaltmasına bağlamışlardır. Bu nedenle yapmış olduğumuz çalışmada ortam pH'sı tüm ekstraksiyonlar için pH 1,2 olarak seçilmiştir.

Çalışmada partikül boyutu, sıcaklık ve sürelerin seçimi ise ön denemelerle belirlenmiştir. Deneysel ve kullanılan modele göre tahmin edilen pektin verimi sonuçları Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. Box-Behnken deney tasarımına göre elde edilen pektin verimleri

Table 2. Pectin yields according to Box-Behnken experiment design

Deney sıra no	Kodlu değerler			Gerçek değerler			Verim (%)	
	A	B	C	A	B	C	Deneysel	Tahmini
1	0	-1	-1	400-500	70	30	10,98	9,68
2	-1	0	-1	300-400	80	30	20,12	19,81
3	0	1	1	400-500	90	60	18,11	18,96
4	-1	-1	0	300-400	70	45	16,16	17,29
5	0	1	1	400-500	90	60	18,85	18,96
6	0	-1	-1	400-500	70	30	9,34	9,68
7	0	-1	1	400-500	70	60	16,22	16,32
8	-1	1	0	300-400	90	45	23,56	24,57
9	0	0	0	400-500	80	45	26,60	26,22
10	1	1	0	500-600	90	45	23,54	23,74
11	1	0	-1	500-600	80	30	18,72	18,29
12	0	0	0	400-500	80	45	26,58	26,22
13	-1	-1	0	300-400	70	45	17,70	17,29
14	0	-1	1	400-500	70	60	15,40	16,32
15	1	1	0	500-600	90	45	24,66	23,74
16	0	1	-1	400-500	90	30	19,14	19,04
17	-1	1	0	300-400	90	45	24,83	24,57
18	-1	0	-1	300-400	80	30	19,25	19,81
19	-1	0	1	300-400	80	60	21,90	21,11
20	0	1	-1	400-500	90	30	19,94	19,04
21	0	0	0	400-500	80	45	26,91	26,22
22	1	-1	0	500-600	70	45	19,53	19,03
23	0	0	0	400-500	80	45	26,20	26,22
24	-1	0	1	300-400	80	60	22,05	21,11
25	1	0	-1	500-600	80	30	16,14	18,29
26	0	0	0	400-500	80	45	25,36	26,22
27	1	0	1	500-600	80	60	23,07	23,54
28	0	0	0	400-500	80	45	25,66	26,22
29	1	-1	0	500-600	70	45	19,30	19,03
30	1	0	1	500-600	80	60	24,27	23,54

Çizelge 3 Varyans analizi sonuçları

Table 3 Variance analysis results

Varyasyon kaynakları	SD ^b	Kareler toplamı	Kareler ortalaması	F değeri
Model ^a	9	582,463	64,718	75,05***
Doğrusal	3	187,713	62,571	72,56***
A	1	0,840	0,840	0,97
B	1	143,882	143,882	166,86***
C	1	42,991	42,991	49,86***
Kareler	3	361,126	120,375	139,60***
A×A	1	2,223	0,251	0,29
B×B	1	148,002	175,474	203,50***
C×C	1	210,902	210,902	244,59***
2 yönlü interaksiyon	3	33,624	11,208	13,00***
A×B	1	3,334	3,334	3,87
A×C	1	7,781	7,781	9,02**
B×C	1	22,508	22,508	26,10***
Hata	20	17,246	0,862	
Uyum eksikliği	3	6,074	2,025	3,08
Saf hata	17	11,172	0,657	
Toplam	29	599,709		

^a: R²= 97,12; R² (tahmini)= 92,98, R² (adj)= 95,83; ^b: Serbestlik Derecesi; **: P<0,01 ***: P<0,001

Çizelge 2 incelendiğinde nar kabuklarında deneysel olarak belirlenen pektin veriminin %9,34 ile %26,91 arasında değiştiği görülmektedir. Yapılan çalışmada en düşük verim, 400-500 µm partikül boyutunda, 70°C sıcaklıkta ve 30 dakikada yapılan ekstraksiyonda (%9,34) elde edilirken, en yüksek verim ise 400-500 µm partikül boyutunda, 80°C sıcaklıkta ve 45 dakikada yapılan ekstraksiyonda (%26,91) elde edilmiştir. Nar kabuklarında pektin verimi üzerine yapılan çalışmalarda farklı ekstraksiyon koşullarında pektin verimini Moorthy ve ark. (2015), %4,23-24,18, Abid ve ark., (2016, 2017), %6,4-1,0, %6,81-%10,12, Pereira ve ark. (2016), %4,29- 11,18, Yang ve ark. (2018b) %8,5, Zhai ve ark. (2018) %27,3 olarak bulmuşlardır. Görüldüğü üzere bu çalışmada kullanılan nar kabuklarının pektin verimi genel olarak diğer çalışmalardan daha yüksek bulunmuştur. Çalışmada ekstraksiyon veriminin daha yüksek olması yukarıda da belirtildiği gibi kullanılan ekstraksiyon çözeltisinin pH'sının bahsedilen çalışmalardan daha düşük olması nedeniyle olduğu söylenebilir (Moorthy ve ark., 2015; Abid ve ark., 2016, 2017; Pereira ve ark., 2016). Ayrıca daha önce yapılan çalışmalarda aynı kaynaktan elde edilen pektin verimi üzerine, ekstraksiyon yöntemi, ürün:solvent oranı, partikül büyüklüğü, pH, sıcaklık ve süre gibi faktörlerin etkili olduğu tespit edilmiştir (Moorthy ve ark., 2015; Abid ve ark., 2016; Pereira ve ark., 2016; Naqash ve ark., 2017). Diğer taraftan bitkisel kaynaklardaki pektin verimi üzerine çeşit ve olgunluğun da etki ettiği belirtilmektedir (Azad ve ark., 2014; Khamsucharit ve ark., 2018).

Farklı pektin kaynaklarından pektin verimi üzerine yapılan çalışmalarda elma posasında %18-20 (Canteri-Schemin ve ark., 2005), limon, portakal ve greylort kabuğunda %16,71, 15,92 ve 15,70 (Aina ve ark., 2012), limon posasında %10,83-13,13 (Azad ve ark., 2014), duryan meyvesinde %8,7-9,3 (Maran, 2015), muz kabuğunda %11,87-16,54 (Castillo-Israel ve ark., 2015), ekşi portakal kabuğunda %6,2-26,2 (Hosseini ve ark., 2019), muz kabuklarında %5,2-12,2 (Oliveira ve ark., 2016), enginar atıklarında %4,55-5,31 (Ceylan ve ark., 2017), portakal, greylort, limon ve misket limonunda %11-

25, %22-28, %21-31 ve %9-34 (Chan ve ark., 2017), ve patates pulpunda %4,08-14,34 (Yang ve ark., 2018a) olarak bulunmuştur. Çalışmada kullanılan nar kabuklarının pektin verimleri dikkate alındığında pektin üretimi için oldukça iyi bir kaynak olduğu görülmektedir.

Deney sonuçları için yapılan varyans analizi sonuçları, Çizelge 3'te verilmiştir. Liu ve ark. (2008) modelin uygunluğunun belirlenmesinde model uyum eksikliğinin kontrol edilmesi gerektiğini belirtmişlerdir. Çizelge 3 incelendiğinde, elde edilen modelin uygunluğunu ölçen, model uyum eksikliği önemsiz (P>0,05) bulunmuştur. Model uyum eksikliği testinin önemsiz olması, modelin bağımsız değişkenlerin incelenen aralıklarındaki herhangi bir kombinasyonunda nar kabuklarında pektin ekstraksiyonunda pektin verimini tahmin etmek için yeterince doğru olduğunu göstermektedir. Determinasyon katsayısı R²=97,12, düzeltilmiş R²=95,83 tespit edilmiştir. Regresyon katsayılarının yüksek bulunması modelin uygunluğunu ve bağımsız değişkenler ve yanıt arasındaki ilişkinin kesinliğini ifade etmektedir (Moorthy ve ark., 2015).

Varyans analiz tablosu incelendiğinde pektin verimi üzerine, tek başına partikül boyutunun ve partikül boyutu × sıcaklık etkileşiminin etkisi önemsizken, sıcaklık, sürenin doğrusal ve ikinci derece etkilerinin ve de partikül boyutu × süre ve sıcaklık × süre etkileşimlerinin etkilerinin önemli (P<0,001) olduğu gözlenmiştir. Kullanılan faktör düzeyleri ile pektin verimi arasındaki ilişkiyi gösteren ve regresyon analizi sonucu elde edilen model eşitliği (6) aşağıda verilmiştir.

$$\begin{aligned} \text{Verim} = & 26,2176 + 0,229077A + 2,99877B \\ & + 1,63918C - 0,184325A^2 - 4,87464B^2 \\ & - 5,34413C^2 - 0,645584A \times B + 0,986247A \\ & \times C - 1,67736B \times C \end{aligned} \quad (6)$$

Varyans analizi sonucu partikül boyutu × süre ve sıcaklık × süre etkileşimlerinin etkisi önemli (P<0,001) olduğundan, partikül boyutu, süre ve sıcaklıktaki değişimlerin pektin verimini nasıl etkilediğini belirlemek

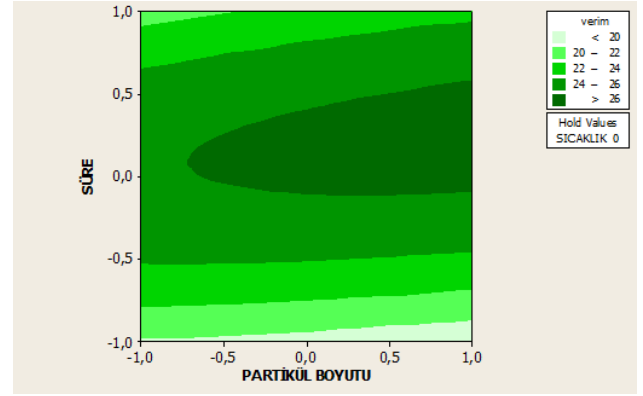
için önemli olarak bulunan bu etkileşimlere ilişkin iz düşüm grafikleri çizilmiştir. Partikül boyutu × süre iz düşüm grafikleri çizilirken sıcaklık, sıcaklık × süre iz düşüm grafiği çizilirken ise partikül boyutu merkez seviyede sabit tutulup, diğer iki değişken deneme aralığı içerisinde değiştirilmiştir.

Partikül boyutu ve süre arasındaki ilişkiyi gösteren Şekil 1'den de görüldüğü gibi sıcaklık merkez düzeyde sabit tutulduğunda ve süre merkez olarak seçilen 45 dakika olduğunda partikül boyutundaki artış pektin verimi artırmıştır. Ancak süre +1 veya -1 yönünde değiştirildiğinde, tüm partikül boyutlarında yapılan ekstraksiyonlarda pektin veriminin düştüğü gözlenmiştir.

Şeker pancarı posasında pektin verimi üzerine yapılan bir araştırmada 90°C'de 2 saat olarak uygulanan sabit ekstraksiyon koşulunda partikül boyutu azaldıkça pektin ekstraksiyon veriminin arttığı belirtilmiştir (Huang ve ark., 2018). Yapılan bu çalışmada ise partikül boyutunun tek başına etkisinin önemli olmadığı ancak partikül boyutu × süre etkileşiminin, pektin verimi üzerine etkisinin önemli olduğu görülmüştür.

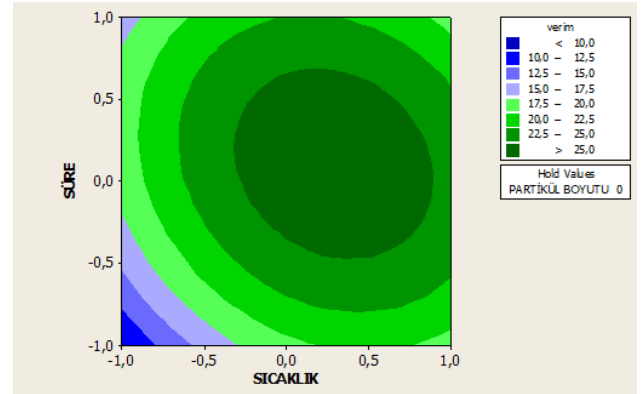
Partikül boyutu merkez düzeyde sabit tutulup (400-500 µm), süre ve sıcaklığın etkisinin verim üzerindeki etkisi incelendiğinde (Şekil 2), sıcaklık merkez noktadan maksimum noktaya yaklaştığında, sürenin -0,4 ile + 0,5 aralığında değişmesinin verimini arttırdığı gözlenmiştir. Süre ve sıcaklık düzeyleri minimum veya maksimum olduğunda ise pektin verimi düşmüştür. Abid ve ark., (2016) nar kabuklarından pektin ekstraksiyonunu optimize ettikleri çalışmalarında yapmış olduğumuz çalışmayla uyumlu olarak ekstraksiyon sıcaklığı ve süresinin belirli bir aralıkta artmasıyla daha yüksek pektin verimi elde ettiklerini, ancak sıcaklık ve sürenin azalması veya belli bir düzeyin üzerinde artmasının düşük pektin verimine neden olduğunu belirtmişlerdir. Araştırmacılar bu durumu düşük sıcaklık ve kısa sürede gerçekleştirilen ekstraksiyonlarda bitki hücre duvarındaki pektinin daha az çözünmesine, çok yüksek sıcaklık ve uzun sürede yapılan ekstraksiyonlarda ise pektin moleküllerinin parçalanmasına bağlamışlardır. Benzer bulgular Maran (2015) tarafından da tespit edilmiştir. Yapılan bu çalışmada da süre ve sıcaklığın -1 düzeylerinde olduğunda en düşük pektin verimi elde edilmiştir.

Çalışma bulguları, nar kabuklarından elde edilen pektin veriminin yüksek olması için faktör düzeyleri arasında belli bir dengenin olması gerektiğini göstermiştir. Bu nedenle Box-Behnken tasarımı ile optimizasyon yapılarak, pektin veriminin maksimum olabilmesi için en uygun faktör düzeyleri belirlenmiştir. Optimizasyon sonucu, en yüksek pektin veriminin elde edilebilmesi için partikül boyutunun 0,6768, sıcaklığın 0,2323 ve sürenin ise 0,1717 düzeyinde olması gerektiği ve bu durumda pektin veriminin %26,79 olacağı görülmüştür. Optimizasyon sonucunda gerçek faktör düzeylerinin partikül boyutunda 468-568 µm, sıcaklıkta 82°C ve sürede ise 47,5 dakika olması gerektiği hesaplanmıştır. Bu sonucun sağlanıp sağlanmadığının kontrolü amacıyla optimum olarak belirlenen koşullarda yapılan 3 tekrarlı ekstraksiyonda pektin verimi %25,96 ±0,65 olarak bulunmuştur. Görüldüğü üzere deneysel pektin veriminin optimizasyon sonucunda olması gereken tahmini pektin verimine oldukça yakın bulunmuştur.



Şekil 1. Pektin veriminin süre ve partikül boyutuna bağlı olarak değişimi

Figure 1. Variation of pectin yield based on time and particle size



Şekil 2. Pektin veriminin süre ve sıcaklığa bağlı olarak değişimi

Figure 2. Variation of pectin yield based on time and temperature

Çizelge 4. Pektinin eşdeğer ağırlık, metoksil içeriği, anhidrogalakturonik asit içeriği ve esterleşme derecesi
Table 4. Equivalent weight, methoxyl content, anhydrogalacturonic acid content and degree of esterification of pectin

Özellik	Değer
Eşdeğer ağırlık (mg)	488,01 ± 11,90
Metoksil içeriği (%)	5,74 ± 0,16
Esterleşme derecesi (%)	47,43 ± 0,07
Anhidrogalakturonik asit (%)	68,64 ± 1,76

Pektinin Eşdeğer Ağırlık, Metoksil İçeriği, Anhidrogalakturonik Asit İçeriği ve Esterleşme Derecesi

Nar kabuklarından elde edilen pektinin eşdeğer ağırlığı, metoksil içeriği, anhidrogalakturonik asit içeriği, esterleşme derecesi ve galaktronik asit miktarları Çizelge 4'te verilmiştir.

Eşdeğer ağırlık, pektinin eşdeğer ağırlığı pektin zincirindeki serbest (esterleşmemiş) galakturonik asitin toplam içeriğidir. Bu nedenle eşdeğer ağırlık, esterifikasyon derecesi ve metoksil içeriği ile ilişkilidir (Ramli ve Asmawati, 2011). Eşdeğer ağırlık pektinde anhidrogalakturonik asit içeriğini ve esterleşme derecesini hesaplamak için kullanılan bir değerdir (Ranganna, 1986; Ismail ve ark., 2012; Castillo-Israel ve ark., 2015). Ayrıca eşdeğer ağırlık pektinin jel yapabilme özelliğinin bir göstergesidir (Castillo-Israel ve ark., 2015).

Nar kabuklarından elde edilen pektin örneklerinin eşdeğer ağırlığı 488,01 mg olarak bulunmuştur (Çizelge 4). Literatürde nar kabuklarında pektin ekstraksiyonu üzerine yapılan çalışmalarda eşdeğer ağırlığın belirlendiği çalışmaya rastlanılmamıştır. Ancak diğer pektin kaynaklarında eşdeğer ağırlık limon posasında 368-1632 (Azad ve ark., 2014), elma posasında 833,33-1666,30 (Kumar ve Chauhan, 2010), kakao kabuğunda 510,68-645,19 (Ramli ve Asmawati, 2011), limon, portakal ve greyfurtta sırasıyla 694,44, 534 ve 793,60 (Aina ve ark., 2012), ejderha meyvesinde 475,64 (Ismail ve ark., 2012), Hint ayvasında 1209,5 (Jindal ve ark., 2013), Kaffir Lime (*Citrus hystrix*) meyvesinde 234,74 (Shaha ve ark., 2013) ve muz kabuğunda 953,89-1503,16 (Castillo-Israel ve ark., 2015), enginar atıklarında 576,60-764,68 (Ceylan ve ark., 2017) olarak bulunmuştur. Görüldüğü üzere bu çalışmada bulunan eşdeğer ağırlık yukarıda bahsedilen çalışmaların bazılarında düşük bazılarında ise yüksek bulunmuştur. Düşük eşdeğer ağırlığı pektinin kısmi olarak bozulduğunu (Azad ve ark., 2014) ve pektinin düşük jelleşme eğiliminde olduğunu göstermektedir (Kumar ve Chauhan, 2010). Eşdeğer ağırlığın düşük veya yüksek olması ekstraksiyon ortamının pH'sına bağlıdır. Düşük pH'lı ortamda pektin molekülleri uzun zincirler oluşturup polimerleşir ve serbest asit içeriğinin azalmasına bağlı olarak yüksek eşdeğer ağırlığa sahip pektin oluşturur (Ramli ve Asmawati, 2011). Ayrıca eşdeğer ağırlık pektin ekstraksiyon yöntemine, uygulanan sıcaklık ve süreye bağlı olarak da değişir (Kumar ve Chauhan, 2010; Shaha ve ark., 2013; Roy ve ark., 2018).

Metoksil içeriği, pektin molekülündeki 100 mol galakturonik asitteki metil alkolün mol sayısı olarak tanımlanmaktadır (Ramli ve Asmawati, 2011). Metoksil içeriği pektinin sınıflandırılması için önemli bir moleküler indekstir ve bu indeks pektin molekülündeki tüm esterleşmiş gruplar içerisindeki metil ester olarak bağlanmış karboksilik grupların yüzdesini ifade eder (Khan, ve ark., 2014). Metoksil içeriği pektinin jel kuvveti, jelleşme süresi ve metal iyonlarına duyarlılığını kontrol etmede önemli bir parametredir. Dolayısıyla pektin solüsyonlarının ve pektin jel ağ yapısının fonksiyonel özelliklerinin belirlenmesinde önemlidir (Ramli ve Asmawati, 2011; Aina ve ark., 2012; Azad ve ark., 2014). Meyvelerdeki pektinin özelliği metoksil içeriği ve jel gücüne bağlı olarak değişir. Ticari pektinlerin metoksil içeriği %8-11 arasında değişmekte ve bu pektinler yüksek şeker konsantrasyonlarında (%65 veya daha fazla) jel oluşturabilmektedir. Düşük metoksilli pektinler (%7 veya daha az) ise yüksek şeker içeren ortamlarda jel oluşturamazken çok değerli katyonların varlığında, düşük şeker konsantrasyonlarında veya şekerli ortamlarda jeller oluşturabilir (Ranganna, 1986).

Nar kabuklarında ekstrakte edilen pektinin metoksil içeriği %5,74 olarak (Çizelge 4) bulunmuştur. Dolayısıyla çalışmada elde edilen pektinin düşük metoksilli olduğu görülmektedir. Literatürde nar kabuklarında pektin ekstraksiyonu üzerine yapılan çalışmalarda metoksil içeriğinin belirlendiği çalışmaya rastlanılmamıştır. Diğer pektin kaynaklarında yapılan çalışmalarda metoksil içeriği; soya kavuzunda %3,89-7,53, (Gnanasambandam ve Proctor, 1999), mango, muz, greyfurt ve misket kabuğunda sırasıyla %7,33, %7,03, %8,57 ve %9,92 (Madhav ve Pushpalatha, 2002), kakao kabuğunda %4,62-6,01 (Ramli

ve Asmawati, 2011), elma posasında %6,46 (Sato ve ark., 2011), limon, portakal ve greyfurtta sırasıyla %4,46, %5,79 ve %3,90 (Aina ve ark., 2012), ejderha meyvesinde %2,98-4,34 (Ismail ve ark., 2012), greyfurt kabuğunda %10,86-12,50 (Khan ve ark., 2014), farklı muz çeşitlerinde %3,86-8,46, turuncgil kabuğunda %9,06 ve elma posasında %7,92 (Khamsucharit ve ark., 2018) olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmaların sonuçlarından da görüldüğü gibi metoksil içeriği bitki kaynağına, olgunluğa, ekstraksiyon yöntemine, sıcaklığına, süresine, pH'ya ve ekstraksiyonda kullanılan asidin çeşidine bağlı olarak değişmektedir (Kumar ve Chauhan 2010; Aina ve ark., 2012; Ismail ve ark., 2012; Gazala ve ark., 2017; Khamsucharit ve ark., 2018).

Esterleşme derecesi, pektin moleküllerindeki galakturonik asitin bir kısmı metil alkolle esterleşmiştir. Pektin moleküllerindeki galakturonik asit ünitesindeki esterleşmiş karboksil gruplarının toplam karboksil gruplarına oranı esterleşme derecesi olarak ifade edilmektedir (Cemeroğlu, 2013). Pektin molekülündeki 100 galakturonik asit ünitesinden esterleşmiş olanların sayısı, esterleşme derecesini gösterir. Esterleşme derecesi pektinin fonksiyonel özelliğini belirleyen ana faktörlerden biridir. Pektin esterleşme derecesine göre sınıflandırılmaktadır. Esterleşme derecesi %50'nin altında olanlar düşük metoksilli ve esterleşme derecesi %50'nin üzerinde olanlar ise yüksek metoksilli pektin olarak değerlendirilmektedir (Cemeroğlu, 2013; Azad ve ark., 2014).

Çalışmada nar kabuklarından elde edilen pektin örneklerinin esterleşme derecesi %47,43 olarak bulunmuştur (Çizelge 4). Yapmış olduğumuz çalışma sonuçlarına benzer şekilde Pereira ve ark. (2016), nar kabuğunda esterleşme derecesini farklı ekstraksiyon koşullarında %47,18-71,45, Abid ve ark., (2017) %34,1-46,1 ve Khatip ve ark., (2017) ise %53,8 olarak bulmuşlardır. Nar kabuğunda yapmış olduğumuz çalışmada bulunan %47,43 esterleşme derecesi ekstrakte edilen pektinin düşük metoksilli pektin (ED<%50) olduğunu göstermiştir. Düşük esterleşme dereceli pektinler iki değerli katyonlar varlığında düşük miktarda şeker ya da şekerli jeller oluşturabilir. Bu özelliklerinden dolayı diyet reçel veya reçel benzeri düşük şekerli gıdalarda kullanılmaya elverişlidir (Ismail ve ark., 2012). Esterleşme derecesi bitkinin çeşidine, dokusuna ve olgunlaşma süresine bağlı olarak değişmektedir (Sundar Raj ve ark., 2012). Olgunlaşma ilerledikçe meyvelerin şekerlerinin arttığı ve pektinin protopektine dönüşmesine bağlı olarak esterleşme derecesinin düştüğü belirtilmektedir (Azad ve ark., 2014). Farklı pektin kaynaklarında yapılan çalışmalarda esterleşme derecesi elma posasında %68,8, %72,29 (Canteri-Schemin ve ark., 2005; Sato ve ark., 2011), greyfurt kabuğunda %75,34, (Bagherian ve ark., 2011), ejderha meyvesinde %31,05-46,96 (Ismail ve ark., 2012), Hint ayvasında %47,20 (Jindal ve ark., 2013), limon posasında %33,59-79,51 (Azad ve ark., 2014), portakal kabuğunda %1,7-37,5 (Hosseini ve ark., 2019), elma suyu konsantrasyonunda %49,35 (Gazala ve ark., 2017), enginarda %46,02-56,17 (Ceylan ve ark., 2017), sisal keneviri atıklarında %33,12-48,11 (Yang ve ark., 2018c), ve muz kabuğunda %63,15-72,03 (Khamsucharit ve ark., 2018) olarak bulunmuştur.

Ayrıca, esterleşme derecesinin ortam pH'sının düşürülmesiyle önemli ölçüde azaldığı, pektin ekstraksiyonunun sıcak ve asitli ortamda yapılmasının

pektin bozulmasına dolayısıyla esterleşme derecesinin düşmesine neden olduğu daha önceki çalışmalarda bildirilmektedir (Pagan ve Ibraiz, 2001; Gazala ve ark., 2017). Nar kabuklarında Pereira ve ark. (2016) tarafından pH 2'de yapılan çalışmada esterleşme derecesi, yapmış olduğumuz çalışma sonucuna benzer olarak %47,18 bulurken, pH 3,6'da %71,45 olarak bulunmuştur. Ancak Yang ve ark. (2018b) nar kabuklarında pH 1,7'de yaptıkları ekstraksiyonda esterleşme derecesini bu çalışmadan ve Pereira ve ark., (2016) tarafından yapılan araştırmadan daha yüksek (%75,6) bulmuşlardır. Çalışmalar arasındaki bu farklılığın kullanılan narların çeşit ve olgunluğunun farklı olması, ekstraksiyonda kullanılan asidin çeşidi, ekstraksiyon yöntemi, uygulanan sıcaklık ve sürenin farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Pektin, farklı derecelerde metil gruplarıyla esterleşmiş poligalakturonik asit ve %10 veya daha fazla arabinoz, galaktoz ve diğer şekerleri içeren kompleks bir polisakarittir (Ranganna, 1986). Anhidrogalakturonik asit içeriği ekstrakte edilen pektinlerin saflığını, esterleşme derecesini ve fiziksel özelliklerini tahmin etmek için kullanılan önemli bir parametredir (Castillo-Israel ve ark., 2015; Ceylan ve ark., 2017). Ekstrakte edilen pektinin anhidrogalakturonik asit içeriği %65'ten düşük olmamalıdır (Azad ve ark., 2014; Castillo-Israel ve ark., 2015). Anhidrogalakturonik asit içeriğinin %65'ten daha düşük olması ekstrakte edilen pektinde protein, nişasta ve şeker bulunması nedeniyle yeterince saf olmadığını göstermektedir (Ismail ve ark., 2012; Azad ve ark., 2014). Çalışmada anhidrogalakturonik asit içeriği %68,64 olarak bulunmuştur (Çizelge 4). Abid ve ark., (2017) nar kabuklarında anhidrogalakturonik asit içeriğini farklı çeşitlerde %47,05-68,51 olarak bulmuşlardır. Sonuçlarımız bu değerler arasındadır. Yapılan çalışmalarda anhidrogalakturonik asit içeriği meyve çeşidine, meyvenin olgunluğuna bağlı olarak değiştiği belirtilmektedir (Azad ve ark., 2014; Khamsucharit ve ark., 2018). Farklı pektin kaynaklarında yapılan çalışmalarda elma posasında %50,82, %59,52 (Sato ve ark., 2011; Kumar ve Chauhan, 2010), ejderha meyvesinde %45,25-54,44 (Ismail ve ark., 2012), limon posasında %34,12-73,22 (Azad ve ark., 2014), muz kabuğunda %74,29 (Castillo-Israel ve ark., 2015), pomelo meyvesinde %84,29-85,57 (Roy ve ark., 2018), enginarıda %72,47-78,31 (Ceylan ve ark., 2017), muz çeşitlerinde %34,56-66,67, citrus kabuklarında %82,05, elma posasında %76,80 olarak bulunmuştur (Khamsucharit ve ark., 2018). Ayrıca, yapılan çalışmalarda ortam pH'sı, ekstraksiyonda kullanılan asidin çeşidi, ekstraksiyon yöntemi, sıcaklığı ve süresinin pektinin anhidrogalakturonik asit miktarına etki ettiği belirtilmektedir (Kumar ve Chauhan, 2010; Ismail ve ark., 2012; Sotanaphun ve ark., 2012; Shaha ve ark., 2013; Gazala ve ark., 2017). Bulduğumuz anhidrogalakturonik asit içeriğinin %65'ten fazla olması ekstrakte edilen pektinin standarda uygun ve oldukça saf olduğunu göstermektedir.

Sonuç

Bu çalışmada nar kabuklarından pektin elde etmek için sıcaklık, süre ve partikül boyutu gibi ekstraksiyon koşullarının pektin verimi üzerine etkisi belirlenmiştir. Bu amaçla ekstraksiyon koşulları optimize edilmiştir. Varyans analizi sonucu pektin verimi üzerine partikül boyutu × süre ve sıcaklık × süre etkileşimlerinin etkisi önemli ($P < 0,001$) bulunmuştur. Nar kabuğundan pektin ekstraksiyonu için optimum koşullar partikül boyutu 468-568 µm, sıcaklık

82°C ve süre ise 47,5 dakika olarak belirlenmiştir. Bu koşullarda yapılan ekstraksiyon sonucunda pektin verimi %25,96 olarak bulunmuştur. Ayrıca üretilen pektinin ekvivalent ağırlığı 488,01 mg, metoksil içeriği %5,74, esterleşme derecesi, %47,43 ve anhidrogalakturonik asit içeriği ise %68,64 olarak belirlenmiştir. Çalışmada nar kabuklarının pektin verimi dikkate alındığında, pektin üretimi için oldukça iyi bir kaynak olduğu görülmektedir. Ayrıca sonuçlar nar kabuğundan elde edilen pektinin düşük metoksilli pektin olduğu ve düşük kalorili jeller hazırlamak için kullanılabileceğini göstermiştir.

Teşekkür

Bu çalışma, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Araştırma Projeleri (CÜBAP) Komisyonu tarafından M-660 No'lu proje kapsamında desteklenmiştir. Yazarlar olarak CÜBAP'a teşekkürlerimizi sunarız.

Kaynaklar

- Abid M, Cheikhrouhou S, Renard CM, Bureau S, Cuvelier G, Attia H, Ayadi MA. 2017. Characterization of pectins extracted from pomegranate peel and their gelling properties. *Food Chem*, 215: 318-325.
- Abid M, Renard CM, Watrelot AA, Fendri I, Attia H, Ayadi MA. 2016. Yield and composition of pectin extracted from Tunisian pomegranate Peel. *Int J Biol Macromol*, 93: 186-194.
- Aina VO, Barau, MM, Mamman OA, Zakari A, Haruna H, Umar MH, Abba YB. 2012. Extraction and characterization of pectin from peels of lemon (*Citrus limon*), grape fruit (*Citrus paradisi*) and sweet orange (*Citrus sinensis*). *Brit J Pharmacol Toxicol*, 3(6): 259-262.
- Al-Jarallah A, Igdoura F, Zhang Y, Tenedero CB, White EJ, MacDonald ME, Trigatti BL. 2013. The effect of pomegranate extract on coronary artery atherosclerosis in SR-BI/APOE double knockout mice. *Atherosclerosis*, 228(1): 80-89.
- Aviram M, Volkova N, Coleman R, Dreher M, Reddy MK, Ferreira D, Rosenblat M. 2008. Pomegranate phenolics from the peels, arils, and flowers are antiatherogenic: studies in vivo in atherosclerotic apolipoprotein E-deficient (E0) mice and in vitro in cultured macrophages and lipoproteins. *J Agr Food Chem*, 56 (3): 1148-1157.
- Azad AKM., Ali MA, Akter MS, Rahman MJ, Ahmed M. 2014. Isolation and characterization of pectin extracted from lemon pomace during ripening. *Journal of Food and Nutrition Sciences*, 2(2): 30-35.
- Bagherian H, Ashtiani FZ, Fouladitajar A, Mohtashamy M. 2011. Comparisons between conventional, microwave- and ultrasound-assisted methods for extraction of pectin from grapefruit. *Chem Eng Process*, 50: 1237-1243.
- Banihani SA, Makahleh SM, El-Akawi Z, Al-Fashtaki RA, Khabour OF, Gharbeh MY, Saadah NA, Al-Hashimi FH, Al-Khasieb NJ. 2014. Fresh pomegranate juice ameliorates insulin resistance, enhances β -cell function, and decreases fasting serum glucose in type 2 diabetic patients. *Nutr Rev*, 34: 862-867.
- Canteri-Schemin MH, Fertoni HCR, Waszczyński N, Wosiacki G. 2005. Extraction of pectin from apple pomace. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48(2): 259-266.
- Castillo-Israel KAT, Baguio SF, Diasanta MDB, Lizardo RCM, Dizon EI, Mejico MIF. 2015. Extraction and characterization of pectin from Saba banana [*Musa saba*] (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*) peel wastes: A preliminary study. *International Food Research Journal*, 22(1): 202-207.
- Cemeroğlu, B. 2013. Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi. Cilt I, Bizim Grup Basımevi, 707 s, Ankara.

- Ceylan C, Bayraktar O, Atci E, Sarrafi Ş. 2017. Extraction and characterization of pectin from fresh globe artichoke and canned artichoke waste. *Gıda/The Journal of Food*, 42(5): 568-576.
- Chan SY, Choo WS, Young DJ, Loh, XJ. 2017. Pectin as a rheology modifier: Origin, structure, commercial production and rheology. *Carbohydr Polym*, 161: 118-139.
- Değirmencioglu A, ve Yazgi A. 2006. Tepki Yüzeyleri Metodolojisi” Optimizasyon Esaslı Çalışmalara İlişkin Teorik Esaslar ve Tarımsal Mekanizasyon Uygulamaları”. *Tarım Makinaları Bilimi Dergisi*, 2(2): 111-115.
- Gazala K, Masoodi FA, Masarat HD, Rayees B, Shoib MW. 2017. Extraction and characterisation of pectin from two apple juice concentrate processing plants. *International Food Research Journal*, 24(2): 594-599.
- Geerkens CH, Nagel A, Just KM, Miller-Rostek P, Kammerer DR, Schweiggert RM, Carle R. 2015. Mango pectin quality as influenced by cultivar, ripeness, peel particle size, blanching, drying, and irradiation. *Food Hydrocolloid*, 51: 241-251.
- Gnanasambandam R, Proctor A. 1999. Preparation of soy hull pectin. *Food Chem*, 65(4): 461-467.
- Gökçe B, ve Taşgetiren S. 2009. Kalite için deney tasarımı. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 6(1): 71-83.
- Hosseini SS, Khodaiyan F, Kazemi M, Najari Z. 2019. Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method. *Int J Biol Macromol*, 125: 621-629.
- Huang X, Li D, Wang LJ. 2018. Effect of particle size of sugar beet pulp on the extraction and property of pectin. *J Food Eng*, 218: 44-49.
- Ismail NSM, Ramli N, Hani NM, Meon Z. 2012. Extraction and characterization of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) using various extraction conditions. *Sains Malaysiana*, 41(1): 41-45.
- Jindal M, Kumar V, Rana V, Tiwary AK. 2013. Aegle marmelos fruit pectin for food and pharmaceuticals: Physico-chemical, rheological and functional performance. *Carbohydr Polym*, 93: 386-394.
- Kent L. 2008. Çoklu Doymamış Yağ Asitleri Eldesi: Tepki Yüzey Metodolojisi İle Optimizasyonu (İstanbul Teknik Üniversitesi, Doctoral dissertation, Fen Bilimleri Enstitüsü).
- Khan AA, Butt MS, Randhawa MA, Karim R, Sultan MT, Ahmed W. 2014. Extraction and characterization of pectin from grapefruit (*Duncan cultivar*) and its utilization as gelling agent. *International Food Research Journal*, 21(6): 2195.
- Khamsucharit P, Laohaphatanalert K, Gavinlertvatana P, Sriroth K, Sangseethong K. 2018. Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties. *Food Sci Biotech*, 27(3): 623-629.
- Khatib M, Giuliani C, Rossi F, Adessi A, Al-Tamimi A, Mazzola G, Gioia, DD, Innocenti M, Mulinacci, N. 2017. Polysaccharides from by-products of the Wonderful and Laffan pomegranate varieties: New insight into extraction and characterization. *Food Chem*, 235: 58-66.
- Kumar A, Chauhan GS. 2010. Extraction and characterization of pectin from apple pomace and its evaluation as lipase (steapsin) inhibitor. *Carbohydr Polym*, 82(2): 454-459.
- Lansky EP, Newman RA. 2007. *Punica granatum* (pomegranate) and its potential for prevention and treatment of inflammation and cancer. *J Ethnopharmacol*, 109(2): 177-206.
- Liu H, Zheng Y, Shen J. 2008. Goodness-of-fit measure of R² for repeated measures mixed effects models. *Journal of Applied Statistics*, 35 (10): 1081-1092.
- Madhav A, Pushpalatha, PB. 2002. Characterization of pectin extracted from different fruit wastes. *Journal of Tropical Agriculture*, 40: 53-55.
- Maran PJ, Sivakumar V, Thirugnanasambandham K, Sridhar R. 2013. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Carbohydr Polym*, 97: 703- 709.
- Maran JP. 2015. Statistical optimization of aqueous extraction of pectin from waste durian rinds. *Int J Biol Macromol*, 73: 92-98.
- Mohsen D. 2008. Pectin structure and biosynthesis. *Curr Opin Plant Biol* 11: 266-277.
- Moorthy IG, Maran JP, Muneeswari S, Naganyashree S, Shivamathi CS. 2015. Response surface optimization of ultrasound assisted extraction of pectin from pomegranate peel. *Int J Biol Macromol*, 72: 1323-1328.
- Naqash F, Masoodi FA, Rather SA, Wani SM, Gani A. 2017. Emerging concepts in the nutraceutical and functional properties of pectin A Review. *Carbohydr Polym*, 168: 227-239.
- Oğuz Hİ, Şen F, Eroğul, D. 2014. Güneydoğu Anadolu Bölgesinde Farklı Lokasyonlarda Yetiştirilen ‘Katırbaşı’ Nar (*Punica granatum L.*) Çeşidinin Depolanma Süresince Bazı Fiziksel ve Biyokimyasal İçeriklerindeki Değişimlerin Belirlenmesi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarım Bilimleri Dergisi*, 24(3): 309-316.
- Oliveira TÍS, Rosa MF, Cavalcante FL, Pereira PHF, Moates GK, Wellner N, Azeredo HM. 2016. Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chem*, 198: 113-118.
- Özgülven AI, Ak BE, Yılmaz C, İkinci A. 2000. Güneydoğu Anadolu Bölgesinde değişik nar çeşitlerinin adaptasyonu. TÜBİTAK Proje No:TARP-1797.
- Pagan J, Ibarz A, Llorca M, Pagan A, Barbosa-Cánovas GV. 2001. Extraction and characterization of pectin from stored peach pomace. *Food Res Int*, 34(7): 605-612.
- Pereira PHF, Oliveira TÍS, Rosa MF, Cavalcante FL, Moates, GK, Wellner N, Waldron KW, Azeredo HM. 2016. Pectin extraction from pomegranate peels with citric acid. *Int J Biol Macromol*, 88: 373-379.
- Ramli N, Asmawati 2011. Effect of ammonium oxalate and acetic acid at several extraction time and pH on some physicochemical properties of pectin from coca husk (theobroma cacao). *African Journal of Food Science*. 5: 790-798.
- Rangana S. 1986. Handbook of analysis and quality control of fruit and vegetable products. New Delhi, India: Tata McGraw Hill Publishing Co. Ltd.
- Roy MC, Alam M, Saeid A, Das BC, Mia MB, Rahman MA, Ahmed M. 2018. Extraction and characterization of pectin from pomelo peel and its impact on nutritional properties of carrot jam during storage. *J Food Process Pres*, 42(1): e13411.
- Sato MF, Rignon DC, Canteri MHG, Petkovicz CLO, Nogueira A, Wosiacki G. 2011. Chemical and instrumental characterization of pectin from dried pomace of eleven apple cultivars. *Maringá*, 33 (3): 383-389.
- Shaha RK, Punichelvana YNA, Afandi A. 2013. Optimized extraction condition and characterization of pectin from kaffir lime (*Citrus hystrix*). *Research Journal of Agriculture and Forestry Sciences*, 1(2): 1-11.
- Srivastava P, Malviya R. 2011. Sources of pectin, extraction and its applications in pharmaceutical industry an overview. *Indian J Nat Prod Resour* 2: 10-18.
- Sotanaphun U, Chaidedgumjorn A, Kitcharoen N, Satiraphan M, Asavapichayont P, Sriamornsak P. 2012. Preparation of pectin from fruit peel of Citrus maxima. *Science, Engineering and Health Studies (Former name” Silpakorn University Science and Technology Journal”)*, 6(1): 42-48.
- Sundar Raj AA, Rubila S, Jayabalan R, Ranganathan TV. 2012. A review on pectin: Chemistry due to general properties of pectin and pharmaceutical uses. *Scientific Reports*, 1: 2, 1-4.
- Tekindal MA. 2009. Yanıt yüzeyi metodu ve bir uygulama. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İstatistik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Ankara, Türkiye.
- Voragen AG, Coenen GJ, Verhoef RP, Schols HA. 2009. Pectin, a versatil polysaccharide present in plant cell walls. *Struct Chem*, 20(2): 263-275.

- Wang W, Ma X, Xu Y, Cao Y, Jiang Z, Ding T, Ye X, Liu D. 2015. Ultrasound-assisted heating extraction of pectin from grapefruit peel: Optimization and comparison with the conventional method. *Food Chem*, 178: 106–114.
- Xu Y, Zhang L, Bailina Y, Ge Z, Ding T, Ye X, Liu D. 2014. Effects of ultrasound and/or heating on the extraction of pectin from grapefruit peel. *J Food Eng*, 126: 72-81.
- Yang JS, Mu TH, Ma MM. 2018a. Extraction, structure, and emulsifying properties of pectin from potato pulp. *Food Chem*, 244: 197-205.
- Yang X, Nisar T, Hou Y, Gou X, Sun L, Guo Y. 2018b. Pomegranate peel pectin can be used as an effective emulsifier. *Food Hydrocolloid*, 85: 30-38.
- Yang Y, Wang Z, Hu D, Xiao K, Wu JY. 2018c. Efficient extraction of pectin from sisal waste by combined enzymatic and ultrasonic process. *Food Hydrocolloid*, 79: 189-196.
- Zhai X, Zhu C, Li Y, Zhang Y, Duan Z, Yang X. 2018. Optimization for pectinase-assisted extraction of polysaccharides from pomegranate peel with chemical composition and antioxidant activity. *Int J Biol Macromol*, 109: 244-253.
- Zhang W, Xu P, Zhang H. 2015. Pectin in cancer therapy: a review. *Trends Food Sci Tech*, 44(2): 258-271.