T.C.
HARRAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SÜPERKRİTİK CO_2 ile LİMON OTU (*Lemon verbena)* EKSTRAKTININ OPTİMİZASYONU, ENKAPSÜLASYONU ve DİĞER METOTLARLA KARŞILAŞTIRILMASI

Saliha ÖZER

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİMDALI

ŞANLIURFA
2021

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET i
ABSTRACT ii
TEŞEKKÜR iii
ŞEKİLLER DİZİNİ iv
ÇİZELGELER DİZİNİ vii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ ix
1. GİRİŞ 1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 8
2.1. *Lemon verbena* Bitkisi ile İlgili Yapılmış Önceki Çalışmalar 8
2.2. Süperkritik CO_2 Ekstraksiyonu ile İlgili Yapılmış Önceki Çalışmalar 12
3. MATERYAL ve YÖNTEM 14
3.1. Materyal 14
3.1.1. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan ön işlemler 14
3.2. Yöntem 15
3.2.1. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan ekstraksiyon işlemleri 15
3.2.1.1. Geleneksel yöntem ile ekstraksiyon işlemi 15
3.2.1.2. Mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi 16
3.2.1.3. Maserasyon yöntemi ile ekstraksiyon işlemi 18
3.2.1.4. Süperkritik CO_2 ekstraksiyon yöntemi 18
3.2.2. *Lemon verbena* bitkisi ekstre ve yağların enkapsülasyon işlemi 20
3.2.3. Fiziksel ve kimyasal analizler 26
3.2.3.1. Su aktivitesi analizi 26
3.2.3.2. Islanabilirlik 26
3.2.3.3. Kitle ve sıkıştırılmış kitle analizi 26
3.2.3.4. Hausner ve Carr indeks analizi 27
3.2.3.5. *Lemon verbena* enkapsüllerinin verim hesabı 28
3.2.3.6. Toplam fenolik madde miktarı analizi 28
3.2.3.7. Toplam fenolik madde miktarı analizi uygulanışı 29
3.2.3.8. Toplam flavonoid madde miktarı analizi 30
3.2.3.9. Toplam flavonoid madde miktarı analizi uygulanışı 31
3.2.3.10.DPPH ile antioksidant madde analizi 32
3.2.3.10.1. DPPH ile antioksidant madde analizi uygulanışı 32
3.2.3.11.ABTS ile antioksidant madde analizi 33
3.2.3.11.1. ABTS ile antioksidant madde analizi uygulanışı 34
3.2.3.12.CUPRAC ile antioksidan madde analizi 35
3.2.3.12.1. CUPRAC ile antioksidant madde analizi uygulanışı 36
3.2.3.13. Kondense tanen miktarı analizi ve uygulanışı 37
3.2.3.14. Toplam antosiyanin miktarı analizi 38
3.2.3.15. Toplam antosiyanin miktar analizi uygulanışı 38
3.2.3.16. Alfa glukozidaz enzim aktivitesi analizi ve uygulanışı 39
3.2.3.17. Duyusal Analiz 40
3.2.3.18. SEM analizi 42
3.2.3.19. XRD analizi 42
3.2.3.20. Kimyasal kompozisyon analizi 43
3.2.3.21. *Lemon verbena* bitkisi ve enkapsüllerinin elementel analizi 44
3.2.3.22. İstatistiksel analiz 44
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA 45
4.1. Süperkritik CO_2 Akışkan Ekstraksiyon Koşulları 45
4.2. Süpekritik CO_2 ekstraksiyonu reçetesi 46
4.3. *Lemon verbena* Ekstre ve Uçucu Yağının Fizikokimyasal Analizleri 50
4.3.1. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFMM değerleri 50

4.3.2. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFM değerleri 51
4.3.3. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının DPPH % inhibisyon değerleri 53
4.3.4. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının ABTS % inhibisyon değerleri 56
4.3.5. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının CUPRAC metodu ile antioksidant analizi . 59
4.3.6. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının kimyasal komposizyon analiz sonuçları 61
4.3.7. Püskürtmeli ve dondurarak kurutma için enkapsülasyon koşulları 67
4.3.7.1. Püskürtmeli kurutmada ekstre ve uçucu yağın enkapsülasyon koşulları 68
4.3.7.2. Dondurarak kurutmada ekstre ve uçucu yağın enkapsülasyon koşulları 69
4.4. *Lemon verbena* Ekstre ve Uçucu Yağının Enkapsülasyon Reçeteleri 70
4.5. *Lemon verbena* Ekstre ve Uçucu Yağı Enkapsüllerinin Fiziksel Analizleri 75
4.6. *Lemon verbena* Ekstre Enkapsüllerinin TFMM Analiz Değerleri 82
4.7. *Lemon verbena* Ekstre Enkapsüllerinin TFM Analiz Değerleri 84
4.8. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin % DPPH İnhibisyon Değerleri 87
4.9. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin ABTS % İnhibisyon Değerleri 91
4.10. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin CUPRAC İnhibisyon Değerleri 95
4.11. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin Kimyasal Kompozisyon Analiz Sonuçları 98
4.12. *Lemon verbena* Ekstre ve Uçucu Yağı Enkapsüllerinin Duyusal Analiz Sonuçları 106
4.13. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin SEM Analizi 113
4.13.1. Püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilen tozların SEM görüntüleri 113
4.13.2. Dondurarak kurutma ile enkapsüle edilen tozların SEM görüntüleri 122
4.14. Dondurarak Kurutulan *Lemon verbena* Enkapsüllerinin XRD Analiz Sonuçları 130
4.15. *Lemon verbena* Bitkisi ve Enkapsüle Tozların Elementel Analiz Değerleri 133
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER 135
6. KAYNAKLAR 139
EKLER 148
EK 1.Süperkritik CO_2 etanol ekstresinin püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlarının SEM görüntüleri 148
EK 2.Süperkritik CO_2 hegzan ekstresinin püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlarının SEM görüntüleri 149
EK 3.Geleneksel safsu ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 150
EK 4.Geleneksel etanol ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 151
EK 5.Geleneksel hekzan ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 152
EK 6.Geleneksel uçucu yağının Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 153
EK 7.Mikrodalga safsu ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 154
EK 8.Mikrodalga etanol ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 155
EK 8.Mikrodalga hekzan ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 156
EK 9.Mikrodalga uçucu yağının Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 157
EK 10.Maserasyon safsu Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 158
EK 11.Maserasyon etanol Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 159
EK 12.Maserasyon hekzan Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri 160
EK 13.Geleneksel safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 161
EK 14.Geleneksel etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 162
EK 15.Geleneksel hegzan ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri 163

EK 16.Geleneksel uçucu yağının dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri..... 164
EK 17.Mikrodalga safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 165
EK 18.Mikrodalga etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 166
EK 19.Mikrodalga hegzan ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 167
EK 20.Mikrodalga uçucu yağının dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 168
EK 21.Maserasyon safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 169
EK 22.Maserasyon etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 170
Ek 23.Maserasyon hegzna ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri..... 171

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Süperkritik CO_2 ile Limon Otu (*Lemon verbena)* Ekstraktının Optimizasyonu, Enkapsülasyonu ve Diğer Metotlarla Karşılaştırılması

Saliha ÖZER

Harran Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL
Yıl: 2021, Sayfa:172

Bu çalışma kapsamında tıbbi ve aromatik bitki kategorisindeki *Lemon verbena* otunun süperkritik CO_2, geleneksel, mikrodalga ve masrasyon yöntemleri ile ekstraksiyonu yapılarak enkapsülasyon işlemi ile toz haline getirilmesi planlanmıştır. Bu amaçla *Lemon verbena* otunun süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazında optimizasyonu yapılmış verimin en yüksek olduğu sıcaklık ve basınç değerleri belirlenmiştir. Ayrıca geleneksel ve mikrodalga yönteminde kalavenger aparatı ile uçucu yağı üretilmiştir. Ekstre ve uçucu yağlar püskürtmeli kurutma (spray dryer) ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) teknikleri ile toz haline getirilmiştir. Enkapsülasyonda duvar kaplama materyali olarak maltodekstrin ve gam arabik karışımları tercih edilmiştir. Ekstre ve uçucu yağların kimyasal karakterizasyonu için toplam antioksidan (DPPH, ABTS ve CUPRAC metodları ile), fenolik, flavanoid, antosiyanin, kondanse tanen, brix, kimyasal kompozisyonları (GC-MS VE LC-MS ile) incelenmiştir. Kapsüle formuna dönüştürülmüş tozların ise fizikokimyasal analizleri için; su aktivitesi, toplam verim, kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu, Carr indeks, Hausner oranı, ıslanabilirlik, toplam antioksidan, fenolik, flavanoid, antosiyanin, kondanse tanen ve duyusal analizleri ile bunların morfolojik özellikleri (Taramalı elektron mikroskobu, SEM ve X ışını difraktometresi, XRD) incelenmiştir. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı kullanılan ekstraksiyon yöntemlerinin tümünde ve uygulanan tüm antioksidan analizlerinde yüksek antioksidan aktivite sergilemiştir. Ayrıca artan konsantrasyon ile doğru orantılı artan antioksidan aktivite linner özellik sergilemiştir. Lineerite ile regrasyon faktörü, IC50 bilgisi ve doğru denklemi hesaplamış ayrıca değerlerin trolox eşdeğeri hesaplanmıştır. *Lemon verbena* ekstrelerinin toplam fenolik (TFMM) analizinde en yüksek değer 1865.74 mg GAE/kg ile süperkritik CO_2 etanol ekstresinde görülürken, en düşük değer geleneksel etanol ekstresinde gözlemlenmiştir. Yapılan toplam flavonoid madde (TFM) analizinde en yüksek 6929.22 mg QCE /kg ile geleneksel etanol ekstresinde, en düşük değer ise 211.3 mg QCE /kg mikrodalga hegzan ekstresinde gözlemlenmiştir. *Lemon verbena* ekstrelerinin LC-MS analizi sonucu veriler incelendiğinde en yüksek miktarda olan madde mikrodalga yöntemi ile elde edilen safsu ekstresinde caffeic acid maddesidir. Onu takip eden madde ise geleneksel yöntem ile elde edilen etanole ekstresinde ellagic acid'dir. Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağ enkapsülleri yapılan DPPH, ABTS ve CUPRAC antioksidant analizlerinde yüksek miktarda aktivite göstermiştir. Ayrıca artan konsantrasyon ile doğru orantılı olarak artan antioksidan aktivite linner özellik sergilemiştir. Lineerite ile regrasyon faktörü, IC50 bilgisi ve doğru denklemi hesaplamış değerler trolox eşdeğerleri hesaplanmıştır. *Lemon verbena* enkapsülleirnin TFMM değerleri, püskürtmeli kurutucu tozlarında en yüksek 762.82 mg GAE/kg ile maserasyon safsu ekstrelerinin enkapsüle tozlarında bulunmuştur. Dondurarak kurutma ile elde edilen tozlarda en yüksek TFMM 772.02 mg GAE/kg ile mikrodalga etanol ekstrelerinin enkapsüle tozlarında tespit edilmiştir. Elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek TFM içeriğinin 6685.45 mg QCE/ kg geleneksel yöntemle elde dilen safsu ekstresinin püskürtmeli kurutma ile elde eilen enkapsüle tozlarında saptanmıştır Dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının ise en yüksek TFM değeri 4270.89 mg QCE/ kg ile mikrodalga yöntemi ile elde edilen etanol ekstresi enkapsüllerinde belirlenmiştir Kapsülasyon teknikleri karşılaştırıldığında; dondurarak kurutma (liyofilizasyon) ile elde edilen enkapsüllerin daha iyi su aktivitesi (0.045) ve enkapsülasyon verimine (%91.13) sahip olduğu saptanmıştır. Fakat püskürtmeli kurutma (spray dryer) metoduyla elde edilen tozlarda ise Carr indeks, Hausner oranı, ıslanabilirlik gibi özelliklerin daha kabul edilebilir seviyede olduğu belirlenmiştir. Dondururak kurutulan geleneksel ve mikrodalga uçucu yağlarının enkapsüle tozlarının en iyi seviyede duyusal özelliklere sahip olduğu gözlemlenmiştir. Enkapsüle tozların SEM görüntüleri incelendiğinde; dondurarak kurutma (liyofilizasyon) ile nano boyutta enkapsülasyon yapıldığı anlaşılmıştır. Tozların XRD analizi yapılmış ve nano boyutlarında olduğu teyit edilmiştir. *Lemon verbena* bitki ekstreleri ve tozlarında; α-glukozidaz enzim aktivitesi, toplam antosiyanin ve kondanse tanen miktarları tespit edilememiştir. Sonuçların istatistiksel analizleri SPSS programı ile yapılmış sonuçlar yorumlanmıştır.

ANAHTAR KELİMELER: *Lemon verbena*, Süperkritik CO_2 ekstraksiyonu, enkapsülasyon

ABSTRACT

Master Thesis

Süperkritik CO_2 ile Limon Otu (*Lemon verbena)* Ekstraktının Optimizasyonu, Enkapsülasyonu ve Diğer Metotlarla Karşılaştırılması

Saliha ÖZER

Harran University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Food Engineering

Advisor: Assoc. Dr. Eyyup KARAOGUL
Year: 2021, Page:172

Within the scope of this study, it is planned to extract *Lemon verbena*, which is in the category of medicinal and aromatic plants, with supercritical CO_2, conventional, microwave, and immersion methods, and then turn it into powder by encapsulation. For this purpose, the temperature and pressure values at which the highest efficiency was determined were optimized in the supercritical CO_2 extraction device of *Lemon verbena* herb. In addition, the essential oil was produced with the traditional and microwave method with the kalavenger apparatus. Extracts and essential oils were pulverized by spray dryer and freeze drying techniques. Maltodextrin and gum arabic mixtures were preferred as wall covering material in encapsulation. Total antioxidant (with DPPH, ABTS and CUPRAC methods), phenolic, flavonoid, anthocyanin, condensed tannin, brix, chemical compositions (with GC-MS and LC-MS) were investigated for chemical characterization of extracts and essential oils. For the physicochemical analysis of powders converted into capsule form; water activity, total yield, bulk and compacted bulk density, Carr index, Hausner ratio, wettability, total antioxidant, phenolic, flavonoid, anthocyanin, condensed tannin and sensory analysis and their morphological properties (Scanning electron microscopy, SEM and X-ray diffractometry, XRD) were examined. All of the extraction methods using lemon verbena extract and essential oil and all antioxidant methods showed high antioxidant activity. In addition, increasing antioxidant activity in direct proportion to the increasing concentration showed linear properties. The linearity and regression factor, IC50 information and the correct equation were calculated and the values were calculated in trolox. In the total phenolic (TFMM) analysis of *Lemon verbena* extracts, the highest value was observed in the supercritical CO_2 ethanol extract with 1865.74 mg GAE/kg, while the lowest value was observed in the traditional ethanol extract. In the total flavonoid substance (TFM) analysis, the highest value was observed in the traditional ethanol extract with 6929.22 mg QCE /kg, and the lowest value was observed in the microwave hexane extract 211.3 mg QCE /kg. When the results of LC-MS analysis of *Lemon verbena* extracts are examined, the substance with the highest amount is caffeic acid in the pure water extract obtained by microwave method. The substance that follows it is ellagic acid in the ethanol extract obtained by the traditional method. *Lemon verbena* extract and essential oil encapsulations obtained by spray and freeze drying methods showed high activity in antioxidant analysis of DPPH, ABTS and CUPRAC. In addition, the antioxidant activity, which increased in direct proportion to the increasing concentration, showed a linear feature. The linearity and regression factor, IC50 information and the correct equation were calculated and trolox equivalents were calculated. The TFMM values of *Lemon verbena* encapsules were found to be 762.82 mg GAE/kg in spray dryer powders and encapsulated powders of maceration pure water extracts. The highest TFMM of 772.02 mg GAE/kg in the powders obtained by freeze drying was determined in the encapsulated powders of microwave ethanol extracts. In the encapsulated powders obtained, the highest TFM content was determined at 6685.45 mg QCE/kg of the pure water extract obtained by the traditional method, in the encapsulated powders obtained by spray drying. determined in ethanol extract encapsules. It was determined that the encapsules obtained by freeze-drying (lyophilization) had better water activity (0.045) and encapsulation efficiency (91.13%). However, it has been determined that the properties such as Carr index, Hausner ratio and wettability are more acceptable in the powders obtained by the spray dryer method. It was observed that the encapsulated powders of traditional and microwave essential oils that were freeze-dried had the best sensory properties. When the SEM images of the encapsulated powders are examined; It was understood that encapsulation was made at nano size by freeze drying (lyophilization). XRD analysis of the powders was carried out and confirmed to be in nano size. *Lemon verbena* plant extracts and powders; α-glucosidase enzyme activity, total anthocyanin and condensed tannin amounts could not be determined. Statistical analyzes of the results were made with the SPSS program and the results were interpreted.

KEYWORDS: *Lemon verbena*, Supercritical CO_2 extraction, ancapsulation

TEŞEKKÜR

Yüksek lisansım süresince danışmanlığımı yapan, bilgi, deneyim ve zamanını benden esirgemeyen, her zaman sabır ve güvenle bu yolda ilerlememi sağlayan, kendisi ile çalışmaktan mutluluk duyduğum hocam Sayın Doç. Dr. Eyyüp KARAOĞUL'a, tez jüri üyelerim Sayın Dr.Öğr. Üyesi Nasır NARLIOĞLU ve Prof. Dr. Ferit ATASOY'a

Yüksek lisans çalışmalarımda hiçbir zaman yardımlarını esirgemeyen Gıda Mühendisliği doktora öğrencileri Sümeyra AL ve Abdulhalik UĞURTAY'a, yüksek lisans öğrencisi Büşra YAVUZ'a, Ardahan üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkez Öğr. Gör. Hamza ADIGÜZELve Harran Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi Teknikeri Mehmet KÜÇÜKYILDIRIM'a

Eğitim hayatım boyunca daima arkamda olan ve desteklerini esirgemeyen değerli babam Zeynal Abidin ÖZER, değerli annem Asiye ÖZER ve kardeşlerim Salih ÖZER, Selamet ÖZER'e en içten teşekkürlerimi sunarım.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1.1. *Lemon verbena* bitkisi görüntüsü 2
Şekil 3.1. Öğütülerek toz haline getirilen Lemon verbena bitkisi 14
Şekil 3.2. *Lemon verbena* bitkisinin geleneksel yöntem ile yapılan ekstraksiyonu 15
Şekil 3.3.*Lemon verbena* bitkisinin geleneksel yöntem ile uçucu yağ eldesi 16
Şekil 3.4. *Lemon verbena* bitkisinin mikrodalga destekli yöntem ile yapılan ekstraksiyon işlemi 17
Şekil 3.5. *Lemon verbena* bitkisinin mikrodalga destekli yöntem ile yapılan uçucu yağ eldesi 17
Şekil 3.6. *Lemon verbena* bitkisinin maserasyon yöntem ile ekstraksiyon işlemi 18
Şekil 3.7. *Lemon verbena* ekstraksiyonunda kullanılan süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazı 19
Şekil 3.8. *Lemon verbena* bitkisinin Süperkritik CO_2 ile elde edilen hegzan ekstresi 19
Şekil 3.9. *Lemon verbena* bitkisinin süperkritik CO_2 ile elde edilen etanol ekstresi 20
Şekil 3.10. *Lemon verbena* bitkisinin enkapsülasyon işleminde kullanılan sptay dryer ve liyofilizasyon cihazları 20
Şekil 3.11. *Lemon verbena* ekstrelerinin spray dryer ile enkapsülasyonu 21
Şekil 3.12. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının dondurarak kurutma işlemi 22
Şekil 3.13. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının dondurarak yapılan enkapsülasyonu 22
Şekil 3.14. Üretilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarına uygulanan işlemler 23
Şekil 3.15. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan işlemler 23
Şekil 3.16. Enkapsülasyon öncesi uygulanan analizler 24
Şekil 3.17.Enkapsülasyon sonrası uygulanan analizler 25
Şekil 3.18. TFMM analizi için oluşturulan gallik asit kalibrasyon eğrisi 29
Şekil 3.19. *Lemon verbena* ekstre ve enkapsüle tozlarının toplam fenolik madde (TFMM) analizi 30
Şekil 3.20. Toplam flavonoid (TFM) için oluşturulan Quercetin kalibrasyon eğrisi 31
Şekil 3.21. *Lemon verbena* ekstre ve enkapsüle tozlarının flavonoid analizi 32
Şekil 3.22. *Lemon verbena* ekstre, uçucu yağ ve enkapsüllerinin DPPH % inhibisyon antioksidant akivite analizi 33
Şekil 3.23. ABTS ve DPPH için oluşturulan Troloxs kalibrasyon eğrisi 34
Şekil 3.24. ABTS yöntemi ile antioksidant kapasite analizi 35
Şekil 3.25. Troloxs referansının kalibrasyon eğrisi için farklı konsantrasyonlrda hazırlanan çözeltilerinin görüntüsü 36
Şekil 3.26. CUPRAC için oluşturulan Troloxs kalibrasyon eğrisi 36
Şekil 3.27. CUPRAC yöntemi ile *Lemon verbena* ekstre ve enkapüle tozlarının antioksidan madde analizi 37
Şekil 3.28. Kondanse tanen miktarı analizi 38
Şekil 3.29. α-glukozidaz enzim aktivite analizi görüntüsü 39
Şekil 3.30.Taramalı elektron mikroskopu (SEM) cihazı 42
Şekil 3.31.XRD ölçüm cihazı 43
Şekil 4.1. Sıcaklık ve basınç korelasyonu ile değişen verim 47
Şekil 4.2. Design-expert programında sonuçların önem derecelerine ve verime göre renk dağılımı 48
Şekil 4.3. Design-expert programında sonuçların sıceklık-basınç değişiminin verime göre renk dağılımı 49
Şekil 4.4. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFMM değişim grafiği 50
Şekil 4.5. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFM'nın ekstraksiyon yöntemine göre değişim grafiği 52
Şekil 4.6. LC-MS sonuçlarına göre *Lemon verbena* ekstrelerinde en fazla bulunan maddelerin miktar diyagramı 63
Şekil 4.7. *Lemon verbena* uçucu yağların GC-MS sonucu tespit edilen temel bileşenleri 65
Şekil 4.8. *Lemon verbena* bitkisinin Süperkritik CO_2 etanol ve egzan ekstrelerinin GC-MS analizinde yüksek miktarda tespit edilen maddeler 66
Şekil 4.9. *Lemon verbena* enkapsüllerinin TFMM analiz değerleri grafiği 83
Şekil 4.10. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin TFM analiz değerleri grafiği 85
Şekil 4.11. LC-MS sonuçlarına göre *Lemon verbena* ekstrelerinin enkapsüle tozlarında en fazla bulunan maddelerin miktar diyagramı 100

Şekil 4.12. *Lemon verbena* uçucu yağı enkapsüllerinin GC-MS sonuçlarında miktarı en fazla olan bileşikler 102
Şekil 4.13. *Lemon verbena* süperkritik etanol ve hegzan enkapsüllerinin GC-MS analizinde en fazla yüzdeliğe sahip bileşenleri 106
Şekil 4.14. *Lemon verbena* enkapsüllerini koku özeliğinin duyusal analiz sonuçlarını değişim grafiği 108
Şekil 4.15. *Lemon verbena* enkapsüllerinin tat-aroma özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 109
Şekil 4.16. *Lemon verbena* enkapsüllerinin acılık özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 110
Şekil 4.17. *Lemon verbena* enkapsüllerinin gecikmiş tat özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği 111
Şekil 4.18. *Lemon verbena* enkapsüllerini genel beğeni duyusal analizi grafiği 112
Şekil 4.19. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 etanol enkapüllerinin SEM görüntüleri 113
Şekil 4.20. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri 114
Şekil 4.21. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel safsu enkapüllerinin SEM görüntüsü ... 114
Şekil 4.22. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel etanol enkapüllerinin SEM görüntüleri 115
Şekil 4.23. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel Hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri 115
Şekil 4.24. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel uçucu yağ enkapüllerinin SEM görüntüleri 116
Şekil 4.25. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga safsu enkapüllerinin SEM görüntüleri . 116
Şekil 4.26. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga etanol enkapüllerinin SEM görüntüler. 117
Şekil 4.27. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga Hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri 117
Şekil 4.28. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga uçucu yağ enkapüllerinin SEM görüntüleri 118
Şekil 4.29. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon safsu enkapüllerinin SEM görüntüleri 118
Şekil 4.30. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon etanol enkapüllerinin SEM görüntüleri 119
Şekil 4.31. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri 119
Şekil 4.32. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin çap boyutarı grafiği 121
Şekil 4.33. Dondurark kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 etanol ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 122
Şekil 4.34. Dondurark kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 123
Şekil 4.35. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel safsu ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 123
Şekil 4.36. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel etanol ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 124
Şekil 4.37. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 124
Şekil 4.38.Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 125
Şekil 4.39. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel uçucu yağ enkapsüllerinin SEM görüntüsü 125
Şekil 4.40. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga safsu ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 126
Şekil 4.41. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga etanol ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 126
Şekil 4.42. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü 127
Şekil 4.43. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga uçucu yağ enkapsüllerinin SEM görüntüsü 127
Şekil 4.44. Dondurark kurutma ile elde edilen maserasyon safsu enkapsüllerinin SEM görüntüsü... 128
Şekil 4.45. Dondurarak kurutma ile elde edilen maserasyon etanol enkapsüllerinin SEM görüntüsü 128

Şekil 4.46. Dondurarak kurutma ile elde edilen maserasyon hekzan enkapsüllerinin SEM görüntüsü 129
Şekil 4.47. Dondurarak kurutma ile elde edilen süperkritik etanol ve hekzan ekstrelerinin XRD diyagramı 130
Şekil 4.48. Dondurarak kurutma ile elde edilen geleneksel safsu, etanol hekzan ekstreleri ve uçucu yağının XRD diyagramı 131
Şekil 4.49. Dondurarak kurutma ile elde edilen mikrodalga safsu, etanol, hekzan ekstreleri ve uçucu yağının ekstrelerinin XRD diyagramı 131
Şekil 4.50. Dondurarak kurutularak elde edilen Maserasyon safsu, etanol ve hegzan ekstrelerinin XRD diyagramı 132

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

Çizelge 3.1. Carr indeksi Hausner oranı ve akışkanlık ilişkisi 27
Çizelge 3.2. Duyusal analiz değerlendirme formu 41
Çizelge 4.1. *Lemon verbena* bitkisi Süperkritik CO_2 ekstraksiyonu reçetesi 46
Çizelge 4.2.Süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazı optimizasyonu için alınan reçete 46
Çizelge 4.3. *Lemon verbena* bitkisi süperkritik CO2 ektsraksiyon uygulanacak optimum değerler 49
Çizelge 4.4. *Lemon verbena* ekstreleri TFMM analiz sonuçları 50
Çizelge 4.5.*Lemon verbena* ekstreleri TFM sonuçları 51
Çizelge 4.6. *Lemon verbena* ekstrelerinin DPPH ile makismum süpürme aktiviteleri 53
Çizelge 4.7.*Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının DPPH % inhibisyon, trolox ve lineerite verileri 54
Çizelge 4.8. *Lemon verbena* ekstrelerinin ABTS İle makismum süpürme aktiviteleri 56
Çizelge 4.9. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağın ABTS % inhibisyon, trolox ve linnerite verileri. 57
Çizelge 4.10. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının CUPRAC ile antioksidant aktivite, trolox ve lineerite verileri 59
Çizelge 4.11. LC-MS ESI iyon modu verileri 61
Çizelge 4.12. *Lemon verbena* ekstrelerinin LC-MS analiz sonuçları 62
Çizelge 4.13. *Lemon verbena* geleneksel ve mikrodalga uçucu yağı bileşenler 64
Çizelge 4.14. *Lemon verbena* Süperkritik CO2 etanol ve hekzan ekstreleri kimyasal kompozisyonu. 66
Çizelge 4.15. *Lemon verbena* uçucu yağının püskürtmeli kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi 68
Çizelge 4.16. *Lemon verbena* ekstrelerinin püskürtmeli kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi 68
Çizelge 4.17. *Lemon verbena* uçucu yağının dondurarak kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi 69
Çizelge 4.18.*Lemon verbena* ekstrelerinin dondurarak kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi 70
Çizelge 4.19. *Lemon verbena* uçucu yağının püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyonu için alınan reçete 71
Çizelge 4.20. *Lemon verbena* bitki ekstresinin püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyonu için alınan reçete 72
Çizelge 4.21. *Lemon verbena* ekstresinin dondurarak kurutma için alınan reçetesi 73
Çizelge 4.22. *Lemon verbena* uçucu yağının dondurarak kurutma ile enkapsülasyonu için alınan reçete 74
Çizelge 4.23. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının enkapsülasyonu için uygulanacak optimum değerler 75
Çizelge 4.24. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının enkapsülasyonları % verim değerleri 76
Çizelge 4.25. *Lemon verben*a ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının su aktivitesi analiz sonuçları77
Çizelge 4.26. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin ıslanabilirlik (sn) analiz sonuçları 78
Çizelge 4.27. *Lemon verben*a ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin kitle yoğunluğu analiz sonuçları 79
Çizelge 4.28. *Lemon verben*a ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analiz sonuçları 80
Çizelge 4.29. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının housner oranı analiz sonuçları 81
Çizelge 4.30. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının carr indeksi analiz sonuçları82
Çizelge 4.31. *Lemon verbena e*kstre enkapsüle tozlarının TFMM analiz değerleri 82
Çizelge 4.32. *Lemon verbena* ekstre enkapsüle tozlarının TFM analiz değerleri 84
Çizelge 4.33. *Lemon verben*a enkapsüllerinin maksimum %DPPH süpürme aktiviteleri 87
Çizelge 4.34. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %DPPH inhibisyon değerleri ve linnerite verileri 88
Çizelge 4.35. Dondurarak Kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %DPPH inhibisyon değerleri ve linnerite verileri 89
Çizelge 4.36. *Lemon verbena* enkapsüllerinin ABTS radikalini maksimum süpürme aktiviteleri 91

Çizelge 4.37. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %ABTS inhibisyon değerleri ve linnerite verileri 92
Çizelge 4.38. Dondurarak Kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %ABTS inhibisyon değerleri ve linnerite verileri 93
Çizelge 4.39. *Lemon verben*a Püskürtmeli kurutma ile elde dilen enkapsüllerinin CUPRAC metodu ile antioksidant analiz sonuçları 95
Çizelge 4.40. *Lemon verbena* dondurarak kurutma ile elde dilen enkapsüllerinin CUPRAK metodu ile antioksidant analiz sonuçları 96
Çizelge 4.41. *Lemon verbena* ekstrelerinin püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozlarının LC-MS sonuçları 98
Çizelge 4.42. *Lemon verbena* ekstrelerinin dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozlarının LC-MS sonuçları 99
Çizelge 4.43. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* geleneksel ve mikrodalga uçucu yağ enkapsüllerinin kimyasal bileşenleri 101
Çizelge 4.44. Dondurarak kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* geleneksel ve mikrodalga uçucu yağ enkapsüllerinin kimyasal bileşenleri 102
Çizelge 4.45. *Lemon verben*a süperkritik CO_2 hegzan ve etanol spray tozlarının kimyasal bileşenleri 104
Çizelge 4.46. *Lemon verbena* süperkritik CO_2 hegzan ve etanol liyofilizasyon tozlarının kimyasal bileşenleri 105
Çizelge 4.47. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının duyusal analiz sonuçları ... 107
Çizelge 4.48. *Lemon verbena* bitkisinin ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin çap boyutları 121
Çizelge 4.49. Dondurarak elde edilen *Lemon verbena* bitki ekstre ve uçucu yağı tozlarının boyutları 132
Çizelge 4.50. *Lemon verbena* bitkisi ve enkapsüe tozları elementel analiz sonuçları 134

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

AA	Antioksidan aktivitesi
CO_2	Karbondioksit
Dk	Dakika
ECO_2	Süperkritik CO_2 etanol ekstresi
EGEL	Geleneksel etanol ekstresi
EMa	Maserasyon etanol ekstresi
EMd	Mikrodalga etanol ekstresi
FWHM	Yarı maksimumun tam genişliği
g	Gram
GA	Gam arabik
GC-MS	Gaz kromatografisi kütle spektroskopisi
Gel	Geleneksel yöntem
GelY	Geleneksel uçucu yağ
HGel	Geleneksel hekzan ektsresi
HMd	Mikrodalga hekzan ekstresi
HMa	Maserasyon hekzan ekstresi
Kg	Kilogram
L	Litre
MA	Maltodekstrin
Ma	Maserasyon yöntemi
Md	Mikrodalga yöntemi
MdY	Mikrodalga uçucu yağ
MPa	Megapaskal
ml	Mililitre
µm	Mikrometre
nm	Nanometre
SCO_2	Süperkriritk karbondioksit ekstraksiyonu ekstresi
SGEL	Geleneksel safsu ekstresi
SMd	Mikrodalga safsu ekstresi
SMa	Maserasyon safsu ekstresi
SEM	Tarmalı elektron mikroskopu
TFM	Topla flavonoid madde
TFMM	Toplamfenolik madde miktarı
XRD	X-ışını dikraktometresi

1. GİRİŞ

Doğayı kendine bir kaynak olarak kullanan insanoğlu topladığı yabani bitkileri ilk etapta beslenme amacı ile kullanmış ve çok kullandıkları türlerin tarımını yapmaya başlamışdır. Tarımsal üretim ve günlük kullanımının yanı sıra bu bitkilerin tıbbi ve aromatik özelliklerinden faydalanarak hastalıkların tedavisinde drog olarak kullanmışlardır. Halkın uzun yıllar boyu yararlı olduğuna inanarak uyguladığı tedaviler tıbbi ve aromatik bitkilerin kullanımının günümüze kadar gelmesine neden olmuştur. Son yıllarda sentetik ilaçların yan etkilerinin fark edilmesi ile beraber doğala yönelmeye başlanmış tıbbi ve aromatik bitkilere olan ilgi artmıştır. İlaç endüstrisinde kullanımlarının yanı sıra besin takviyeleri, çeşni, bitki çayları ve sahip olduğu aroma ile gıda endüstrisinde kullanımları mevcuttur. Ayrıca sahip olduğu aromatik kokuları ile parfüm, kozmetik endüstrisinde olmak üzere farklı sanayi dallarında geniş kullanım alanına sahiptir (Alma ve ark., 2011; Kurt ve Karaoğul, 2018).

Türkiye coğrafi konumu dolayısıyla üç farklı bitki coğrafyası üzerinde çeşitli iklim ve bitki örtüsüne sahiptir. Bu özellik Türkiye florasının zengin olmasına neden olmuştur. Endemik bitki türünün yaklaşık 3.000 kadar olduğu floranın üçde birini aromatik bitkiler oluşturmaktadır. 300 civarında bitki sayısınca aktarlarda satılmaktadır. İhracatı yapılan bitki sayısı ise 70–100 arasındadır (Temel ve arkadaşları, 2018). Tarımsal potansiyelin yanı sıra geniş yüz ölçümüne sahip olan Türkiye tıbbi ve aromatik bitkiler ticaretinde önde gelen ülkelerden biridir. Kekik, defne, kimyon ve anason ihracatta ilk üç sırada yer almaktadır. Bu bitkilerden bazılarının tarımı yapılmakta bazıları ise doğal olarak toplanmaktadır (Kurt ve Karaoğul, 2018).

Tıbbi ve aromatik bitkilerden biri olan *Lemon verbena* bitkisi (*Lippia citriodora* L. syn. *Lippia triphylla* (L'Her.) Kuntze. syn. *Aloysia triphylla* (L'Her.) Britton) *Verbenaceae* familyasına ait olup, *Aloysia triphylla*, Aloysia citriodora *Palau Verveine odorante* ve *Lippia citriodora* olarak da adlandırılmaktadır. Türkçe karşılığı tam olarak bilinmese de 'limon otu', 'yalancı melisa', 'limon şekeri' gibi isimler

verilmiştir. *Lemon verbena* bitkisi subtropik ve tropik alanlarda yayılış gösteren otsu çalı ve küçük ağaç formundadır (Şekil 1.1.). *Verbenaceae* familyası Dünya'da 175 cins ve 2300 tür ile temsil edilmektedir. *Lippia* cinsine yaklaşık 200 kadar tür bulunmaktadır (Karik ve Azkan, 2011; Bektaş, 2014). Güney ve Orta Amerika'da kendiliğinden yetişen bitki Kuzey Afrika ve Güney Avrupa'da kültürü yapılarak yetiştirilir (Carnat ve arkadaşları, 1999).



Şekil 1.1. *Lemon verbena* bitkisi görüntüsü (URL 1)

Türkiye'de ise Akdeniz Bölgesinde yetişmekle beraber Marmara Bölgesinde Yalova, Ege Bölgesinde İzmir ve Güneydoğu Anadolu Bölgesinde Şanlıurfa'da üretimi yapılmaktadır (Atatürk Bahçe Bitkileri Araştırma Enstitüsü). Çok yıllık çalımsı formda olan bitki uygun şartlarda 3 metreye kadar boylanabilmektedir. Dallar ve yapraklar kuvvetli limon kokuludur. Çiçekleri açık krem renkte ve hoş kokuludur (Karik ve Azkan, 2011; Bektaş, 2014).

Lemon verbana türleri Latin Amerika'da 'cedrón', 'cidron', 'citró', 'hierba Luisa', 'Maria Luisa' ve 'limonete', 'ervaluísa', 'falsa-erva' olarak bilinir. Brezilya'da ise 'cidreira', 'salva-limão', 'Lúcia-lima' veya 'cidrão' olarak adlandırılır. And Dağları'ndaki geleneksel şifacılar grubu olan 'kallawayas' bitkiyi sindirim,

antispazmodik, bronşit ve kalp problemleri için kullanılan ‘quechua’ veya ‘wari pankara’ olarak adlandırmıştır (Bahramsoltani, 2018).

Geleneksel olarak, *Lemon verbena* bitki yapraklarından elde edilen ekstre likör aroması ve Peru'da popüler olarak tüketilen “Inka kola” adlı meşrubatın bileşeni olarak kullanılmaktadır. *Lemon verbena* bitkisinin geleneksel kullanımı, kimyası ve farmakolojisi üzerine yakın zamanda yapılan bir incelemede bitkinin analjezi, antiinflamatuvar ve antipiretik özellikleri taşıdığı için kullanıldığı bildirilmiştir (Santos ve ark., 2005). Latin Amerika ülkelerinde uykusuzluk ve kaygı problemi için kullanılan bitki, Meksika’da mide rahatsızlıklarında kullanılır. Brezilya'da ise *Lemon verbena* hem tıbbi amaçlar hem de baharat olarak kullanmak üzere bahçelerde yetiştirilir. Bitki bakterisit tentür ve dermal bozukluklarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Portekiz'de bitki "Lúcia-lima" olarak adlandırılır ve yapraklar ishal, uykusuzluk ve romatizma rahatsızlıkları için drog olarak tüketilir. Ekvador'da *Lemon verbena* ‘cidron’ olarak bilinir ve mide-bağırsak problemlerini hafifletmek için kullanılır (Bahramsoltani, 2018). Türkiye’de ise yatıştırıcı için kullanımının yanısıra iştah açma ve şeker hastalığında infüzyon şeklinde tüketilmektedir (Köroğlu ve ark., 2015).

Lemon verbana bitki yapraklarının duyusal özellikleri ve uçucu yağının yanı sıra ekonomik olması nedeni ile çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. *Lemon verbena* yaprakları salata, çay ve dondurmaya limonlu bir lezzet katmak için kullanılır (Salomou ve ark., 2017). Aynı şekilde yaprakların damıtılması ile elde edilen uçucu yağı, koku endüstrisinde, gıda ve aroma endüstrisinde, alkolsüz içecek endüstrisinde ve kozmetikte kremlere bileşen olarak eklenir (Karik ve Azkan, 2011). Arjantin Farmakopesi, Francaise Farmakopesi ve Arjantin beslenme kodeksi tarafından kodlanan bitki ayrıca FDA (Food and Drug Administration)'nın GRAS (genellikle güvenli olarak kabul edilen gıda katkı maddeleri) listesine eklenmiştir. Son zamanlarda Avrupa Farmakopesinde “*Lemon verbana* yaprağı” adı altında bir monograf kullanılmıştır (Gattuso ve ark., 2008).

Lemon verbana yaprakları bitkinin ikincil metabolitleri olan alkaloidler, flavonoidler, tanen ve asit fenolleri içerir (Jalali ve ark., 2019). Dünya çapında bitki çayı olarak kullanılan *Lemon verbena* sulu preparatlarının polifenol bileşenlerinin ana bileşik sınıfı fenilpropanoidlerdir ve en bol bulunan bileşen verbascoside (acteosid) maddesidir. Bu maddenin analjezik etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca flavonoidler ile birlikte iridoidler, hastatosid ve verbenalin, luteolin ve apigenin mono ve di-glukuronidik türevleri de ihtiva etmektedir (Santos ve ark., 2005; Billia ve ark., 2008). Bitki ile yapılan in vitro çalışmalar ile antioksidan, antimikrobiyal, sitotoksik ve antispazmodik etkileri incelenmiştir. İn vivo çalışmalar olarak bitkinin antienflamatuvar gastroprotektif, antinosiseptif, antipiretik, analjezik ve antioksidan etkileri üzerinde çalışmalar devam etmekte olup yoğunluk kazanmıştır. Lemon verbena uçucu yağının ise, antioksidant, antimikrobiyal, antiviral, sitotoksik ve insektisidal aktivitelere sahip olduğu belirlenmiştir (Köroğlu ve ark., 2015).

Çiçek ve yapraklarda bulunan uçucu yağın ana bileşik grupları monoterpen hidrokarbonlar, oksijen içeren monoterpenler, seskiterpen hidrokarbonlar ve oksijen içeren seskiterpenlerdir. Aynı zamanda *Lemon verbana* bitkisinin çiçek ve yapraklarındaki uçucu yağın başlıca kimyasal bileşenleri neral, geranial, limonen 1.8-sineole, spathulenol ve caryophyllene oksid olduğu rapor edilmiştir (Santos ve ark., 2005; Abuhamdah ve ark., 2015).

Doğal ürünlerin faydalı bitkilerden veya şifalı bitkilerden biyolojik olarak aktif olarak ayrılması, ilaç ve gıda endüstrileri için büyük ilgi görmektedir. Çözücü ekstraksiyonu veya süper kritik sıvı ekstraksiyonu olarak bilinen ayırma teknikleri genellikle değerli bileşenlerin izolasyonu için kullanılır (Karaoğul ve ark., 2016). Aromatik bitkilerden ve çiçeklerden izole edilen uçucu yağların kimyasal bileşimi, diğer değişkenlerin yanı sıra, ekstraksiyon yöntemine büyük ölçüde bağlıdır. Çünkü daha fazla ayırma ve karakterizasyon için bitki materyallerinden istenen kimyasal bileşenleri ekstrakte etmek gerekir. Bitki örneklerinden ekstraktın hazırlanması sırasında potansiyel aktif bileşenlerin kaybolmamasını, bozulmamasını veya tahrip olmamasını sağlamak için uygun önlemler alınmalıdır. Hidrodistilasyon, süper kritik sıvı ekstraksiyonu ve solvent ekstraksiyonu katı numunelerden uçucu yağ izolasyonu

için en yaygın olarak kullanılan proseslerdir. Bununla birlikte, hidroliz veya izomerizasyon gibi kimyasal dönüşümler bu proseslerin işlem sırasında yüksek sıcaklığın kullanılması nedeniyle ortaya çıkabilir ve aroma kalitesini düşürebilir. Düşük kritik sıcaklık ve basınç değerlerine sahip süperkritik sıvı ekstraksiyonu başlangıç materyallerinin organoleptik karakteristiğinin korunması için uygun bir yöntemdir (El-Ghorab ve ark., 2004).

Saf bir bileşiğin faz diyagramında üç farklı hal durumu olan katı, sıvı ve gaz halini ayırt etmek birbirleri arasındaki sınır eğrileri ile mümkündür. Bu sınır eğrileri; erime-donma eğrisi, buharlaşma-yoğuşma eğrisi ve süblimleşme-depozisyon eğrisi olarak adlandırılır. Ayrıca bu faz diyagramında bulunan iki önemli nokta vardır: üçlü nokta ve kritik nokta. Üçlü nokta, üç fazın aynı anda bir arada var olduğu noktadır. Kritik nokta ise gaz ve sıvı fazın tek bir homojen sıvı oluşturmak üzere birleştiği buharlaşma eğrisinin sonunda yer alan noktadır (Raventos ve ark., 2002). Kritik noktada bulunan madde ne sıvı ne de gaz olan süperkritik formdadır. Süperkritik haldeki made, sıvı gibi yüksek yoğunluk ve çözme gücüne sahip olurken, gaz gibi düşük viskozite sıfır yüzey gerilimine sahiptir. Bu haldeki madde, analitler için yüksek difüzyonun yanı sıra sıvılara göre çözme ve yayılma hızı fazladır bu sebeple hızlı reaksiyon kinetiğine ulaşmıştır (Çolak ve Tülek, 2003).

CO_2 gazı, kritik noktaya kolayca ulaşması, kimyasal olarak inert olması, toksik ve yanıcı olmaması gibi çeşitli avantajları nedeniyle en yaygın kullanılan çözücüdür. Karbondioksit gazının düşük maliyet ve yüksek saflıkta elde edilebilir olması da avantajları arasındadır. Ayrıca elde edilen üründen kolayca ayrılması ekstraksiyon işlemi açısından önemli bir özelliktir (El Asbahani ve ark., 2015). Süperkritik CO_2 ekstraksiyon teknolojisi kimya petrokimya, gıda ve ilaç endüstrilerinde kullanım alanına sahiptir (Esmaeilzadeh ve ark., 2014).

Son yıllarda gıdaların raf ömrünü artırmak için mikroenkapsülasyon işlemi sık kullanılan yöntemlerden biridir. Mikroenkapsülasyon işlemi, katı veya sıvı formunda bir kaplama materyali ile ürünü kapsülleme işlemidir (Frang ve Bhandari, 2010). Mikrokapsülleme teknikleri gıda, kozmetik, tekstil, tarım, baskı teknolojisi ve ilaç

endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Aktif maddenin salınımını kontrol etmek, işleme ve saklama stabilitesini geliştirmek, aktif bileşeni korumak, biyoyararlanımı artırmak, çözünürlüğü artırmak, hoş olmayan tatları maskelemek için kapsülleme işlemi uygulanır. Mikrokapsüllenmiş ürünler su aktivitelerinin en aza indirilmesinden dolayı daha fazla fiziksel, kimyasal ve biyolojik stabiliteye sahiptir (Bazerra ve ark., 2020: Faieta ve ark., 2020).

Mikrokapsülleme teknolojisi mikrokapsül olarak bilinen bir kompleks oluşturan, kaplama materyalinin aktif bileşeni çevreleyerek içine hapsettiği işleme denir. Hapsettiği maddeye çekirdek iç faz veya dolgu denilir. Çekirdeği çevreleyen kısma ise duvar, kabuk, kaplama veya membran adı verilir (Koç ve ark., 2010;Muhoza ve ark., 2020).

Mikroenkapsülleme teknolojisinde farklı yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemler; püskürtmeli kurutma (spray dryer), dondurarak kurutma (liyofilizasyon), süper kritik akışkan çökeltme ve çözücünün buharlaştırma yöntemleri olarak sıralanabilir. Ancak en yaygın kullanılan yöntemler Püskürtmeli (spray dryer) ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) işlemleridir (Tayagi ve ark., 2011).

Püskürterek kurutma yönteminde kaplama materyali ile kapsülleme yapılacak madde ile sıvı besleme çözeltisi hazırlanır. Besleme çözeltisi sıcak hava ile kurutularak toz forma dönüştürülür. Diğer yöntemlere kıyasla bu yöntemde enkapsüller düşük su aktivitesi değerlerine sahiptir. Ayrıca kurutma işlem süresi kısadır. Bir diğer yöntem olan dondurarak kurutma yönteminde ise, öncelikle ürünün ihtiva ettiği bağlı su dondurulur. Ardından vakumlanarak uzaklaştırılır. Bu yöntem sıcaklığa dayanıksız ürünlerde tercih edilir. (Chemg ve ark., 2017).

Mikrokapsülleme işleminde kullanılmak üzere çeşitli kaplama materyalleri mevcuttur. Ancak gıda ürününe özgü toksit etkisi bulunmaması ve ürünün fonksiyonel özelliklerini koruma gibi özelliklere sahip olması gerekir. Kaplama materyalleri genel olarak proteinler, lipitler ve karbonhidratlar olarak sıralanabilir. Kaplama yapılacak maddenin yapısına bağlı olarak değişmekle beraber karbonhidrat yapılı ürünler fazlaca

tercih edilmektedir. Bunların arasında karbonhidrat grubuna giren maltodekstrin, film oluşturma yeteneği, yüksek suda çözünürlüğü, yüksek konsantrasyonlarda düşük viskozitesi ve düşük maliyeti nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır (Fang ve Bhandari, 2010; Hoyoz ve ark., 2018; Dadi ve ark., 2020).

Bu çalışmada, Türkiye'de değeri bilinmeyen, fakat dünya çapında farklı alanlarda kullanımı bulunan ekstraktının ve yağının aroması, tadı ve biyoaktif yararlanımı olan *Lemon verbena* bitkisinin süperkritik CO_2 ile limon otu (*lemon verbena)* ekstraktının optimizasyonu, enkapsülasyonu ve diğer metotlarla karşılaştırılması ile;

- *Lemon verbena* bitkisinin süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazı ile optimizasyonu,
- Süperkritik CO_2, geleneksel, mikrodalga ve maserasyon yöntemleri ile ekstraksiyonunun yapılması,
- Elde edilen ekstrelerin püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile hazır, suda çözünür enkapsüle bitki tozları üretilmesi,
- Enkapsüle *Lemon verben* ekstre tozlarının kimyasal analizlerinin yapılması ve kalite parametlerinin incelenmesi,
- Elde edilen bitki enkapsüle tozlarının fiziksel analizlerinin yapılması hedeflenmiştir.

Ayrıca;

- Elde edilen bitki enkapsüle tozları ile kullanıma hazır yeni bir ürün oluşturulması,
- Katma değeri yüksek bir ürün olması sebebiyle ekonomiye olumlu yönde katkıda bulunması amaçlanmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. *Lemon verbena* Bitkisi ile İlgili Yapılmış Önceki Çalışmalar

Ghaemi ve arkadaşlarının (2007), yaptıkları in vitro laboratuvar çalışmasında, *Lemon verbena* etanolik özütünün *Staphylococcus aureus'un* büyümesini önleyebileceğini göstermişlerdir. Bu çalışmada, *Lemon verbena* bitkisinin etanolik özütünün *Staphylococcus aureus* deri enfeksiyonuna karşı etkinliği bir in vivo hayvan modelinde değerlendirilmiştir. 200 lambda *Staphylococcus aureus* süspansiyonu,63 adet 20-30 g laboratuvar deney faresinin omzuna intradermal olarak aşılanmıştır. Fareler 4 gruba ayrıldı. Tedavi edilmeyen negatif grup ve Mupirucin ile detavi edilen pozitif grup olarak 2 kontrol grubu oluşturuldu. *Lemon verbena* etanolik ekstraktlarından hazırlanan merhem ile tedavi edilen 3 grup ve *Lemon verbena* çözeltisi ile enjeksiyon ile tedavi edilen 4 gruptan oluşmuş ve tedaviye 7gün devam etmişlerdir. Yaraların durumu, iyileşme oranını incelemiş ve 8 günün sonunda farelerde llokal irin varlığı kaydetmişlerdir. Birbirleri ile karşılaştırılan gruplarda 1, 4, 3 ve 2'de S. *aureus'un* ikinci gün enjeksiyon bölgesinde yara görünümü sırasıyla % 84.2, % 66.7, % 46.2 ve % 23.1 olduğunu tespit mtişlerdir. Son gün lezyon 1 ve 4 gruplarında sırasıyla % 78.9, % 23.1 % 92.3 ve% 77.7'de olduğunu gözlemlemişlerdir. Nekrotik ve geniş yaralar diğer iki gruba göre grup 1 ve 3'te daha fazla gözlendiği rapor edilmiştir. Bu araştırmanın sonuçları gösteriyor ki, *Lemon verbena* etanolik ekstraktından hazırlanan merhem, *Staphylococcus aureus*'un erken dönemde deri enfeksiyonunu önlemek için uygun bir ilaç olduğunu rapor etmişlerdir.

Buchwald ve arkadaşları (2018), tescilli bir *Lemon verbena* özütünün (Recoverben®) plasebo ürününe kıyasla egzersiz sonrasında kas gücü ve iyileşme üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Çalışma, paralel randomize, plasebo kontrollü, çift kör bir çalışma olarak gerçekleştirilmiştir. 22-50 yaş aralığında sporda aktif olan 44 sağlıklı erkek ve kadın günde bir defa 400 mg *Lemon verbena* özütü veya plasebo ile randomize olarak uygulamışlardır. Kas gücü, kas hasarı, oksidatif stres, inflamasyon sporcular tarafından bildirilen kas ağrısı yoğunluğu egzersiz öncesi ve sonrası

değerlendirmişlerdir. *Lemon verbena* özütü kullanan katılımcılarda daha az kas hasarının yanı sıra daha hızlı ve tam iyileşme gözlemlemişlerdir. Plasebo ile karşılaştırıldığında, *Lemon verbena* özütü alan katılımcılar, egzersizle ilişkili kas gücü kaybında önemli ölçüde daha az eğilimli olduğu rapor edildi. Ayrıca geliştirilmiş glutatyon peroksidaz aktivitesine bağlı ağrıya daha az eğilimli olduğunu anlamışlardır. *Lemon verbena* özütü (Recoverben®) yoğun spor egzersizinden sonra kas hasarını azaltarak güvenli ve iyi tolere edilen doğal bileşen olduğunu tespit etmişlerdir.

Boix ve arkadaşları (2017), yaptığı çalışmanın amacı 54 fazla kilolu kadında (BMI 24-35 kg / m2) çift kör plasebo kontrollü ve randomize şekilde uygulayarak MetabolAid® (*Lemon verbena* özü + *Hibiscus sabdariffa* özü içerikli diyet takviyesi) alan grupta iştah, açlık ve doygunluk duygularını plaseboya kıyasla değerlendirmekti. Çalışmanın sonuçları, günde 500 mg MetabolAid® tüketiminin tokluk ve tokluğu önemli ölçüde artırdığını, açlığı ve ileriye dönük gıda tüketimini 1 ay sonra plaseboya göre azalttığını, 45 gün ve 2 ay sonra bu farkların daha büyük olduğunu gösterdi. Dahası, kan basıncını ve kalp atışını düşürdüğü rapor etmişlerdir.

Bazzaz ve arkadaşları (2018), yaptığı çalışmada *Lemon verbena* özütü, verbacosid ve kafeinin gentamisin ile kombinasyon halinde, *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli* suşlarının standart ve klinik izolatlarına olan etkisini araştırmıştır. Bakteriyel suşlara karşı farklı antibakteriyel ajanların MIC ve MBC değerlerini belirleyen Bazzaz birlikte verilen *Lemon verbena* özütü verbascoside ve kafein ve gentamisinin etkisini, dama tahtası yöntemi kullanarak ve fraksiyon inhibitör konsantrasyon indeksini hesaplayarak in vitro çalışmıştır. Bitkisel özü, verbascoside ve kafein tek başına bakteri suşlarının hiçbirinde (200 g / ml'ye kadar olan dozlarda) inhibitör etki göstermediğini rapor etmiştir. Bitkisel özüt, verbascoside ve kafein, standart dirençli suşlara ve iki klinik izolata karşı gentamisinin MİK değerini azaltmayı başardığını gözlemlemişlerdir. Bu kombinasyonlar arasında verbascoside ve gentamisinin birlikte uygulanması daha etkili olmuş ve klinik izolatlara karşı sinerjistik aktiviteler gösterdiği tespit etmişlerdir. Bu çalışmanın sonuçları, bitkisel özüt, verbasosid ve kafeinin. gentamisinin bazı klinik *S. aureus* ve *E. coli* izolatlarına karşı antimikrobiyal etkisini güçlendirdiğini ortaya koymuştur.

Ishkek ve arkadaşları (2019), yaptıkları çalışmada *Lemon verbena* esansiyel yağının ahududunun antioksidan, enzim aktivitesi ve fitokimyasal içerikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. *Lemon verbena* uçucu yağının antioksidan ve fungusit özelliklerinden dolayı 0, 250, 500 ve 750 µl l-1 konsantrasyonlarında yenilebilir bir kaplama kullanılarak meyveyi kaplamışlardır. Sonuçlar çoğu parametrede uçucu yağ ile kaplanan meyveler ve kontrol meyveleri arasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar olduğunu gözlemlemişlerdir. Bulgular DPPH yöntemi ile ölçülen antioksidan aktivitenin depolama boyunca çoğu konsantrasyonda arttığını ve maksimum miktarın dokuz gün sonra 500 µl l-1 uçucu yağ ile işlem görmüş meyvelerde (% 85.63) bulunduğunu ortaya koymuşlardır. Uçucu yağ konsantrasyonlarının çoğunda PAL (Fenilalanin Amonyum Liyaz) enzim aktivitesi yükselme eğilimini gözlemlemişlerdir. Bu sonuçlar ile ahududu meyvesinde uçucu yağ kaplamasının fitokimyasal içerikleri arttırmada ve kabul edilebilir dış ve iç niteliklerle daha uzun bir depolama ömrü sağlamada etkili olduğunu rapor etmişlerdir.

Prado ve arkadaşları (2014), *Lemon verbena* özütünü laboratuvar ölçekli süper kritik akışkan ekstraksiyonu ile üretmişlerdir. Elde edilen özütü, fitokimyasal profilleri, toplam flavonoid içeriği ve antioksidan aktiviteleri bakımından incelemişlerdir. Süperkritik akışkan ekstraksiyonu ile elde edilen ekstraktlar, klasik soxhalet ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen özütlerle karşılaştırmışlardır. Süperkritik akışkan ekstraksiyonu için elde edilen maksimum verim % 1.8 ve soxhalet için % 7.1 olduğunu gözlemlemişlerdir. Kimyasal bileşim, süperkritik akışkan ekstraksiyonu ve soxhalet özütleri için farklı fitokimyasal profilleri ortaya çıkardığı, soxhalet daha fazla flavonoid sunarken, süperkritik akışkan ekstraksiyonu uçucu bileşik bakımından daha konsantre olduğunu rapor etmişlerdir. Ekstrelerin uçucu fraksiyonunda tanımlanan ana bileşikler, spathulenol, phytol ve octadecatrienal olduğunu tespit etmişlerdir. Bazı ekstreler pro-oksidan aktivite sergilerken diğerleri antioksidan aktivite sergilediği ve süperkritik akışkan ekstraksiyonu işlemi *Lemon verbena* özlerinin elde edilmesi için ekonomik olarak uygun olduğu rapor etmişlerdir.

Caturla ve arkadaşları (2011), standart *Lemon verbena* özütü ve omega-3 yağ asidi içeren balık yağı ile hazırlanmış takviyenin antioksidan, antiinfalamatuar

etkinliğini insan pilot denemesinde test etmişlerdir. Takviyenin antioksidan aktivitesi, bir oksijen radikal emme kapasitesi deneyi ile belirlemişlerdir. Randomize, çift kör plasebo kontrollü bir çalışmada, eklemlerinde ağrı rahatsızlığı olan 45 gönüllü 9 hafta boyunca besin takviyesi veya plasebo uygulamışlardır. Eklem hareketlerini, sertliği ve ağrıyı ölçmek için hastalığa özgü ölçümler ve anketler plesebo ve müdahale grubuna haftada 1 defa uygulayp değerlendirmişlerdir. İki grup arasında her ölçüm noktasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar olduğunu tespit etmişlerdir. *Lemon verbena* özütü (% 14 verbascoside w / w) ve balık yağı omega-3 yağ asidi içeren besin takviyesi, 9 haftalık tedaviden sonra ağrı ve sertlik semptomlarını önemli ölçüde azalttığını ve fiziksel işlevini iyileştiridiğini tespit etmişlerdir. Bu pilot çalışma, omega-3 yağ asitleri ile birlikte *Lemon verbena* özütü içeren takviyenin, eklem rahatsızlığı olan kişilerde eklem durumunu iyileştirmek için tamamlayıcı ve alternatif bir tedavi olarak daha ileri araştırmalar için düşünülebileceğini ortaya koymuşlardır.

Mahayekhi ve arkadaşları (2020), *Lemon verbena* otunun gastroprotektif etkilerini araştırmak için *Lemon verbena* özlerinin indometasin ile indüklenen mide ülseri azaltma üzerindeki koruyucu etkilerini deney hayvanları üzerinde araştırmışlardır. Sıçanlara, indometasin varlığında veya yokluğunda *Lemon verbena* sulu ve etanolik özleri ve ulser iyileştirici etkiye sahip zileuton, montelukast veya %1 Tween 80 ilaçları uygulamışlardır. *Lemon verbena* sulu ve özellikle etanolik özütlerinin indometasin kaynaklı mide ülserleri üzerinde koruyucu etkileri olduğunu rapor etmişlerdir.

Abuhamdah (2018), yaptıkları çalışmada Ürdün'de yaygın olarak kullanılan Ürdün baharatlarının Alzheimer hastalığı tedavisinde kullanılan asetilkolinesteraz (AChE) ve bütirilkolinesterazı (BuChE) inhibe etme yeteneğini test etmişlerdir. 30 baharatın hem sulu hem de metanolik özütleri (1: 1; h / h) hazırlanmış ve ince tabakalı bir kromatografi (TLC) deneyi ve Ellman'ın spektrofotometrik yöntemi kullanılarak değerlendirilmiştir. TLC biyo-otografisi. 3 aktif sulu ekstrakt ve 11 aktif metanolik ekstraktın AChE ve BuChE'yi inhibe edebildiğini ortaya çıkardı. 11 baharatın metanolik özütleri AChE veya BuChE'yi veya her ikisini (100 ug / mL konsantrasyonda > % 60 inhibisyon) inhibe ettiğini rapor etmişlerdir. Her iki enzime

karşı en aktif özütler zerdeçal, kimyon, dereotu, limon otu, *Lemon verbena* otu, sumak, rezene, beyaz ve karabiber, tarçın ve kakulede bulunmuştur. Hem metanolik hem de sulu kimyon, dereotu ve rezene ekstraktları her iki enzime karşı aktifti. Sonuçlar, bu baharatların ve fitokimyasalların alımının, Alzheimer gibi kronik nörodejeneratif hastalıkların başlangıcını ve ilerlemesini büyük ölçüde etkileyebileceğini rapor etmişlerdir.

Abuhamdah ve arkadaşları (2014), *Lemon verbena* yapraklarından elde ettikleri uçucu yağın nörobiyolojik ve farmakolojik özelliklerini incelemişler. *Lemon verbena u*çucu yağının, hem hidrojen peroksit hem de alzaymıra sebebiyet veren β-amiloid kaynaklı nörotoksisiteye karşı etkili antioksidan aktiviteler ve önemli koruyucu özellikler gösterdiğini gözlemlemişlerdir.

2.2. Süperkritik CO_2 Ekstraksiyonu ile İlgili Yapılmış Önceki Çalışmalar

Rawi ve arkadaşları (2013), yaptıkları çalışmada Güneydoğu Asya yerli bitkisi olan hindistan cevizinin tıbbi özelliklerini basınç, sıcaklık ve partikül boyutunun etkisini soxhalet ekstraksiyonu ile karşılaştırmalı olarak süper kritik ekstraksiyon üzerinde çalışmışlardır. Süperkritik ekstraksiyonda 40°C, 50°C ve 60 °C çalışma sıcaklıklarında 20.7, 27.6, 34.5 ve 41.4 MPa çalışma basınçlarında 90 dakika olarak uygulandı. Üç farklı partikül boyutunun ≤ 0.500 ≤1 mm ve ≤ 2 mm ekstraksiyon verimi üzerindeki etkisi incelemişlerdir. Sonuçlar, en yüksek verimin ≤ 0.5 mm partikül boyutu kullanılarak 60 °C ekstraksiyon sıcaklığı, 41.4 MPa basınç altında elde edilen 100 g numunede 38.8 g yağ olduğunu belirlemişlerdir. Soxhalet ekstraksiyonu, 6 saatlik ekstraksiyon süresi için 100 g numunede 34 gr yağ elde etmişleridir. Yapılan GC/TOF/MS analizinde, süperkritik ekstrelerin, soxhalet ile elde edilenlere kıyasla önemli ölçüde daha yüksek aromatik eter grubu sergilediğini gözlemlemişlerdir.

Kasapoğlu ve arkadaşları (2020), kuşburnu meyvesinin içerdiği antosiyanin pigmentlerini elde etmek için süperkritik CO_2 ekstraksiyonu kullanmışlardır. Toplam antosiyanin eldesi üzerine etkili parametreler olan karbon dioksit basıncı (150-350 bar), sıcaklık (40-60°C) ve yardımcı solvent (etanol) konsantrasyonu (%20-100) Box-

Behnken modeline göre Yanıt-Yüzey Yöntemi ile model oluşturularak optimize etmişlerdir. Bu şartlar altında optimum değerleri 350 bar, sıcaklığın 60 °C olarak en yüksek değerde olduğu ve etanol konsantrasyonunun %60 olan merkez noktası değerlerine yakın olduğu (%54-55) değerler bulunmuştur. Antosiyanin pigmenti üretimi bu koşullarda başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiş ve modelin validasyonu yapılarak tahmin edilen miktar ile gerçek üretilen miktarın birbirine yakın olduğu sonucuna varmışlardır.

Bocevska ve Sovova (2007), yılında civanperçemi çiçeklerinden 10 MPa ve 40-60 °C sıcaklıkta süperkritik CO_2 ekstraksiyonu ile uçucu yağ elde etmiş ve bileşimini ve verimini hidrodistilasyon ile elde dilen uçucu yağ ile karşılaştırmışlardır. Ekstraksiyon süresine bağlı olarak ölçülen toplam ekstrakt verimi, ekstraksiyon sıcaklığından etkilenmiş, ancak öğütülmüş çiçeklerin partikül boyutundan etkilenmediğini rapor etmişlerdir. Başlıca uçucu yağ bileşenleri, kafur (ekstrede %26.4, distilatta %38.4), 1,8-sineol (ekstrede %9.6, distilatta %16.2), bornil asetat (ekstrede %16.7, distilatta %4.3), γ-terpinen (ekstrede %9.0, distilatta %9,4) ve terpinolen (ekstrakta %7.6, distilatta %3.9). Hidrodistilasyon ile karşılaştırıldığında, tuzaktaki gaz halindeki CO_2'den tam olarak ayrılmadıkları için monoterpenlerin verimi daha düşük, ancak monoterpen asetatlar ve seskiterpenler gibi daha az uçucu bileşenlerin verimi daha yüksek olduğunu ifade etmişlerdir.

Nuralın ve arkadaşları (2017) iğde çekirdeğini süperkritik CO_2 ile ekstrakte etmişler ve UV dedektörlü HPLC cihazı ile içerdiği quercetin miktarının tespit etmişlerdir. Çalışmanın sonuçları "Design Expert 7.0 (deneme)" programı ile analiz edilmiş ve ekstraksiyon işleminde sıcakık ve basınç artışının quersetin miktarında artışa sebep olduğunu tespit etmişlerdir. Küçük patikül boyutunun 0.5 mm ve 120 min ekstralksiyon süresinin optimum olduğu bildirilmiştir. Bu parametrelerin belirlenmesinin ardından sıcaklık ve basınç koşulları için yüzey-cevap yöntemi ile deneysel tasarım şartları kullanılmıştır. Bu şartlarda uygulanan optimizasyon sonucunda uygun koşulların sıcaklık ve basınç değerlerini 65 °C ve 311 bar olarak belirlemişlerdir. En yüksek yağ miktarı ise 48.68 mg/g numune olarak rapor edilmiştir. Design modelinde tahmin edilen verime yakın değer bulunduğunu gözlemlemişlerdir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Çalışmada kullanılan *Lemon verbena* bitkisi Şanlıurfa ilindeki Selim Uludağ Orgaik Tarım A.Ş. firmasından kuru halde temin edildi.

3.1.1. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan ön işlemler

Kuru *Lemon verbena* bitki numunesi Lavion marka HC- 100 model öğütme makinesi ile öğütülerek Şekil 3.1.'de gösterildiği gibi toz haline getirildi. Ekstraksiyon işlemine hazır hale gelen numune oda koşullarında muhafaza edildi.



Şekil 3.1. Öğütülerek toz haline getirilen *Lemon verbena* bitkisi

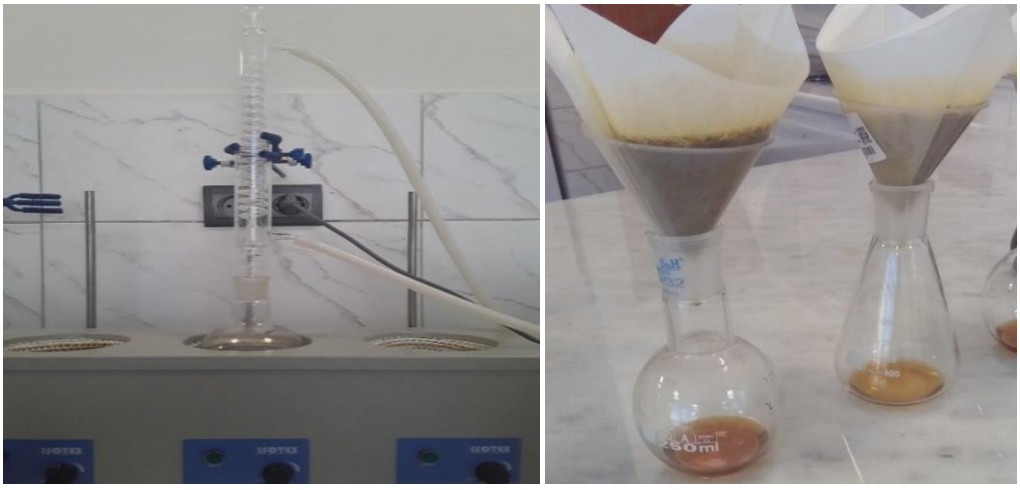
3.2. Yöntem

3.2.1. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan ekstraksiyon işlemleri

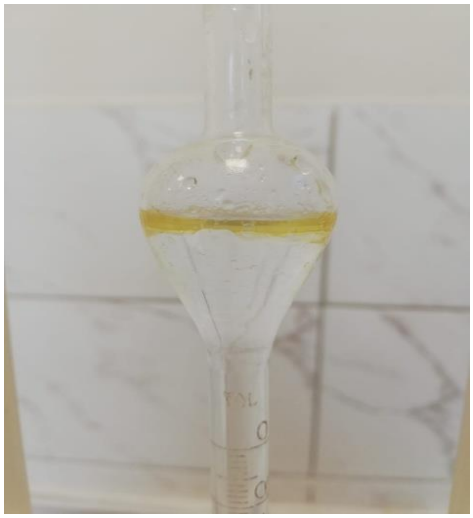
3.2.1.1. Geleneksel yöntem ile ekstraksiyon işlemi

Geleneksel ektraksiyon yöntemi olarak bilinen sistem ekstaksiyon balonu ve geri soğutucu bölümlerinden oluşmaktadır. Bu yöntemde kullanılan parametreler Uğurtay A.'nın 2019 yılında yaptığı çalışmadaki optimizasyon sonucu belirlenen optimum koşullara göre uygulandı. Toz haline getirilen *Lemon verbena* bitkisinin ekstraksiyon işlemi için; toz haldeki bitkiden 25 g tartıldı ve ekstraksiyon balonuna alındı. Üzerine 200 ml çözücü eklendi. Farklı polaritelerdeki saf su, etanol ve hekzan çözücü olarak kullanıldı. Geri soğutucu aparatı ekstraksiyon balonuna yerleştirildi ve 1 saat süre boyunca Şekil 3.2.'de görüldüğü gibi ekstraksiyon işlemi yapıldı. İşlem sonunda kaba filtre kağıdı ile süzüntü ayrıldı ve ekstrakt elde edildi.

Geleneksel ekstraksiyon yöntemi ile *Lemon verbena* uçucu yağı elde edilmesi işlemi ise, clavenger aparatı yardımı ile uygulandı. Bu işlem Al S.'nin 2019 yılında yaptığı optimizasyon çalışmasında belirlenen optimum koşullara göre yapıldı. Ekstraksiyon balonuna clavenger aparatı yerleştirildi. İşlem clavenger aparatının üst kısmında yağ birikene kadar devam etti (Şekil 3.3.) Toplanan yağ deney tüplerine alındı.



Şekil 3.2. *Lemon verbena* bitkisinin geleneksel yöntem ile yapılan ekstraksiyonu

Şekil 3.3.*Lemon verbena* bitkisinin geleneksel yöntem ile uçucu yağ eldesi

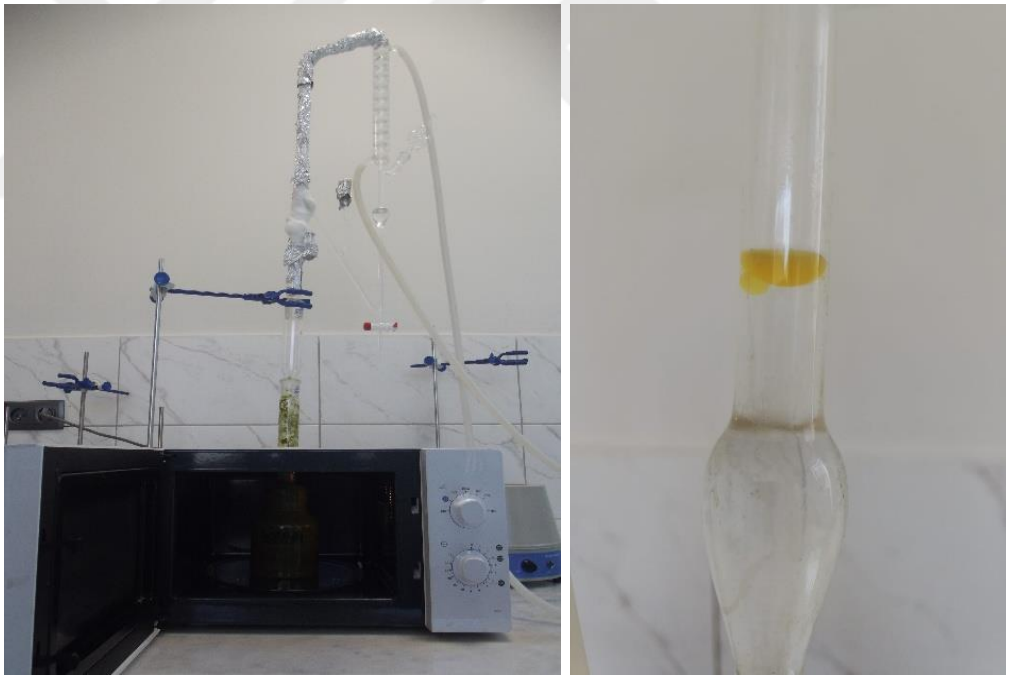
3.2.1.2. Mikrodalga destekli ekstraksiyon işlemi

Mikrodalga destekli ektraksiyon işlemi geleneksel yönteme benzer şekilde ekstraksiyon balonu ve geri soğutucu bölümlerinden oluşmaktadır. Bu yöntemde kullanılan parametreler Uğurtay A.'nın 2019 yılında yaptığı çalışmadaki optimizasyon sonucu belirlenen optimum koşullara göre uygulandı. Ekstraksiyon balonunun mikrodalga cihazına yerleştirilen yöntemde toz haline getirilen *Lemon verbena* bitkisinden 25 g tartılarak üzerine 200 ml çözücü eklendi. Farklı polaritelerdeki saf su, etanol ve hekzan çözücü olarak kullanıldı. Geri soğutucu aparatı ekstraksiyon balonuna yerleştirildi ve 1 saat süre boyunca ekstraksiyon işlemi yapıldı. İşlem sonunda kaba filtre kağıdı ile süzüntü ayrıldı ve ekstrakt elde edildi (Şekil 3.4.).

Mikrodalga ekstraksiyon yöntemi ile *Lemon verbena* uçucu yağı elde edilmesi işlemi ise clavenger aparatı yardımı ile uygulandı. Bu işlem Al S.'nin 2019 yılında yaptığı optimizasyon çalışmasında belirlenen optimum koşullara göre yapıldı. Ekstraksiyon balonuna clavenger aparatı yerleştirildi. İşlem clavenger aparatı üst kısmında yağ birikene kadar devam edildi (Şekil 3.5.). Toplanan yağ deney tüplerine alındı.



Şekil 3.4. *Lemon verbena* bitkisinin mikrodalga destekli yöntem ile yapılan ekstraksiyon işlemi



Şekil 3.5. *Lemon verbena* bitkisinin mikrodalga destekli yöntem ile yapılan uçucu yağ eldesi

3.2.1.3. Maserasyon yöntemi ile ekstraksiyon işlemi

Maserasyon yönteminde toz haline getirilen *Lemon verbena* bitkisinden 25 g tartılarak üzerine 200 ml çözücü eklendi. Oda sıcaklığında ağzı kapalı halde 24 saat boyunca karanlık oda sıcaklığı ortamında bekletildi. Farklı polaritelerdeki saf su, etanol ve hekzan çözücü olarak kullanıldı. 24 saatlik bekleme sonunda *Lemon verbena* bitki ekstreleri kaba filtre kağıdı yardımıyla süzüldü (Şekil 3.6.).



Şekil 3.6. *Lemon verbena* bitkisinin maserasyon yöntem ile ekstraksiyon işlemi

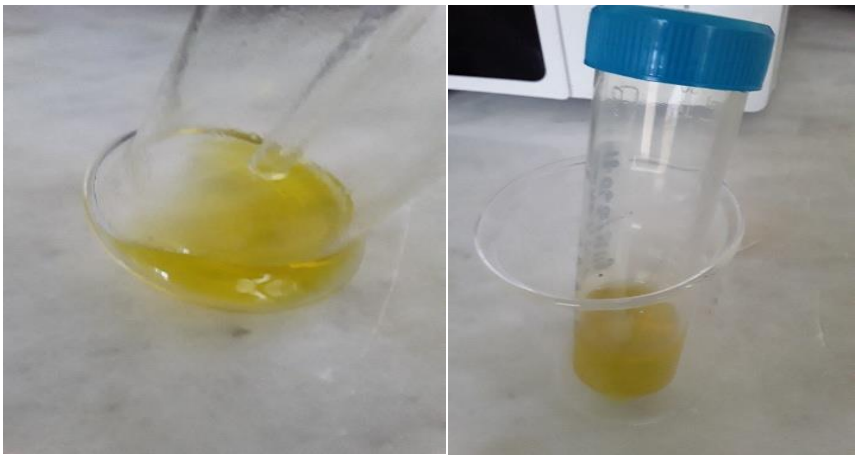
3.2.1.4. Süperkritik CO_2 ekstraksiyon yöntemi

Süperkritik CO_2 ekstraksiyon işlemi için Şekil 3.7.'de gösterilen laboratuvar tipi Qualitec F-500 marka süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazı kullanıldı. Karbondioksit tüpü, kompresör ve ekstraksiyon ünitesi olmak üzere 3 temel ekipmandan oluşan cihaz, karbondioksit tüpü (Asilgaz marka) 50 L tedarikçiden temin edildi. Kompresör ise 8 bar basınçlı, 46 L (Attlas marka) hava kompresörü satıcıdan alındı. Süperkritik CO_2 ekstraksiyon işlemi için *Lemon verbena* bitkisi ile optimizasyon çalışması yapıldı. Optimizasyonun deneysel tasarımı Donelian ve arkadaşlarının 2009 yılında yatıkları çalışma örnek alınarak yapıldı. Deneysel sonuçlar Design-Expet 7.0 programı kullanılarak analiz edildi.

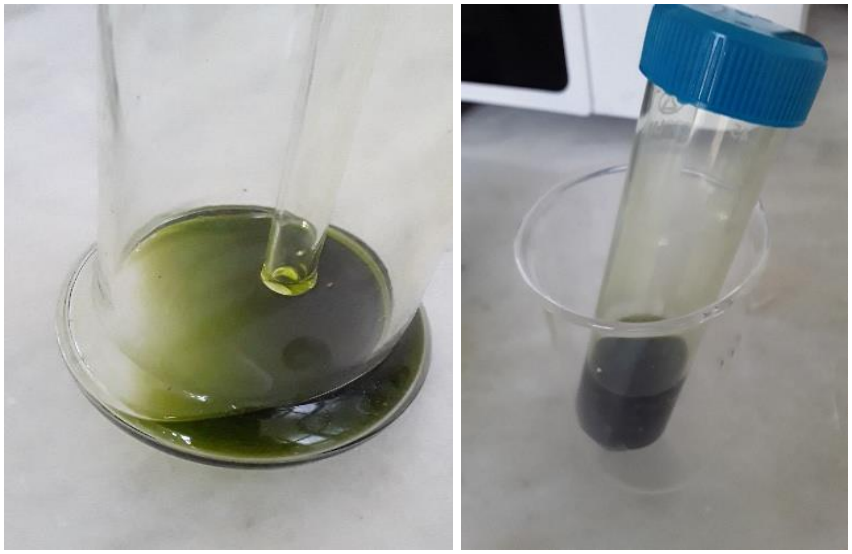


Şekil 3.7. *Lemon verbena* ekstraksiyonunda kullanılan süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazı

Süperkritik CO_2 eksteraksiyonunda üretim sonrası elde edilen ürün hegzan (%96 saflıkta Teksoll marka) ile yıkanarak deney tüpüne alındı (Şekil 3.8.). Yardımcı çözgen olarak 15 ml etanol (%96 saflıkta Teksoll marka) ekstraksiyon ünitesine eklenerek bitkinin sahip olduğu apolar metabolitleri alımı gerçekleştirildi. Elde edilen ürün deney tüpüne alındı (Şekil 3.9).



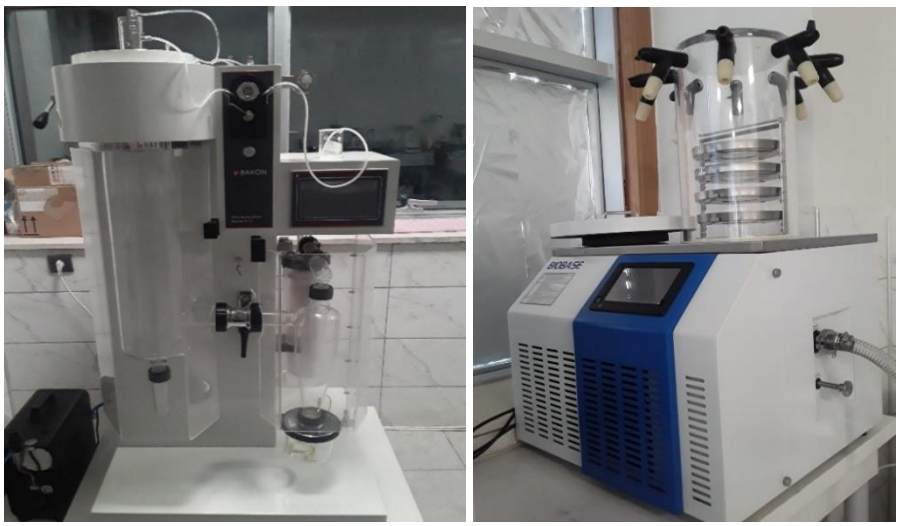
Şekil 3.8. *Lemon verbena* bitkisinin Süperkritik CO_2 ile elde edilen hegzan ekstresi



Şekil 3.9. *Lemon verbena* bitkisinin süperkritik CO_2 ile elde edilen etanol ekstresi

3.2.2. *Lemon verbena* bitkisi ekstre ve yağların enkapsülasyon işlemi

Mikroenkapsülasyon işlemi ürünün kaplama materyalleri ile kapsülleyerek toz haline getirme teknolojisidir. Bu teknikte genellikle püskürtmeli kurutma (spray dryer) ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemleri tercih edilmektedir. Püskürtmeli kurutma yönteminde Bakon marka spray dryer kullanılırken, dondurarak kurutma yönteminde Biobase marka liyofilizatör kullanıldı (Şekil 3.10.).



Şekil 3.10. *Lemon verbena* bitkisinin enkapsülasyon işleminde kullanılan sptay dryer ve liyofilizasyon cihazları

Ekstraksiyon işlemi sonucu elde edilen ekstreler püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle edildi. Enkapsülasyon işlemlerinde duvar materyali olarak maltodekstrin (Tito, Türkiye) ve gam arabik (Alfasol, Türkiye) karışımı tercih edildi.

Püskürtmeli kurutma (spray dryer) yönteminde ekstrelerin toz haline gelmesi için uygulanan Spray Drayer şartları Uğurtay A.'nın 2020 yılında yaptığı optimizasyon çalışmasında belirenen optimum şartlara göre yapıldı. Buna göre; ekstraksiyon sonucu elde edien *Lemon verbena* bitki ekstresi ile hazırlanan 200 ml besleme çözeltisi için; %80 maltodekstrin/gam arabik, giriş sıcaklığı 152 °C, aspiratör çalışma hızı %90, çözelti besleme hızı 10 ml/dk olacak şekilde ayarlandı.

Püskürtmeli kurutma (spray dryer) yönteminde elde edilen uçucu yağların toz haline gelmesi için uygulanan Spray Drayer şartları Al S.'nin 2019 yılında yaptığı optimizasyon çalışmasında belirenen optimum şartlara göre yapıldı. Buna göre; ekstraksiyon sonucu elde edilen *Lemon verbena* uçucu yağları için %80 MD/GA, giriş sıcaklığı 132 °C, aspiratör %90 çalışma hızı, çözelti besleme hızı 10 ml/dk olacak şekilde ayarlanmıştır ve enkapsüle tozlar üretildi (Şekil 3.11.).



Şekil 3.11. *Lemon verbena* ekstrelerinin spray dryer ile enkapsülasyonu

Dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yönteminde ise liyofilizasyon şartları Al S.'nin 2019 yılında yaptığı optimizasyon çalışmasında belirenen optimum şartlara göre yapıldı. Buna göre, 50 ml besleme çözeltisi cihaza beslendi (Şekil 3.12.). Dondurarak kurutmada aroma örnekleri için %57, ekstrakt örnekleri için ise %58 MD-GA oranı kullanıldı (Şekil 3.13.).

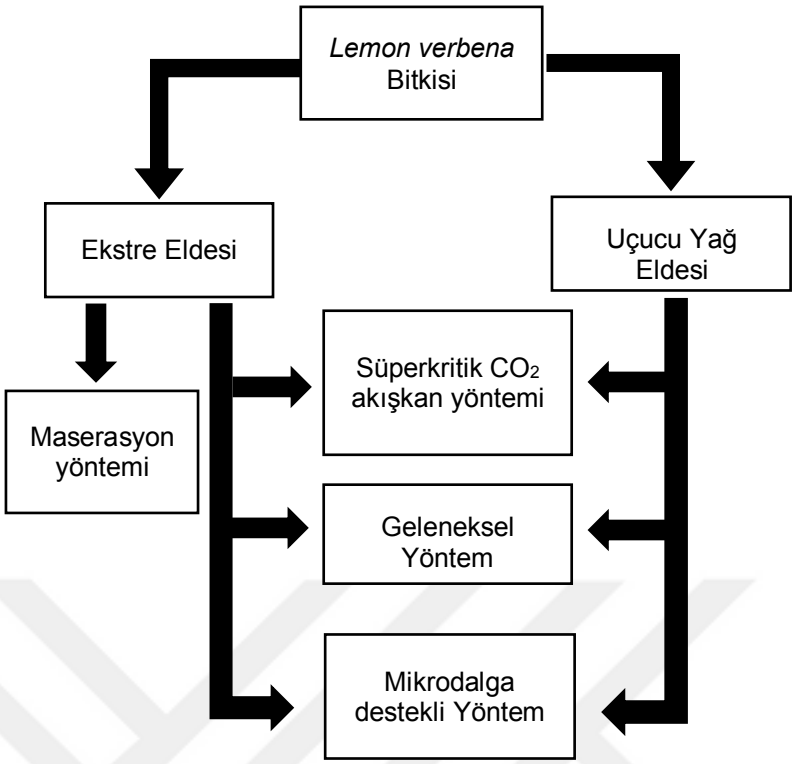


Şekil 3.12. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının dondurarak kurutma işlemi



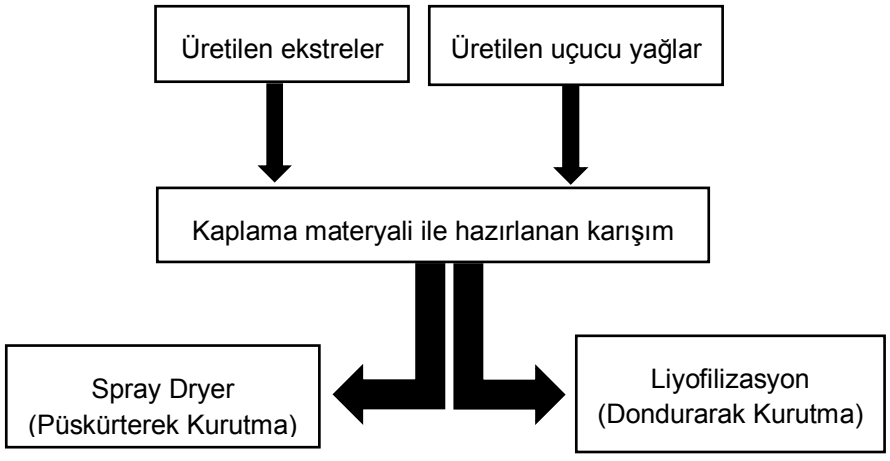
Şekil 3.13. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının dondurarak yapılan enkapsülasyonu

Bu çalışmada *Lemon verbena* bitkisine uygulanan işlemler Şekil 3.14.'de gösterildi. *Lemon verbena* bitkisinden elde edilen ekstre ve yağlara uygulanacak işlemler Şekil 3.15.'de gösterildi.

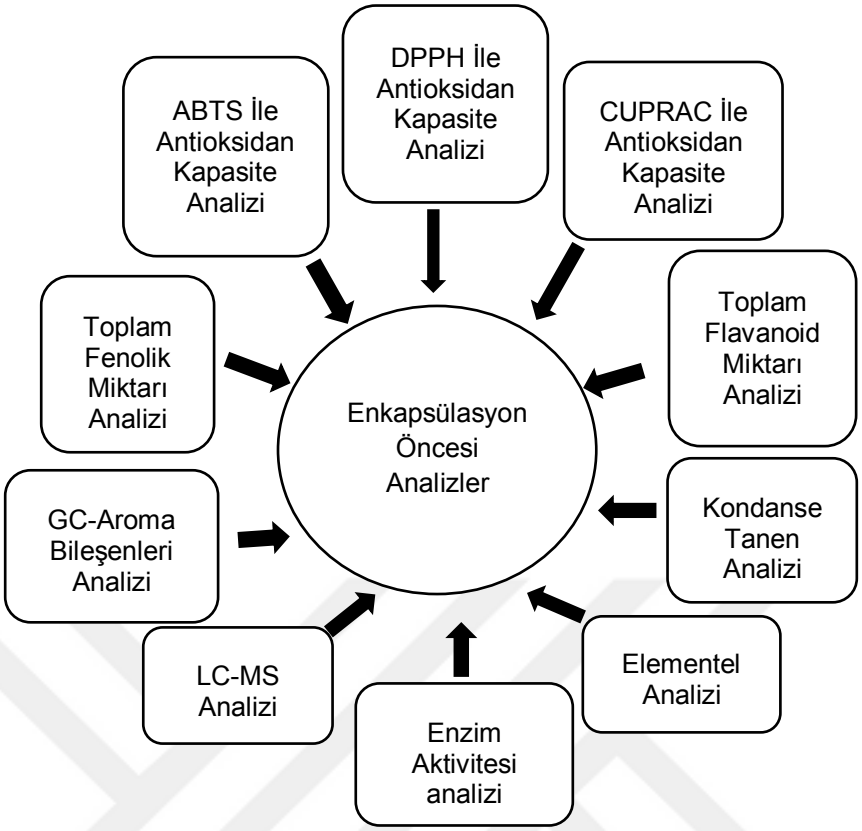


Şekil 3.14. Üretilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarına uygulanan işlemler

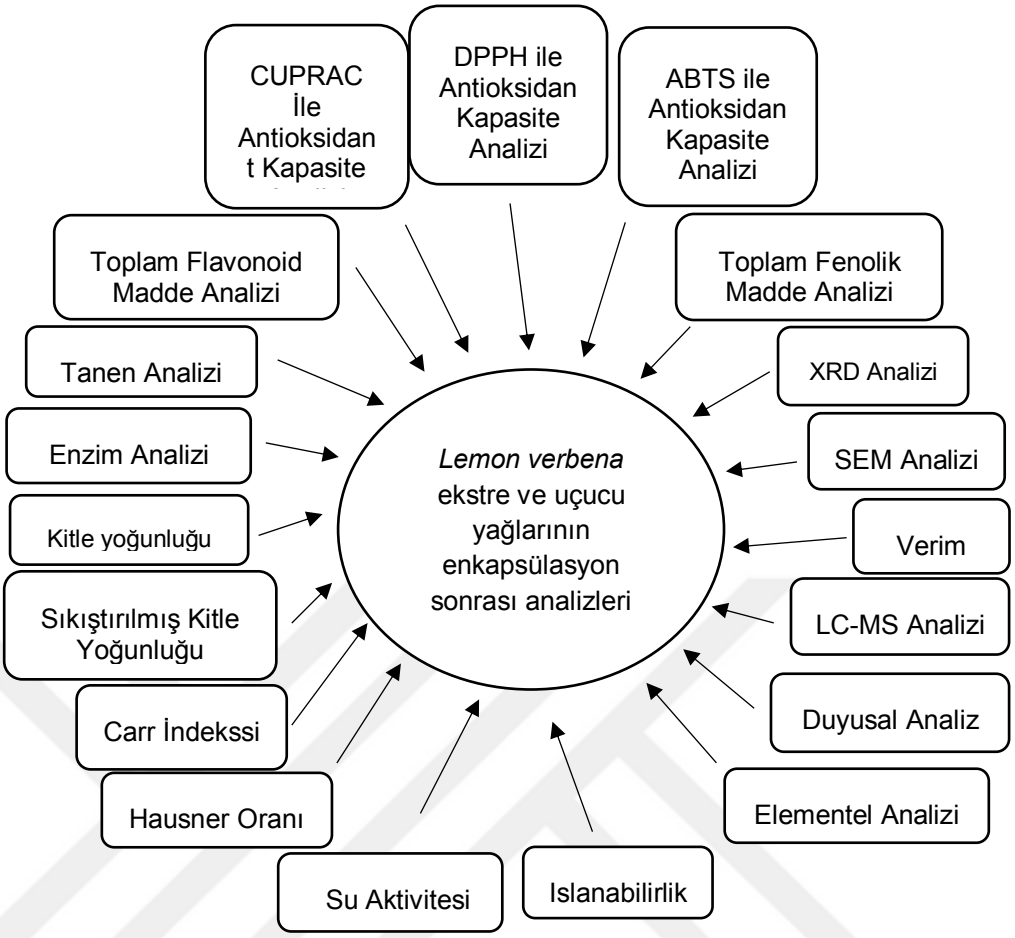
Enkapsülasyon öncesi yapılan kimyasal analizler diyagramı Şekil 3.16.'da gösterildi. Enkapsülasyon sonrası yapılan kimyasal ve fiziksel analizler Şekil 3.17.'de gösterildi.



Şekil 3.15. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan işlemler



Şekil 3.16. Enkapsülasyon öncesi uygulanan analizler



Şekil 3.17.Enkapsülasyon sonrası uygulanan analizler

3.2.3. Fiziksel ve kimyasal analizler

3.2.3.1. Su aktivitesi analizi

Su aktivitesi gıdaların kimyasal, fiziksel ve biyolojik özellikleriyle nem içeriğinden daha yakın bir ilişkiye sahiptir; kimyasal, enzimatik reaksiyonlar ve mikroorganizmaların çoğalmasında önemli rolü olduğu bilinmektedir (Troller, 1980). *Lemon verbena* ekstrelerinin ve uçucu yağlarının mikroenkapsüle edilmiş tozlarının su aktiviteleri literatürde uygulanmış bir metodla Aqualap model su aktivite cihazı ile yapıldı (Tatar ve ark., 2014).

3.2.3.2. Islanabilirlik

İki maddenin bağlanma ve yapışma özelliklerini ıslanabilirlik analizi gösterir. Islanabilirlik analizi Turchiuli ve ark., (2005)'nın kullandıkları yöntem ile hesaplandı. Bu yönteme göre, 1 g tozun su yüzeyinden kaybolması için gereken süre (100 ml 20 °C) olarak hesaplandı.

3.2.3.3. Kitle ve sıkıştırılmış kitle analizi

Partikül çapı ve boyutu enkapsüle tozların kitle yoğunlğunu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğunu etkileyen etmenlerden biridir. Enkapsüllerde yığın yoğunluğunun az olması boşluklar arasında bulunan havanın daha fazla olmasına sebep olacağı için oksidasyon riskinin artmasına neden olur (Barbosa ve ark., 2005: Koç ve ark.,2010). *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı tozlarının kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analizleri Tatar ve arkadaşlarının 2014 yılında yaptıkları metot ile uygulandı.

Enkapsüle edilmiş *Lemon verbena* tozlarından 5 gr tartılarak 25 ml'lik mezüre belli bir yükseklikten aktarıldı. Örnek kitlesinin mezürde kapladığı hacmi ile oranlanarak kitle yoğunluğu tespit edildi. Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ise enkapsüle edilmiş *Lemon verbena* tozlarından 5 gr tartılarak mezüre aktarıldı. Sabit hızda 200

defa pürüzsüz zemine vuruldu. İşlem sonunda hacim ölçüldü ve toz kitlesi hacme bölünerek sıkıştırılmış kitle yoğunluğu hesaplandı.

3.2.3.4. Hausner ve Carr indeks analizi

Carr indeksi ve Hausner oranları toz ürünün kitle yoğunluğu ve sıkıştırılmış kitle yoğunlukları ile ilişkilidir. Püskürterek ve dondurarak kurutma sonucu elde edilen toz ürünlerin akabilirlik özelliğini Carr indeks değeri gösterirken yapışkanlık derecesini Hausner oranı gösterir.Toz ürünün yapışma derecesi yükseldikçe akışkanlık sorunu ortaya çıkar (Koç ve ark., 2010). İki faktör arasındaki ilişki Çizelge 3.1.'de gösterildi.

Lemon verbena enkapsüle tozlarının yapışkanlık ve akışkanlık özellikleri için Carr indeksi ve Hausner oranı hesaplandı. Hausner oranı sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerinin kitle yoğunluğuna oranlanması ile hesaplandı. Carr indeks ise aşağıdaki formüle göre hesaplandı (Turchiuli ve ark., 2005).

$$\text{Carr indeks} = \frac{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu-Kitle yoğunluğu}}{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu}} \times 100 \qquad (3.1)$$

$$\text{Hausner oranı} = \frac{\text{Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu}}{\text{Kitle yoğunluğu}} \qquad (3.2)$$

Çizelge 3.1. Carr indeksi Hausner oranı ve akışkanlık ilişkisi

Carr indeks	Akışkanlık	Hausner oranı
≤10	Mükemmel	1.00-1.11
11-15	İyi	1.12-1.18
16-20	Orta	1.19-1.25
21-25	Geçerli	1.26-1.34
26-31	Zayıf	1.35-1.45
32-37	Çok zayıf	1.46-1.59
38≥	Çok kötü	1.60≥

3.2.3.5. *Lemon verbena* enkapsüllerinin verim hesabı

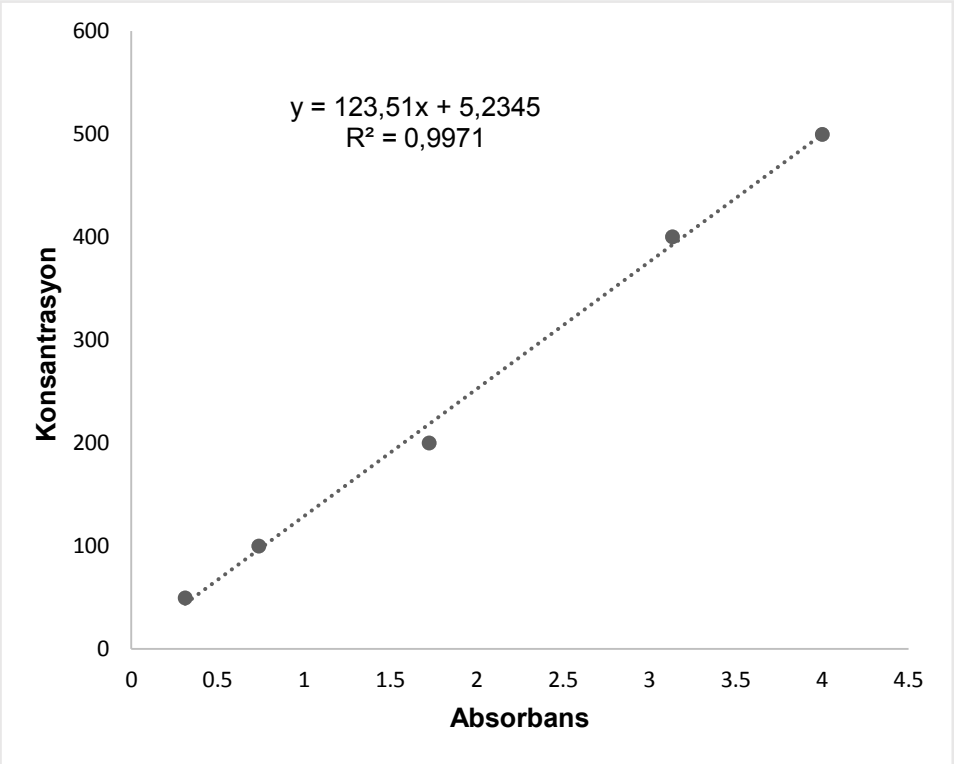
Lemon verbena enkapsüle tozlarının kapsüle edilmiş miktarı ve buna girdi oluşturan bileşenlerin kütleleri aşağıda verilen formüle göre hesaplama yapıldı (Quispe ve ark., 2011).

$$\text{Verim \%} = \frac{\text{Püskürtmeli kurutmadan elde edilen mikrokapsüllerin kütlesi}}{\text{Püskürtmeli kurutmaya beslenen girdilerin kütlesi (kuru madde üzerinden)}} \times 100 \qquad (3.3)$$

3.2.3.6. Toplam fenolik madde miktarı analizi

Fenolik bileşikler bitkiler aleminde bulunan aromatik ikincil bitki metabolit grubudur. Gıdalarda raf ömrünü uzatmak ve patojenik mikroorganizmaların büyümesini engellemek için önemli olan doğal antimikrobiyal bileşikler oldukları rapor edilmiştir. Aynı zamanda serbest radikaller üzerindeki antioksidan, anti-mutajenik ve süpürücü aktivite gibi birçok biyolojik etkiye sahip oldukları bildirilmiştir (Proestos ve Komaitis, 2008: Cevallos ve ark., 2006: Ozcan ve ark., 2014). Bu sebeple *Lemon verbena* ekstre ve enkapsüle tozlarınnın içeriğinde fenolik madde bulunup bulunmadığını tespit etmek için toplam fenolik madde analizi yapıldı.

Analiz Singleton Rossi'nin 1965 yılında geliştirdiği ve Liet tarafından modifiye edilen metod kullanılarak yapıldı. TFMM, gallik asit cinsinden hesaplandı. Buna göre Gallik asitin farklı konsantrasyonlarda çözeltileri hazırlanarak absorbansları ölçüldü ve kalibrasyon eğrisi oluşturuldu. Oluşturulan eğrinin regrasyon değeri 0.99'dan büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu görüldü (Şekil 3.18.).



Şekil 3.18. TFMM analizi için oluşturulan gallik asit kalibrasyon eğrisi

Lemon verbena ekstrelerinin toplam fenolik madde analizi için 0.4 ml ekstraksttan kulanıldı. *Lemon verbena* enkapsüle tozlarında ise fenolik madde içeriğini belirlemek için 0.1 gr örnek tartıldı. Üzerine 1 ml saf su eklendi ve vortex ile 1 dk boyunca karıştırıldı. Çözünen örneklerden 0.4 ml alınarak analiz yapıldı.

3.2.3.7. Toplam fenolik madde miktarı analizi uygulanışı

Lemon verbena ekstre ve bunların enkapsüle tozlarının toplam fenolik madde içeriğini belirlemek için Folin & Ciocalteau reaktifi 1:9 oranında saf su ekenerek seyreltildi ve %7.5 'lik Na_2CO_3 çözeltisi hazırlandı. Deney tüplerine analzi için 0.4 ml numune örneği eklendi. Üzerine 2 ml folin ve 1.6 ml Na_2CO_3 çözeltisi konuldu vorteks ile karıştırıldı. Oda sıcaklığında 1 saat süre boyunca karanlıkta bekletildi. 1 saat beklemenin ardından SHIMADZU UV-1280 UV-VIS model spektorofotometrede 765 nm dalga boyunda absorbansı ölçüldü. Analizler Şekil 3.19.'deki gibi 3 tekerrür yapılarak çalışıldı.

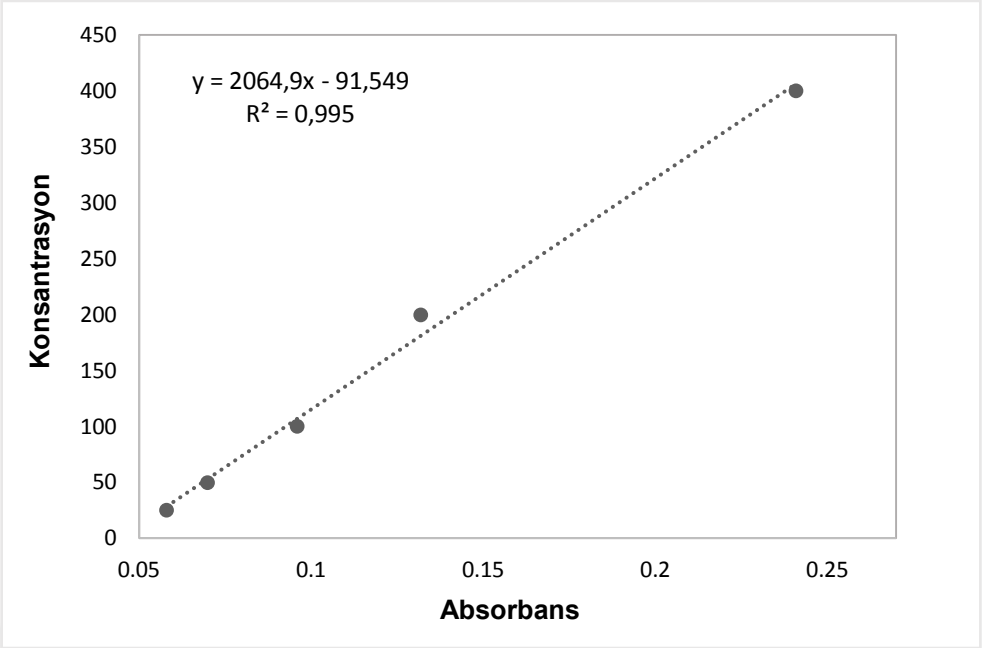


Şekil 3.19. *Lemon verbena* ekstre ve enkapsüle tozlarının toplam fenolik madde (TFMM) analizi

3.2.3.8. Toplam flavonoid madde miktarı analizi

Flavanoidlerin antioksidant özelliklerin yanısıra antiviral, antibakteriyel, antiinflamatuar, vazodilatör, antikanser ve anti-iskemik gibi çoklu biyoaktif etkiler de sergilediği bildirilmiştir (Prochazkova ve ark., 2011). *Lemon verbena* ekstre ve bunların enkapsüle tozlarının flavonoid madde içeriğini tespit etmek için Zhinsen ve ark., (1999)'nın metoduna göre analizleri yapıldı.

Lemon verbena ekstre ve enkapsüllerinin TFM değerini belirlemek amacı ile Quercetin referansı kullanıldı. Farklı konsanstrasyonlarındaki quersetin referansının absorbansı ölçüldü ve kalibrasyon eğrisi oluşturuldu. Oluşturulan kalibrasyon eğrisinin regrasyon değeri 0.99'dan büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu tespit edildi (Şekil 3.20.).



Şekil 3.20. Toplam flavonoid (TFM) için oluşturulan Quercetin kalibrasyon eğrisi

Lemon verbena ekstrelerinin toplam flavonoid miktarını tespit etmek için örneklerden 1ml alınarak analiz yapıldı. *Lemon verbena* ekstre enkapsüle tozlarının toplam flavanoid miktarının belirlemek için enkapsüle tozlardan 0.1 gr tartıldı ve 1 ml saf suda çözündürülerek 1 dk boyunca vortexlendi. Çözünen örneklerden 1 ml örnek tüpe eklendi ve analiz yapıldı.

3.2.3.9. Toplam flavonoid madde miktarı analizi uygulanışı

Lemon verbena ekstre ve bunların enkapsüle tozlarında flavanoid miktarını belirlemek için %5'lik $NaNO_2$ çözeltisi, %10 luk $AlCl_3$ çözeltisi ve 1 M NaOH çözeltileri hazırlandı. Ardından deney tüplerine *Lemon verbena* ekstrelerinden 1 ml numune konuldu ve üzerine 4 ml çözücü (saf su) ilave edilerek vorteks ile karıştırıldı. Daha sonra 0.3 ml %5'lik $NaNO_2$ çözeltisi ve 0.3 ml %10'luk $AlCl_3$ çözeltileri ilave edildi. Tekrar vorteks ile karıştırılan karışım 5 dk bekletildikten sonra 2 ml 1 M NaOH çözeltisi eklendi. Ardından 6 dk bekletildi ve tüplerin hacmi çözücü ile 10 ml'ye tamamlandı. 3 paraelel olarak hazırlanan numunelerin (Şekil 3.21.) absorbansı SHIMADZU UV-1280 UV-VIS marka model spektrofotometrede 510 nm dalga boyunda okuma yapıldı



Şekil 3.21. *Lemon verbena* ekstre ve enkapsüle tozlarının flavonoid analizi

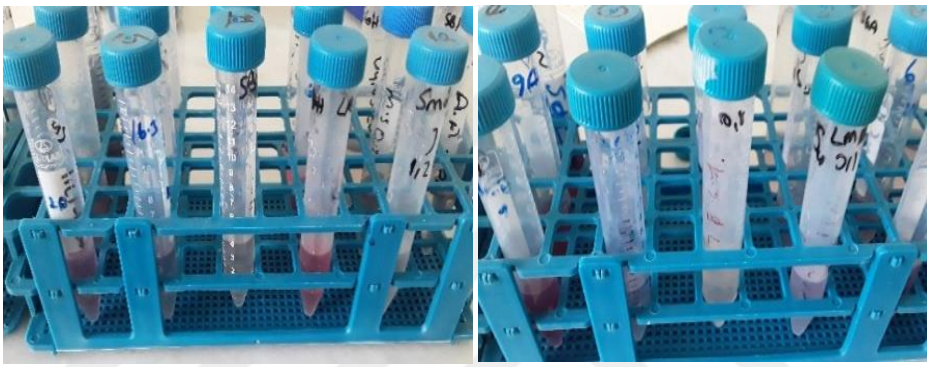
3.2.3.10. DPPH ile antioksidant madde analizi

Antioksidanlar sebest radikallerin neden olduğu oksidadif hasara karşı hücreleri koruyan aktiviteye sahip fenolik ve flavonoid kompozisyonlar da içeren biyoaktif bileşenlerdir (Wada ve Ou, 2002). Bu özelliklerinden dolayı antioksidant varlığı *Lemon verbena* ekstre ve enkapsüle tozlarında mevcut olup olmadığı analiz edildi. Bu çalışmada antioksidant madde analalizi Brand ve ark. (1995) metoduna göre yapıldı. Yöntem, hidrojen atomu verme eğiliminde olan bir molekülün DPPH içeren çözelti ile karıştırılması sonucu DPPH radikalinin süpürülerek rengin başlangıçtakinden daha açık tonlarda veya kaybolmasına dayanır.

3.2.3.10.1. DPPH ile antioksidant madde analizi uygulanışı

Analiz için öncelikle DPPH radikali içeren çözelti hazırlandı. DPPH radikalini süpürme kapasitesi numunenin konsantrasyonu ile doğru orantılı olarak artmalıdır. Bu sebeple farklı konsantrasyonlarda denemeler yapılarak minimum süpürme aktivitesi ile linner artan miktarlar belirlendi. Ekstreler için, belirlenen üç farklı konsantrasyonda numune deney tüpüne kondu ve üzeri DPPH çözeltisi ile 4 ml'ye tamamlandı. Enkapsüle ekstre tozları ise 0.1 g tartıldı ve 5 ml saf suda çözdürüldü. Ekstreler gibi minimum süpürme aktivitesi ve lineer olarak artan süpürme kapasitesi miktarları belirlendi ve deney tüplerine kondu. Üzeri DPPH radikali ile 4 ml'ye tamamlandı. *Lemon verbena* uçucu yağlarının antioksidan kapasite analizi için yağlar etanolde çözündürüldü. Minimum süpürme aktivitesi ve linner olarak artan süpürme aktiviteleri

farklı konsantrasyonlarda denemeler yapılarak belirlendi. Belirlenen üç farklı konsantrasyon miktarlarından deney tüpüne eklendi ve üzeri DPPH ile 4 ml'ye tamamlandı. Vorteksten geçirilerek karıştırlan tüpler (Şekil 3.22.) oda koşullarında karanlık ortamda yarım saat bekletildi. Yarım saat sonunda numunelerin absorbansları SHIMADZU UV-1280 UV-VIS marka model spektrofotometrede 517 nm dalga boyunda okuma yapıldı. Sonuçlar yüzdelik olarak hesaplandı ve liner grafikleri oluşturuldu. Oluşturulan doğrusal garfiklerin regresyon eğrileri ve R^2 değerleri belirlendi.

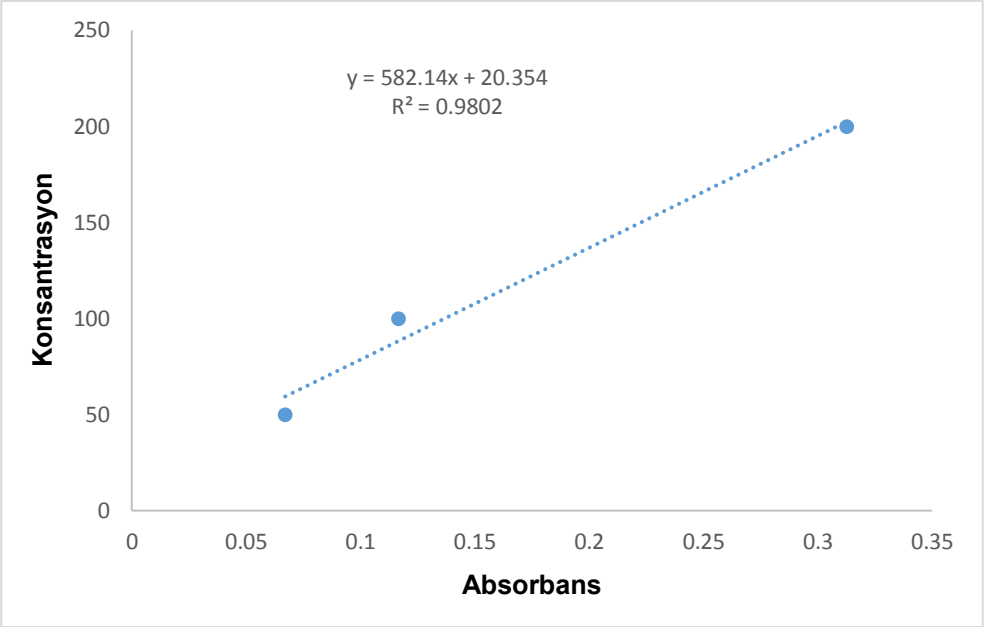


Şekil 3.22. *Lemon verbena* ekstre, uçucu yağ ve enkapsüllerinin DPPH % inhibisyon antioksidant akivite analizi

3.2.3.11. ABTS ile antioksidant madde analizi

$ABTS^+$ katyon radikali süpürme aktivite analizi Re ve ark. (1999)'nın uyguladığı metoda göre gerçekleştirildi. 7 M $ABTS^+$ katyonu sulu çözeltisi ile suda çözünmüş 0.00245 M potasyum persülfat ($K_2S_2O_8$) karıştırıldı. Ardından hazırlanan çözelti 12 saat boyunca karanlık ortamda, oda sıcaklığında bekletildi. $ABTS^+$ çözeltisini kullanmadan önce spektrofotometrede 734 nm'deki absorbansı 0.708±0.025'ye gelene kadar saf su ile seyreltildi.

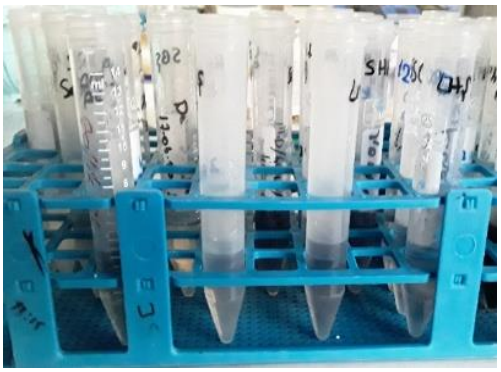
Analiz sonuçlarının trolox cinsinden hesaplayabilmek için Trolox referansının 50 ppm, 100 ppm ve 200 ppm konsantrasyonlarında çözeltileri hazırlandı ve absorbansları ölçüldü. Absorbans ve konsantrasyon değerleri ile kalibrasyon grafiği çizildi. Elde edilen kalibrasyon eğrisinin regrasyon değeri 0.98'den büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu tespit edildi. (Şekil 3.23.).



Şekil 3.23. ABTS ve DPPH için oluşturulan Troloxs kalibrasyon eğrisi

3.2.3.11.1. ABTS ile antioksidant madde analizi uygulanışı

Lemon verbena ekstrelerinin ABTS antioksidant kapasite analizi için öncelikle farklı konsantrasyonlarda numunenin minimum radikal süpürme aktivitesinin konsantrasyon ile doğru orantılı olarak lineer arttığı miktarlar belirlendi. Ekstreler için belirlenen değerler deney tüpüne kondu ve üzeri $ABTS^{+}$ çözeltisi ile 4 ml'ye tamamlandı. Enkapsüle tozlar için 0.1 g tartıldı ve 5 ml saf suda çözündürüldü. Ekstrede uygulanan farklı konsnatrasyonda miktar arttıkça süpürme kapasitesinin arttığı değerler belirlendi. *Lemon verbena* uçucu yağı antioksidan analizi için etanolde çözündürüldü ve farklı konsantrasyonlarda numunenin minimum radikal süpürme aktivitesinin konsantrasyon ile doğru orantılı olarak lineer arttığı miktarlar belirlendi. Belirlenen miktarlar analiz için deney tüplerine konuldu ve üzeri ABTS ile 4 ml'ye tamamlanarak oda sıcaklığında, 10 dk karanlık ortamda bekletildi. Her numune için üç paralel çalışıldı. Ardından Shimadzu UV-1800 UV-VIS Spektrofotometre cihazında 734 nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçüldü (Şekil 3.27.). Sonuçlar trolox eşdeğeri olarak hesplandı ve doğrusal garfikleri çizilerek R^2 değeri hesaplandı.

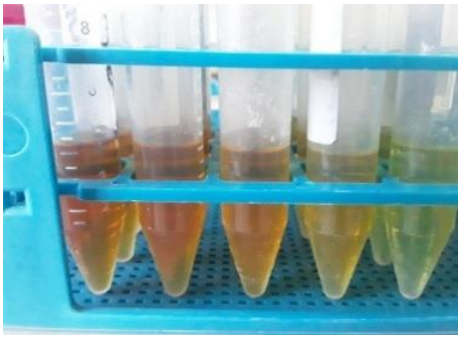


Şekil 3.24. ABTS yöntemi ile antioksidant kapasite analizi

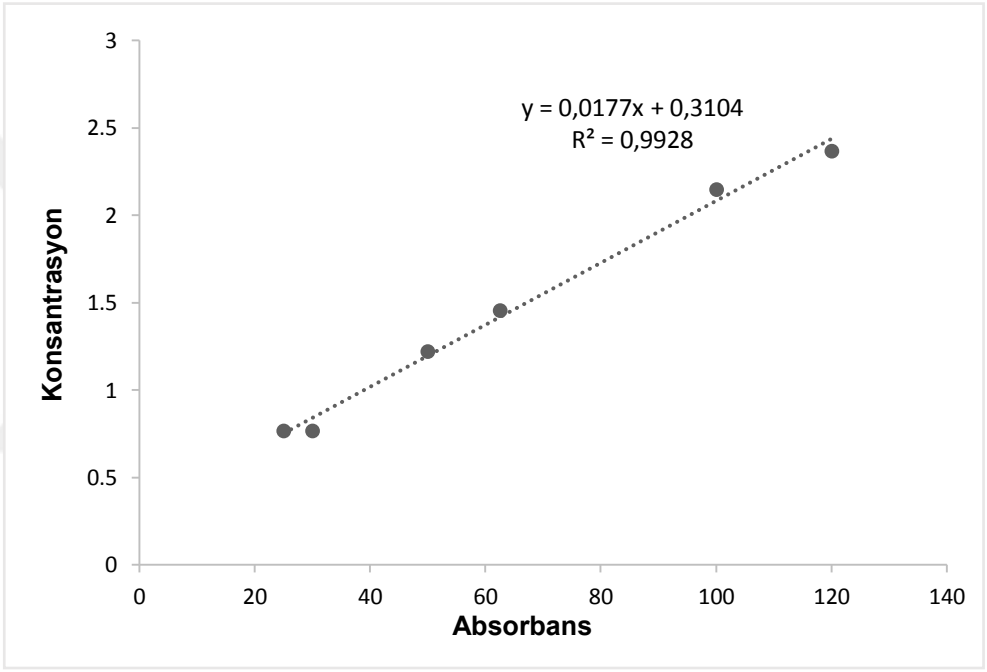
3.2.3.12. CUPRAC ile antioksidan madde analizi

CUPRAC ile antioksidan madde analizi Apak ve arkadaşları tarafından 2004 yılında geliştirilen metoduna göre yapıldı. Hidrofilik ve lipofilik antioksidan bileşiklere cevap verebilen Cu(II)-neokuproin(Nc) reaktif kullanılan metod, literatürde **CUP**ric **R**educing **A**ntioxidant **C**apacity: CUPRAC (bakır (II) iyonu indirgeme) antioksidan kapasite analizi olarak geçmektedir. Yöntem bakır(II) iyonunun indirgenerek Cu(I)-Nc kelatının oluşması sonucu rengin başlangıçtan daha koyu sarı olmasına ve 450 nm'de maksimum absorbans yapmasına dayanır. Analiz için. 1.0×10-2 M CuCl2.2H2O çözeltisi saf su ile hazırlandı. 1 M Amonyum asetat çözeltisi ve 7.5×10-3 M Neokuproin (2.9-dimetil-1.10-fenantrolin) çözeltisi hazırlandı.

Troloxs referansının 25 ppm, 30 ppm, 50 ppm, 62.5 ppm, 100 ppm ve 120 ppm konsanstrasyonlarındaki absorbansı ölçüldü ve kalibrasyon eğrisi oluşturuldu. Oluşturulan kalibrasyon eğrisinin regrasyon değeri 0.99'den büyük ve lineeritesinin yüksek oranda olduğu tespit edildi (Şekil 3.25. ve Şekil 3.26.).



Şekil 3.25. Troloxs referansının kalibrasyon eğrisi için farklı konsantrasyonlrda hazırlanan çözeltilerinin görüntüsü



Şekil 3.26. CUPRAC için oluşturulan Troloxs kalibrasyon eğrisi

3.2.3.12.1. CUPRAC ile antioksidant madde analizi uygulanışı

CUPRAC metodu ile antioksidant kapasite analizi için öncelikle farklı konsantrasyonlarda numunenin minimum antioksidan kapasitesi ve lineer arttığı miktarlar belirlendi. Ekstreler belirlenen miktarlara göre üç farklı konsantrasyonda seyreltildi. Enkapsüle tozlar 0.1 gr 5 ml safsu ile çözündürüldü ve belirlenen miktara göre üç farklı konsantrasyonda seyreltildi. Yağlar ise etanolde çözündürülerek belirlenen üç farklı konsantrasyonda seyreltildi. Her numune için üç paralel çalışıldı. Seyreltilen numunelerden 1.1 ml alınarak deney tüplerine konuldu. Üzerlerine sırası

ile 1 ml 1.0×10-2 M CuCl2.2H2O çözeltisi, 1 ml 1 M Amonyum asetat çözeltisi ve 1 ml 7.5×10-3 M Neokuproin (2.9-dimetil-1.10-fenantrolin) çözeltisi eklendi. Deney tüpleri vorteksten geçirilerek karıştırıldı. Yarım saat oda sıcaklığında karanlık ortamda bekletildi. Numuneler Shimadzu UV-1800 UV-VIS Spektrofotometre cihazında 450 nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçüldü (Şekil 3.30.). Sonuçlar troloxs eşdeğeri olarak hesaplandı.



Şekil 3.27. CUPRAC yöntemi ile *Lemon verbena* ekstre ve enkapüle tozlarının antioksidan madde analizi

3.2.3.13. Kondense tanen miktarı analizi ve uygulanışı

Lemon verbena ekstre ve enkapsüle tozlarının kondanse tanen miktarı analizi Karaoğul ve ark., (2017) tarafından belirlenen metoda göre yapıldı.

Analiz için öncelikle Tanen çözeltisi hazırandı. Bu amaçla 95 ml n-bütanol. 5 ml HCI (35'lik) ve 0.05 gr Fe2SO4 çözeltileri hazırlanıp karıştırıldı. Ekstre örneklerinden 1 ml toz örneklerden ise 0.01 gr tartılarak deney tüpüne alındı. Üzerine 10 ml tanen çözeltisi ilave edildi. Deney tüpleri su banyosunda kaynamakta olan suda 1 saat bekletildi. SHIMADZU UV-1280 UV-VIS model spektrofotometrede 580 nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçüldü (Şekil 3.28.).



Şekil 3.28. Kondanse tanen miktarı analizi

3.2.3.14. Toplam antosiyanin miktarı analizi

Lemon verbena ekstrelerinin ve enkapsüle tozlarının toplam antosiyanin miktarları Wrolstad (1976)'ın uyguladığı Ph 1 ve Ph 4.5 bufferlarının kullanıldığı diferansiyel metoduna göre yapıldı. Bu metoda göre, 1.86 gr potasyum klorür tartılarak üzerine 980 ml saf su eklendi. Ardından asetik asit kullanılarak buffer pH değeri 1'e ayarlandı. PH 4.5 buffer için 54.43 gr sodyum asetat trihidrat tartıldı. Üzerine 960 ml saf su eklendi. Hidroklorik asit kullanılarak buffer pH değeri 4.5'e ayarlandı.

Lemon verbena enkapsüle tozlarından 0.05 gr tartıldı ve 1 ml saf suda çözündürüldü. Ekstrelerinden ise 1ml alınarak analiz yapıldı.

3.2.3.15. Toplam antosiyanin miktar analizi uygulanışı

4 ml pH 1 deney tüpüne eklendi ve üzerine 1 ml numune eklenerek vorteks ile karıştırıldı. SHIMADZU UV-1280 UV-VIS marka model spektrofotometrede 520 ve 700 nm'de absorbans değerleri ölçüldü. Aynı işlem pH 4.5 buffer için de yapıldı. Antosiyanin miktarı şağıdaki formüle göre hesaplandı (Güven ve ark.. 2019).

$$\text{Toplam antosiyanin miktarı mg/L} = \frac{A \times MW \times DF \times 1000}{\varepsilon \times 1} \quad (3.4)$$

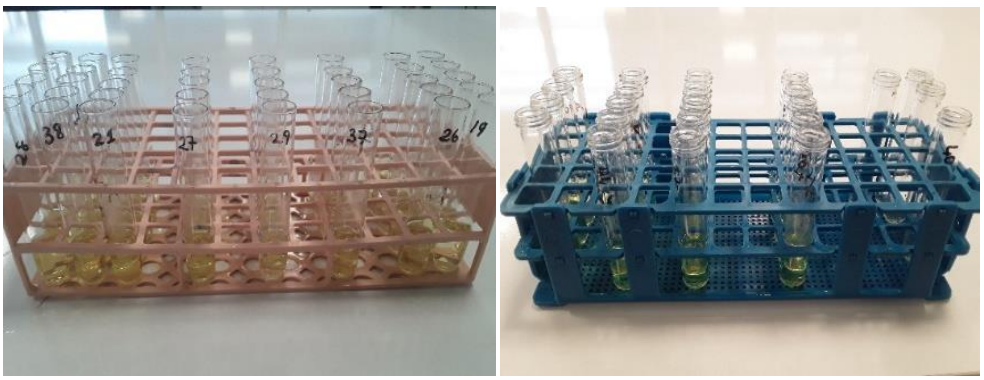
A = Ph 1 (A520-700-A520-700)-Ph 4.5 (A520-700-A520-700)

DF = Seyreltme faktörü
MW = Molekül ağırlığı (449.2)
ε = 26.900 A×MW×DF×1000

3.2.3.16. Alfa glukozidaz enzim aktivitesi analizi ve uygulanışı

Lemon verbena ekstre ve enkapsüle tozların α-glukozidaz enzim aktivite analizi yapıldı (Çam ve ark., 2014: Mcdougall ve ark., 2005). Analiz için, 67 mM KH2PO4 (pH = 6.8) solüsyonundan 1250 µL deney tüpüne eklendi. Ardından, seyreltilmiş bitki ekstraktı ve safsuda çözündürülmüş enkapsüle toz çözeltisinden 50 µL eklendi. Daha sonra 50 µL α-glikosidaz solüsyonu (0.2 U / mL) eklenerek karışım 37 ° C'de 5 dakika boyunca bir su banyosunda inkübe edildi. Reaksiyon 10 mM 4-nitrofenil α-D-glukopiranosid solüsyonundan 125 µL eklenerek başlatıldı. Reaksiyon. 2000 uL 0.1 M Na2C03 ilavesiyle 20 dakikanın ardından durduruldu (Şekil 3.29.). SHIMADZU UV-1280 UV-VIS marka model spektrofotometrede 400 nm'de absorbans değerleri ölçülmüştür ölçüldü. Hesaplamalar aşağıdaki (3.5.) formüle göre yapıldı.

$$\text{Enzim inhibisyonu (\%)} = \frac{(\text{Abs kontrol} - \text{Abs ekstrakt})}{\text{Abs kontrol}} \times 100 \qquad (3.5.)$$



Şekil 3.29. α-glukozidaz enzim aktivite analizi görüntüsü

3.2.3.17. Duyusal Analiz

Lemon verbena bitki ekstre ve yağ enkapsüle tozlarının duyusal analizi. Gıda mühendisliği bölümü öğretim üyeleri ve öğrencilerinden oluşan 5 panelistin katılımı ile gerçekleştirildi. Duyusal analiz değerlendirme formu ve puan cetveli Çizelge 3.2.'de gösterildi. Puan cetveli tercihleri (çok iyi, iyi, orta, iyi değil ve kötü) ile yapıldı (Anonymous, 1988).

Çizelge 3.2. Duyusal analiz değerlendirme formu

Panelistin Adı Soyadı: Tarih:

***Lemon verbena* EKSTRE VE UÇUCU YAĞLARI ENKAPSÜLE TOZLARININ DUYUSAL ANALİZ DEĞERLENDİRME FORMU**

Numune Türü		Nu.	Koku	Tat-Aroma	Gecikmiş Tat	Genel Beğeni
	Kontrol					
Dondurarak kurutma	Mikrodalga	1				
		2				
		3				
		4				
	Geleneksel	1				
		2				
		3				
		4				
	Maserasyon	1				
		2				
		3				
	CO_2	1				
		2				
Püskürtmeli kurutma	Mikrodalga	1				
		2				
		3				
		4				
	Geleneksel	1				
		2				
		3				
		4				
	Maserasyon	1				
		2				
		3				
	CO_2	1				
		2				
5:Çok iyi 4: İyi 3:Orta 2:İyi değil 1:Kötü						

3.2.3.18. SEM analizi

Püskürtmeli ve dondurarak kurutulan ekstrelerden elde edilen enkapsüle tozların yüzey morfolojisi Şekil 3.30.'deki taramalı elektron mikroskobu ile görüntülendi. (Zeiss Evo 50 SEM. Almanya). Örnekler 20 kV'da 500, 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülerek incelendi.



Şekil 3.30.Taramalı elektron mikroskopu (SEM) cihazı

3.2.3.19. XRD analizi

Enkapsülasyon işleminde dondurarak elde edilen tozların yapı analizleri 40 kV / 30 mA'da çalışan bir difraktometre kullanılarak (Rigaku Ultima III) CuKα (1.54 nm) x-ışını kırınımı ile analiz edildi (Şekil 3.31.). Tarama açısı 10 ile 80 (2θ) arasında seçildi. Ayrıca XRD örneklerinin nanoenkapsüle boyutu aşağıdaki yarı maksimum tam genişliği (FWHM) aracılığıyla Scherrer's eşitliğine göre hesaplandı.

$$D = \frac{K * \lambda}{\beta * cos\theta}$$

D: Nanoenkapsüle toz boyutu
K: Sayısal sabit 0.941
λ: X-ray dalga boyu (1.54 nm)
β: FWHM (yarı maksimumun tam genişliği)



Şekil 3.31.XRD ölçüm cihazı

3.2.3.20. Kimyasal kompozisyon analizi

Shimadzu LCMS-8030 marka İnertsil ODS 4; 2um 2.1 x 50 mm kolon kullanılarak, Binary gradient modu ile *Lemon verbena* ekstreleri ve enkapsüle tozlarının LC-MS ile kimyasal kompozisyon analizi yapıldı. Analizde LC-20ADXR marka pompa kullanılmış olup toplam akış 0.4000 mL/min'dir. Ayrıca, mobil fazların sıra ile %0.1 formik asit + su ve %0.1 formik asit ve metanol olan analizde maksimum 660 bar basınç ile CTO-10ASvp marka fırında 40 °C sıcaklık uygulandı.

Thermo Scientific™ ISQ™ Series Single Quadrupole marka Gaz Kromotografisinde Kütle Spektroskopisi (MS) dedektörü ve TR-WAXMS. Thermo (30m X 0.25mm X 0.25um) kapiler kolonu kullanılarak *Lemon verbena* uçucu yağlarının ve süperkritik etanol ve hegzan ekstresinin ve bunların enkapsüllerinin kimyasal içerikleri tespit edildi. Akış hızının 1 ml/dk olduğu sistemde Çözgen fazı gaz kromatografisi (GC)-kütle spektrometresi (MS)'ne 1 µL enjekte edilerek aroma maddeleri belirlendi. Analizlerde WILEY, NIST ve REPLIB kütüphaneleri kullanılarak numunelerin içerikleri tespit edildi.

3.2.3.21. *Lemon verbena* bitkisi ve enkapsüllerinin elementel analizi

Lemon verbena bitkisi ve enkapsüle tozlarının elementel analizi, Thermo Scientific Flash 2000 cihazı kullanılarak gerçekleştirildi.

3.2.3.22. İstatistiksel analiz

Lemon verbena ekstre ve enkapsüle tozlarının analiz sonuçlarının yorumlanması için istatistik yapıldı. Normal dağılım gruplar için de ANOVA testi uygulandı. Çoklu gruplamaların ortalamaları arasındaki farklılıklar içinde TUKEY testi yapıldı

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

Bu çalışmada öncelikle süperkritik CO_2 ekstraksiyonunda en yüksek verimin belirlenmesi amacı ile süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazına optimizasyon işlemi uygulandı. Optimizasyon işleminde kullanılacak değerler Design-Expert programı ile belirlendi. Programda süperkritik akışkan olarak kullanılan karbondioksist gazına uygulanacak sıcaklık ve basınç değerleri tespit edildi. Buna göre on farklı sıcaklık ve basınç değeri elde edildi ve *Lemon verbena* bitkisine ekstraksiyon işlemi uygulandı. Verimin en yüksek olduğu sıcaklık ve basınç değerleri belirlendi. belirlenen sıcaklık ve basınç şartlarında ekstraksiyon işlemi gerçekleştirildi. *Lemon verbena* bitkisine uygulanan süperkritik akışkan ekstraksiyonunun yanısıra mikrodalga destekli ekstraksiyon. gelenekselek estraksiyon ve maserasyon yöntemleri ile ekstraskisyon işlemi yapıldı. Elde edilen *Lemon verbena* ekstrelerinin fitokimyasal özelliklerinin belirlenmesi için fizikokimyasal analizler yapıldı. Elde edilen ekstrelerin enkapsülasyon şleminde dondurark kurutma ve püskürterek kurutma olmak üzere iki farklı yöntem kullanıldı. Üretilen enkapsüle tozların fizikokimyasal analizlerinin yanı sıra yapısal özellikleri de analiz edildi.

4.1. Süperkritik CO_2 Akışkan Ekstraksiyon Koşulları

Deneysel tasarım uygulaması öncesi verimin daha yüksek olması ve sonuçların daha kolay yorumlanması için, özütleme süresi ve partikül boyutu sabit tutuldu. Süprkritik ekstraksiyonu deneysel tasarımında en önemli iki parametre olan sıcaklık ve basınç değerleri ile optimize edildi. Literatüre uygun olarak *Lemon verbena* bitkisine uygulanmak üzere sıcaklığın ve basıncın sınırları belirlendi. En düşük sıcaklık değeri 40 °C iken en yüksek sıcaklık değeri 70 °C olarak seçildi. Ayrıca en düşük basınç değeri 140 barr, en yüksek basınç değeri ise 200 barr olarak seçildi. Design expert programına girilen parametreler ve önem seviyeleri Çizelge 4.1.'de verilmiştir. 1-5 arası puan verilen önem seviyesinde, yüksek verim almak istendiği için 5 puan verilirken basınç değerinin düşük olması istendiği için 1 puan verildi. Sıcaklık ve basınç faktörlerinin ise düşük olması amaç arasında olduğu için 1 puan verildi.

Çizelge 4.1. *Lemon verbena* bitkisi Süperkritik CO_2 ekstraksiyonu reçetesi

Adı	Hedef	En Düşük Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Ağırlık	En Yüksek Ağırlık	Önem Derecesi
Basınç(MPa)	Aralık İçinde	140	200	1	1	1
Sıcaklık(°C)	Minimum	40	70	1	1	1
Verim	Maksimum	0	3.15	1	1	5

4.2. Süpekritik CO_2 ekstraksiyonu reçetesi

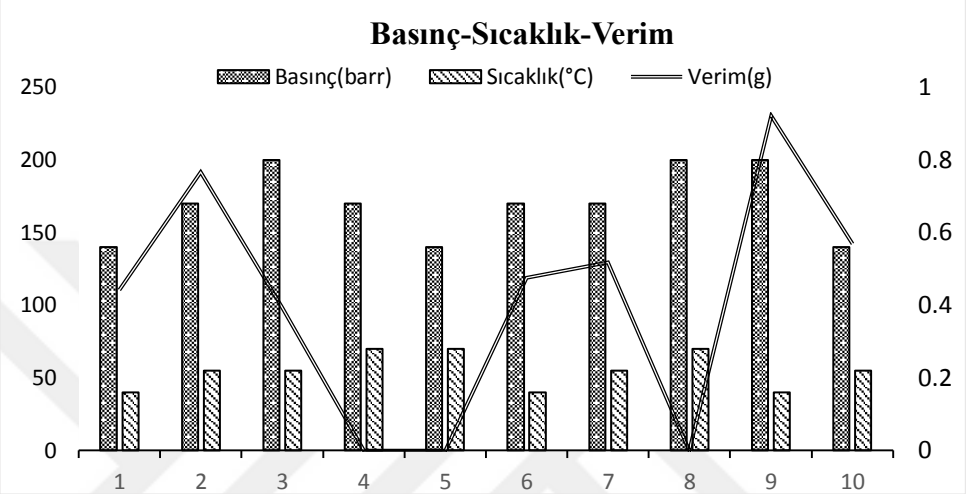
Çizelge 4.2.Süperkritik CO_2 ekstraksiyon cihazı optimizasyonu için alınan reçete

Standart	Numara	Basınç(Bar)	Sıcaklık(°C)	Ağırlık(G)	Yüzde(%) Verim
1	1	140	40	29.25	%1.49
10	2	170	55	29.25	%2.59
6	3	200	55	29.25	%1.3
8	4	170	70	29.25	-
3	5	140	70	29.25	-
7	6	170	40	29.25	%1.61
9	7	170	55	29.25	%1.75
4	8	200	70	29.25	-
2	9	200	40	29.25	%3.12
5	10	140	55	29.25	%1.92

Design expert paket programına girilen sınır değerleri ve önem seviyeleri sonucu alınan reçete ve çıktılar doğrultusunda optimizasyon strandartlarının süperkritik ekstraksiyonu ile üretimleri gerçekleştirildi. Design-Expert programı tarafından önerilen deney parametreleri ve üretim miktarının yüzde verimlerine ait deneysel sonuçlar Çizelge 4.2.'de verilmiştir. Bu verilerden elde edilen sonuçlara göre optimum ekstraksiyon parametreleri belirlendi.

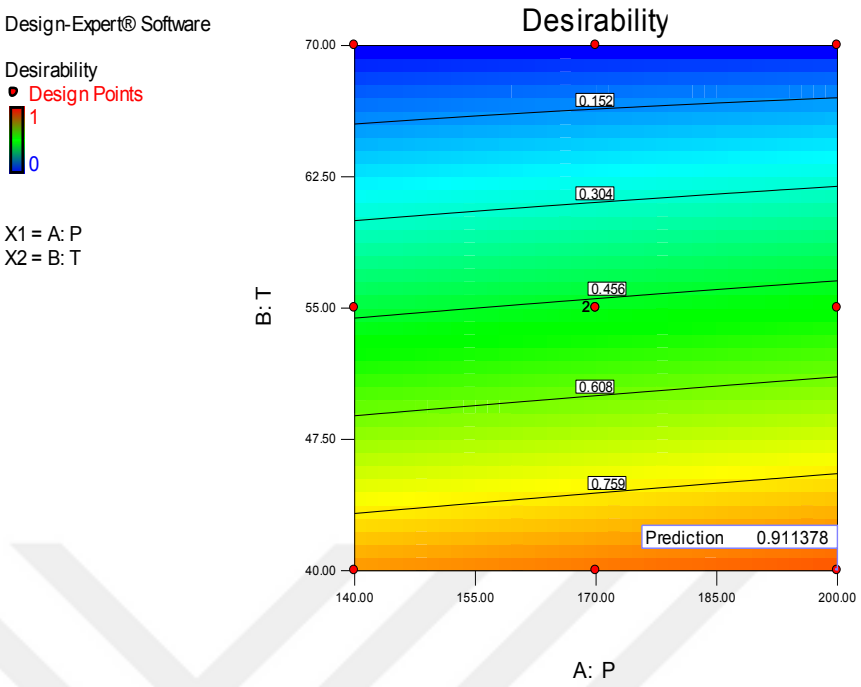
Ekstraksiyon işleminde etkili olan durum, verimin basınç ve sıcaklık ilişkisinde çözünen özütün sıcaklık ile değişkenlik gösteren buhar basıncının ve difüzyon katsayısının değişimidir. Artan basınç ile özütleme miktarı doğru orantılı artarken artan sıcaklık değerinde CO_2 gazının yoğunluğu azalır. Ayrıca, özütün buhar baısıncı

ile gaza geçiş hızı artar ve bu bazı durumlarda verimi arttırır. Daha yüksek sıcaklıklarda ise yoğunluğun azalması ile CO_2 gazının çözgen gücü azalmaktadır. Özütün buhar basıncı hızlı veya daha yavaş artış göstermesine paralel olarak ürün miktarında artış veya azalış gözlemlenmektedir. Sıcaklık parametresi bu nedenlerden dolayı ekstraksiyon işleminde çok karmaşıktır (Nuralın ve ark., 2017)



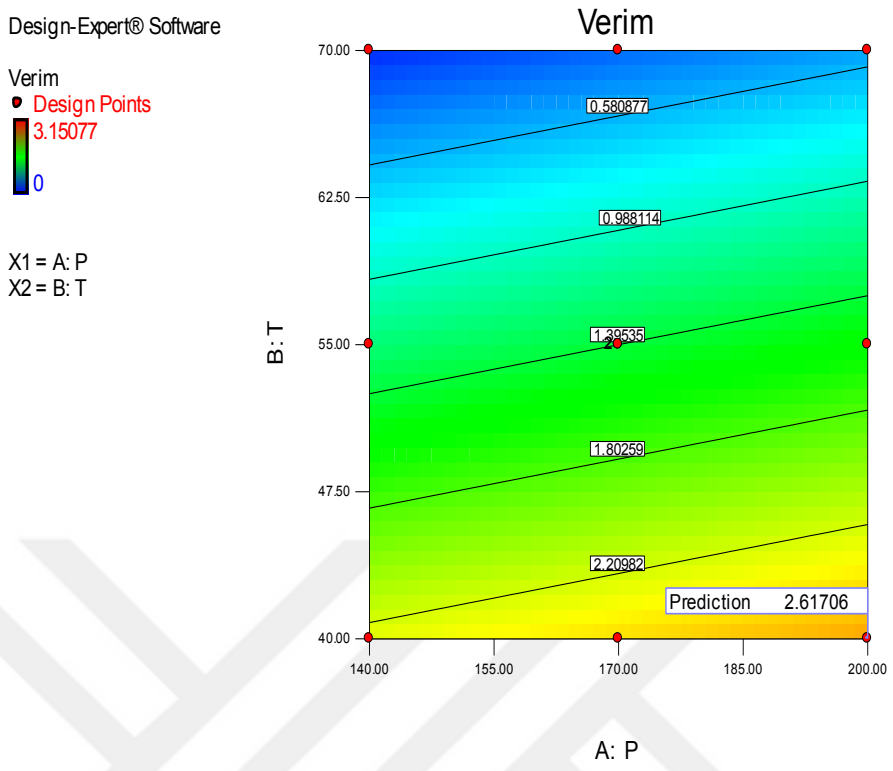
Şekil 4.1. Sıcaklık ve basınç korelasyonu ile değişen verim

Sıcaklık ve basınç ile değişen verim miktarı Şekil 4.1.'de gösterilmiştir. Şekil 4.1.'e göre basıncın yüksek sıcaklığın düşük olması durumunda verimin maksimum olduğu tespit edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde artan basınç ile ürünün buhar basıncının artmış ve özütlemeyi arttırdığının göstergesidir. Benelli ve arkadaşlarının 2010 yılında saf CO_2 ile yaptıkları ekstraksiyon çalışması, optimizasyon çalışmamızla paralellik göstererek yüksek basınç düşük sıcaklıkta yüksek verim elde etmiştir.



Şekil 4.2. Design-expert programında sonuçların önem derecelerine ve verime göre renk dağılımı

Şekil 4.2.'de sıcaklık ile basınç değişiminde önem derecesini renk değişimine göre gösterilmiştir. Önem derecesi düşük sıcaklık ve basınç ile artmış verim artarak renk kızıllaşmaktadır. Tersi durumda ise verim azalarak renk mavileşmekte ve önem seviyesi düşmektedir.



Şekil 4.3. Design-expert programında sonuçların sıceklık-basınç değişiminin verime göre renk dağılımı

Değişen sıcaklık ve basınç faktörleri ile verim miktarındaki hareketlilik renk ile Şekil 4.3.'de gösterilmiştir. Buna göre sıcaklığın düşük basıncın yüksek olduğu durumlarda verim artarken kızıllaşmaktadır. Tersi durumda ise renk mavileşmekte ve verim düşmektedir.

Lemon verbena bitkisinin süperkritik CO_2 ekstraksiyonunda kullanılacak sıcaklık ve basınç parametrelerinin optimum değerleri Çizelge 4.3.'de gösterilmiştir. Buna göre, optimum sıcaklık 40 °C, basınç ise 200 Mpa olarak belirlenmiştir.

Çizelge 4.3. *Lemon verbena* bitkisi süperkritik CO2 ektsraksiyon uygulanacak optimum değerler

	Sıcaklık	**Basınç (MPa)**	**Akış hızı(ml/dk)**
***Lemon verbena* bitkisi**	40 °C	200 MPa	100 ml/dk

4.3. *Lemon verbena* Ekstre Ve Uçucu Yağının Fizikokimyasal Analizleri

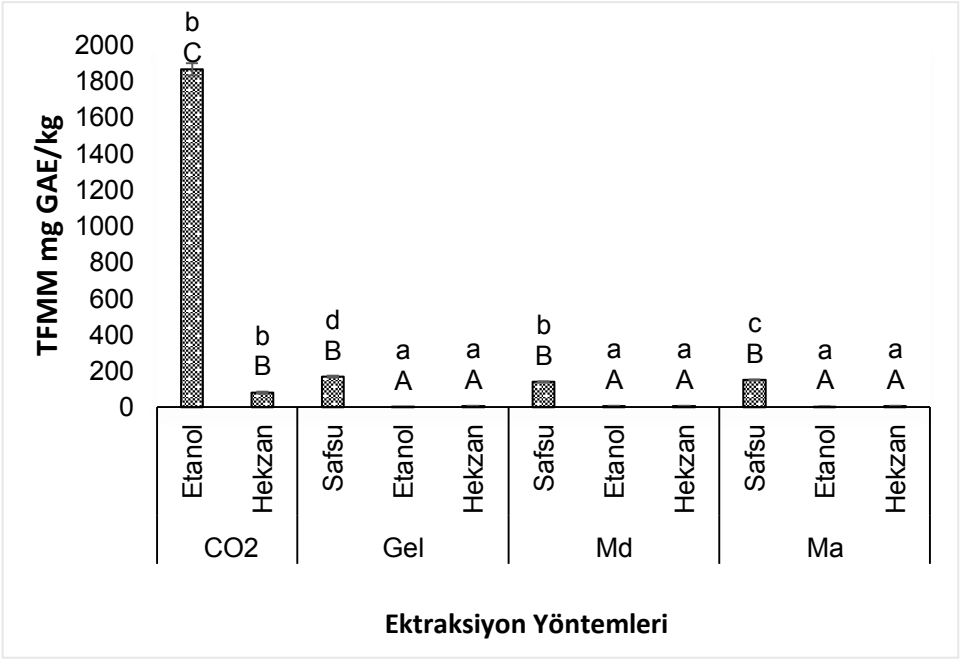
4.3.1. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFMM değerleri

Lemon vrebena bitkisinin saf su etanol ve hekzan ile yapılan süperkritik CO_2 ekstraksiyonu, mikrodalga destekli ekstraksiyonu, geleneksel ekstraksiyonu ve maserasyon ile elde edilen ekstrelerine uygulanan fenolik madde analizleri sonuçları Çizelge 4.4. ve Şekil 4.4.'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.4. *Lemon verbena* ekstreleri TFMM analiz sonuçları

Çözücü türü	Sperkritik CO_2 (mg GAE /kg)	Geleneksel (mg GAE /kg)	Mikrodalga (mg GAE /kg)	Maserasyon (mg GAE /kg)
Saf su	-	168.78 ± 5.08^{dB}	141.01 ± 1.54^{bB}	150.97 ± 2.92^{cB}
Etanol	1865.74 ± 33.53^{bC}	2.65 ± 0.12^{aA}	7.45 ± 1.14^{aA}	3.80 ± 0.65^{aA}
Hekzan	80.72 ± 4.59^{bB}	6.95 ± 1.63^{aA}	5.68 ± 1.28^{aA}	8.03 ± 0.93^{aA}

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin çözücüleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.4. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFMM değişim grafiği

Lemon verbena bitki ekstrelerinin TFMM değerlerinin ekstraksiyon yöntemine göre değişimi Çizelge 4.4. ve Şekil 4.4.'de verilmiştir. Fenolik değerleri 1865.74 mg GAE/kg ile 2.65 mg GAE/kg arasında değişim göstermektedir.

Ekstraksiyon yöntemleri açısından bakıldığında en iyi fenolik sonucunun süperkritik CO_2 yönteminde olduğu gözlemlenmiştir. Çözücüler açısından bakıldığında ise, en iyi sonucun etanol ekstresinde olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca yöntem ve çözücü olarak diğer yöntem ve çözücülerden istatistiksel olarak farklı olduğu tespit edilmiştir ($p<0.05$). En düşük TFMM değerinin ise geleneksel etanol ekstresinde olduğu belirlenmiştir. Fakat istatistiksel olarak geleneksel, mikrodalga ve maserasyon yöntemlerinin etanol ve hegzan ekstre sonuçları arasında önemli farklılıklar bulunamamıştır ($p>0.05$). Bu sonuçlara göre TFMM için en iyi yöntemin ve çözücü türünün süperkritik CO_2 ile etanol çözgeni olduğu saptanmıştır.

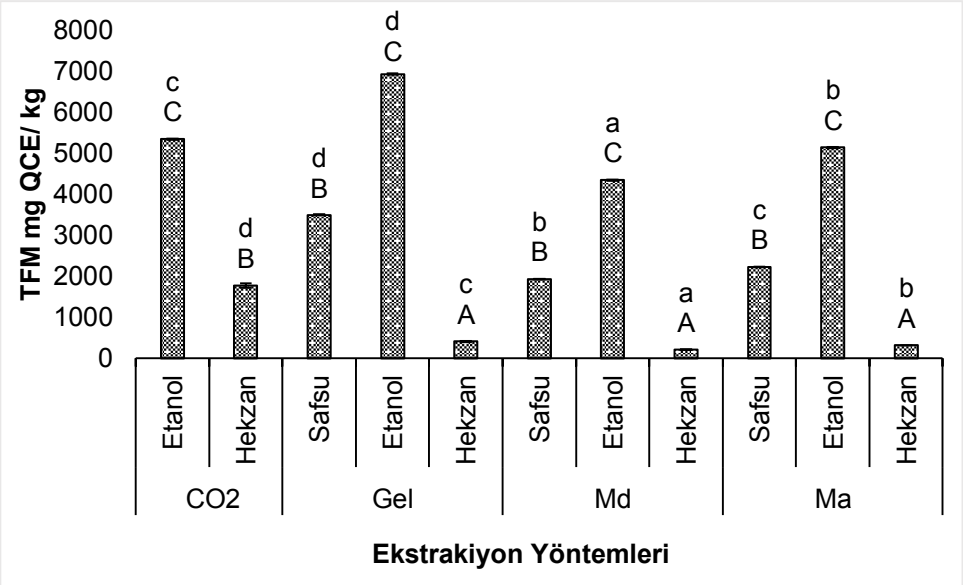
Choupani ve arkadaşları 2014 yılında yaptıkları çalışmada *Lemon verbena* yapraklarının fenolik bileşikleri aseton, etanol, metanol ve su ile daldırma metodu kullanarak ekstrakte etmişlerdir. Çalışma sonuçlarına göre metanolik ekstreden sonra etanolik ekstrelerin fenolik madde miktarı en yüksek çıkan değerler arasında olduğu rapor edilmiştir. Bu sonuçlar incelendiğinde etanolik ekstrenin yüksek fenolik değerde gözlenmesi çalışmamız ile benzerlik göstermektedir.

4.3.2. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFM değerleri

Çizelge 4.5.*Lemon verbena* ekstreleri TFM sonuçları

Çözücü türü	Sperkritik CO_2 (mg QCE /kg)	Geleneksel (mg QCE /kg)	Mikrodalga (mg QCE /kg)	Maserasyon (mg QCE /kg)
Saf su	-	3495.18 ± 15.58^{dB}	1935.77 ± 8.7^{bB}	2232.05 ± 7.94^{cB}
Etanol	5347.79 ± 17.19^{cC}	6929.22 ± 13.12^{dC}	4350.58 ± 15.01^{aC}	5139.71 ± 20.24^{bC}
Hekzan	1775.35 ± 49.63^{dB}	410.77 ± 13.01^{cA}	211.3 ± 7.81^{aA}	317.76 ± 3.44^{bA}

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundakii farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.5. *Lemon verbena* ekstrelerinin TFM'nın ekstraksiyon yöntemine göre değişim grafiği

Lemon verbena bitki ekstrelerinin TFM değerlerinin ekstraksiyon yöntemine göre değişimi Çizelge 4.5. ve Şekil 4.5.'de verilmiştir. Ekstrelerin flavonoid değerleri 6929.22 mg QCE /kg ile 211.3 mg QCE /kg arasında değişim göstermektedir.

Ekstraksiyon yöntemleri karşılaştırıldığında en yüksek TFM değerinin geleneksel yöntem ile yapılan ekstrede olduğu tespit edilmiştir. Çözücüler karşılaştırıldığında en iyi TFM çözgeninin etanol olduğu gözlemlenmiştir. En düşük TFM değerinin ise yöntem olarak mikrodalga ekstraksiyonunda bulunrken çözgen olarak hegzan çözücüsünde tespit edilmiştir. Yapılan çalışmada ekstraksiyon yöntemleri arasında istatistiksel olarak önemli farklar bulunmuştur ($p<0.05$). Aynı şekilde çözücüler karşılaştırıldığında genel olarak TFM değerlerinin farklı olduğu gözlemlenmiştir ($p<0.05$).

Aldeen ve arkadaşları (2015), farklı hasat zamanlarında toplanan *Lemon verbena* bitkisi kuru yapraklarının toplam fenolik ve flavonoid maddelerinin değişimini araştırmışlardır. İnfüzyon ve sürekli infüzyon yöntemleri kullanarak safsu ile ekstrakte ettikleri bitkilerin fenolik ve flavonoid maddelerini analiz etmişlerdir. En iyi sonuçların yaprakların 20 dakika ıslatılıp ardından 10 dakika kaynayarak elde

etiklerini rapor etmişlerdir. Ayrıca *Lemon verbena* bitkisinin fenolik ve flavonoid içeriğine sahip olduğunu tespit etmişlerdir. *Lemon verbena* bitkisinin fenolik ve flavonoid içeriğine sahip olması açısından çalışmamızla paralellik göstermektedir.

4.3.3. *Lemon verbena* ekstre ve Uçucu Yağının DPPH % inhibisyon değerleri

Çizelge 4.6. *Lemon verbena* ekstrelerinin DPPH ile makismum süpürme aktiviteleri

Hacim	Çözücü	Sperkritik CO_2 (%ort±std)	Geleneksel (%ort±std)	Mikrodalga (%ort±std)	Maserasyon (%ort±std)
0.1 ml	Saf su		$81.77±0.21^{cA}$	$84.83±0.79^{dA}$	$79.81±0.87^{bA}$
	Etanol	$92.18±0.69^{bC}$	$89.52±0.94^{aC}$	$90.6±0.36^{abB}$	$92.21±0.56^{bC}$
	Hekzan	$87.41±0.42^{aB}$	$87.50±0.23^{bB}$	$90.63±0.29^{dB}$	$89.32±0.36^{cB}$
0.2 ml	Saf su		$77.18±1.04^{cB}$	$66.70±1.02^{dA}$	$85.47±1.88^{bA}$
	Etanol	$89.08±0.27^{bC}$	$37.38±0.86^{aA}$	$87.46±0.93^{bB}$	$87.23±0.94^{bA}$
	Hekzan	$68.86±1.09^{aB}$	$94.44±0.10^{bC}$	$93.93±0.36^{bC}$	$94.47±0.12^{bB}$
0.3 ml	Saf su		$75.77±1.11^{dA}$	$52.31±0.77^{cA}$	$69.80±1.21^{bA}$
	Etanol	$85.81±0.15^{bC}$	$75.50±1.37^{aA}$	$84.90±0.29^{aB}$	$76.68±0.69^{bB}$
	Hekzan	$57.67±3.69^{aB}$	$93.39±0.33^{bB}$	$96.23±0.33^{bC}$	$95.21±0.15^{bC}$

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağlarının antioksidant analizi literatürde bulunan DPPH metoduna uygun olarak yapılmıştır. Analizde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.6.'da gösterilmektedir. Bu sonuçlar incelendiğinde, artan kosantrasyon ile süpürme aktivitesinde artış beklenirken sabit veya azalan aktivite gözlemlenmiştir. Buna göre numunelerin maksimum süpürme aktivitesine ulaştığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan yola çıkarak her numunenin belirli seviyede maksimum süpürme kapasitesinin olduğu düşünülmektedir. Elde edilen sonuç çerçevesinde minimum konsantrasyonlar ile analiz tekrar uygulanarak artan hacim ve konsantrasyon ile süpürme kapasitesinin arttığı aralıklar tespit edilmiştir. Numunelerin minimum antioksidant aktiviteleri belirlenmiştir (Çizelge 4.7.).

Çizelge 4.7.*Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının DPPH % inhibisyon, trolox ve lineerite verileri

Numune	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	mgTEAC/L	R^2	Denklem	IC50
	375	20.32±0.61	0.75	126.89			
SCO_2	750	61.92±2.87	3.67	150.56	0.97	y=15.866x+33.039	1.06
	1125	82.06±0.98	1.29	163.17			
	23	37.52±1.52	4.06	404.57			
ECO_2	34.5	51.03±1.71	3.35	321.51	0.97	y=18.16x+17.808	1.82
	46	73.84±1.72	2.33	181.22			
	16.6	40.65±0.69	1.69	373.13			
SGel	25	49.72±0.89	1.79	319.19	0.97	y=12.488x+27.021	1.84
	33	65.62±0.35	0.54	224.69			
	20.83	46.82±0.93	2.00	336.46			
SMd	31.25	58.83±0.41	0.69	265.05	0.99	y=12.422x+34.258	1.27
	41.6	71.66±0.50	0.70	188.79			
	52.5	25.86±2.24	8.67	428.63			
SMa	78.75	35.69±2	5.61	374.49	0.94	y=7.012x+19.791	4.31
	105	39.89±4.08	10.22	351.40			
	6.5	41.43±2.78	6.71	368.47			
EGel	16.25	76.69±1.42	1.85	158.90	0.78	y=18.593x+28.393	1.16
	32.5	78.62±0.88	1.12	147.45			
	6.5	38.33±3.04	7.93	386.91			
EMd	16.25	67.68±1.45	2.14	212.46	0.96	y=21.825x+19.012	1.42
	32.5	81.98±0.97	1.19	127.47			
	7.25	16.81±0.41	2.44	514.78			
EMa	18.125	33.66±2.17	6.45	414.66	0.95	y=26.151x-12.439	2.39
	36.25	69.12±0.67	0.97	203.92			
	312.5	24.35±1.86	7.62	469.57			
HGel	625	42.71±0.23	0.53	360.52	0.96	y=23.828x+10.535	1.66
	1562.5	75.98±0.78	1.02	162.98			
	202.5	4.97±0.62	12.53	584.64			
HMd	405	13.24±0.49	3.70	535.55	0.86	y=25.539x-26.329	3.93
	1012.5	56.05±0.15	0.27	281.35			
	60	5.78±0.77	13.24	579.79			
HMa	120	13.79±3.39	24.55	532.25	0.95	y=5.8497x+0.6536	0.85
	180	17.48±0.69	3.94	510.32			
	2500	52.94±2.45	4.63	302.69			
GelY	3750	74.45±2.82	3.78	173.65	0.93	y=14.748x+40.448	0.65
	5000	82.44±0.93	1.12	125.72			
	2500	46.85±3.63	7.75	336.26			
MdY	3750	57.49±0.43	0.74	273.00	0.99	y=12.145x+34.204	1.3
	5000	71.14±2.32	3.26	191.89			

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması ** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağlarının DPPH antioksidant analizi sonuçları Çizelge 4.7.'de gösterilmiştir. Artan konsantrasyon hacimleri ile doğru orantılı olarak artan lineeriteyi oluşturan minimum süpürme aktiviteleri belirlendi. Lineer artışın gözlendiği sonuçlar ile doğrusal grafik çizilmiş ve R^2 faktörü, doğrunun oluşturduğu denklem bilgileri verilmiştir. Ayrıca denklemden elde edilen yarı inhibisyon aktivitesi olan IC50 değeri de hesaplanmıştır. Çizelge incelendiğinde R^2 faktörlerin genel olarak 1'e yakın olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca sonuçların Trolox eşdeğeri hesaplanmış sonuçlar mg TEAC/L olarak çizelgede yerini almıştır. Troloks eşdeğerlerine bakıldığında süpürme yüzdeliği ve konsantrasyon artışı ile ters orantılı olarak artttığı gözlemlenmiştir. Bu sonuca göre troloks, numunenin serbest radikalleri süpürme aktivitesi sonrası ortamda kalan DPPH miktarını gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca sentetik antioksidan BHT değeride hesaplanmıştır. BHT'nin trolox cinsinden değeri 73.61 ppm olarak bulunmuştur.

Sonuçlar incelendiğinde tüm örneklerin antioksidatif etkisi gözlemlenmektedir. Fakat, en iyi süpürme aktivitesini en az konsantrasyonla inhibisyon özellik sergileyen EMd ve EGel numuneleri olduğu görülmüşütür. Her ikisinin sahip olduğu konsantrasyon miktarları 6.5 ppm, 16.25 ppm ve 32.5 ppm 'dir. Bu konsantrasyonlarda gösterdikleri yüzde inhibisyon değerleri ise, EMd numunesinde %38.33, %67.68 ve %81.98 oranlarında iken EGel numunesinde ise, %41.43, %76.69 ve %78.62 oranında olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre konsantrasyonlar eşit olsa da süpürme aktivitesinin her numunede farklılık gösterdiği tespit edilmiştir. Ekstraksiyon yöntemine göre bakıldığında geleneksel ve maserasyon yöntemlerinde etanolün kullanılması ile en yüksek aktivite gözlemlenmiştir. Ayrıca tüm ekstraksiyon metotlarında etanol çözgeni yüksek inhibisyon sergilemiştir. Uçucu yağların ise yüksek kosnatrasyonlarda lineer artan antioksidan aktivite sergilediği gözlemlenmiştir. Ancak SCO_2 numunesinin ve uçucu yağların yağ bazlı maddeler olup tam çözünme gerçekleşmediği için yüksek konsantrasyonlarda antioksidant aktivite sergiledikleri tespit edilmiş.

Farahmandfar ve ark. (2018) *Lemon verbena* uçucu yağı ile yaptıkları DPPH% inhibisyon analizinde uçucu yağın konsantrasyonu arttıkça, DPPH radikal inhibisyon

aktivitesinin de arttığını rapor etmişlerdir. Ayrıca BHT srandardından daha iyi aktivite gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Bu sonuçlar çalışmamızdaki uçucu yağların antioksidant aktivite sonuçları ile benzerlik göstermektedir.

4.3.4. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının ABTS % inhibisyon değerleri

Çizelge 4.8. *Lemon verbena* ekstrelerinin ABTS ile makismum süpürme aktiviteleri

Hacim	Çözücü	Sperkritik CO_2 (%ort±std)	Geleneksel (%ort±std)	Mikrodalga (%ort±std)	Maserasyon (%ort±std)
0.4 ml	Saf su		$87.82±0.52^{cB}$	$89.56±1.05^{cA}$	$76.55±0.73^{bB}$
	Etanol	-	$53.93±0.24^{bA}$	$87.27±13.12^{cB}$	$88.37±0.94^{cB}$
	Hekzan	$6.22±1.79^{abB}$	$51.86±3.24^{aA}$	$67.91±6.55^{bA}$	$57.20±5.26^{abA}$
0.8 ml	Saf su		$85.10±1.72^{cC}$	$84.74±3.63^{cC}$	$76.51±1.25^{bB}$
	Etanol	-	$50.48±12.42^{bA}$	$80.46±1.54^{cA}$	$71.77±1.24^{cAB}$
	Hekzan	$67.08±0.78^{bB}$	$61.75±7.26a^{bB}$	$51.26±1.83^{aB}$	$55.17±5.21^{abA}$
1.2 ml	Saf su		$84.68±0.97^{cC}$	$79.95±1.75^{bC}$	$83.77±0.52^{cB}$
	Etanol	-	$27.12±7.93^{bA}$	$29.93±9.87^{bA}$	$65.14±6.9^{cA}$
	Hekzan	$74.29±0.4^{cB}$	$42.71±3.9^{aB}$	$49.47±6.67^{abB}$	$54.7±2.26^{bA}$

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağlarının antioksidant analizi literatürde bulunan ABTS serbest radikal süpürme aktivitesi metoduna uygun olarak yapılmıştır. Analizd elde edilen sonuçlar Çizelge 4.8.'da gösterilmektedir. Bu sonuçlar incelendiğinde, artan kosantrasyon ile süpürme aktivitesinde artış beklenirken sabit veya azalan aktivite gözlemlenmiştir. Buna göre numunelerin maksimum süpürme aktivitesine ulaştığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan yola çıkarak her numunenin belirli seviyede maksimum süpürme kapasitesinin olduğu düşünülmektedir. Elde edilen sonuç çerçevesinde minimum konsantrasyonlar ile analiz tekrar uygulanarak artan hacim ve konsantrasyon ile süpürme kapasitesinin arttığı aralıklar tespit edilmiştir. Numunelerin minimum antioksidant aktiviteleri belirlenmiştir (Çizelge 4.9.).

Çizelge 4.9. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağın ABTS % inhibisyon, trolox ve linnerite verileri

Numune	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	mgTEAC/L	R^2	Denklem	IC50
SCO_2	1500	42.85±1.79	0.67	261.55	0.96	y=15.724x+28.904	1.34
	3000	63.91±0.78	4.49	172.68			
	4500	74.30±0.48	0.57	128.83			
ECO_2	2.3	39.63±0.73	1.83	267.18	0.98	y=22.52x+18.431	1.40
	4.6	66.11±0.3	1.41	158.90			
	6.9	84.67±0.52	0.62	83.03			
SGel	12.5	40.15±6.73	16.35	260.97	0.99	y=23.333x+16.912	1.41
	25	63.79±1.21	1.90	168.41			
	50	86.81±0.08	0.09	74.29			
SMd	15.625	39.77±5.09	12.80	266.60	0.99	y=23.019x+16.991	1.43
	31.25	62.22±6.55	10.53	174.82			
	62.5	85.81±2.07	2.42	78.37			
SMa	13.125	26.96±1.17	10.84	318.99	0.97	y=9.065x+16.991	3.64
	26.25	33.32±2.29	7.07	292.99			
	39.375	45.09±3.17	0.72	244.87			
EGel	6.55	38.73±2.62	6.75	270.87	0.98	y=23.161x+16.928	1.43
	13.1	65.97±1.12	1.70	159.49			
	19.65	85.05±1.54	1.81	81.48			
EMd	6.5	36.45±2.49	6.82	280.18	0.96	y=19.222x+19.289	1.60
	13	61.84±3.83	6.19	176.37			
	19.95	74.89±0.55	0.73	123.00			
EMa	7.25	22.83±2.47	10.84	335.87	0.99	y=9.8996x+12.72	3.77
	14.25	32.08±2.27	7.07	298.03			
	21.75	42.62±0.31	0.72	254.96			
HGel	312.5	27.34±1.44	5.28	317.44	0.96	y=20.503x+9.065	2.00
	625	54.53±1.52	2.78	206.25			
	937.5	68.34±0.41	0.60	149.78			
HMd	202.5	21.40±2.42	11.30	341.70	0.96	y=7.1666x+14.998	4.88
	405	30.85±0.24	0.78	303.08			
	607.5	35.74±1.28	3.58	283.09			
HMa	240	44.95±0.36	0.79	245.45	0.99	y=10.394x+34.172	1.52
	480	54.20±0.44	0.81	207.61			
	720	65.73±2.57	3.91	160.46			
GelY	520.83	40.58±1.90	3.62	270.09	0.87	y=20.593x+30.806	0.93
	781.25	69.90±1.61	2.59	146.87			
	1041	76.18±0.30	0.09	120.48			
MdY	520.83	37.44±1.37	1.87	283.29	0.98	y=19.525x+22.632	1.40
	781.25	51.29±0.62	0.39	225.07			
	1041	71.19±1.77	3.12	141.44			

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması ** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağlarının ABTS radikali süpürme akttivitesi antioksidant analizi sonuçları Çizelge 4.9.'da gösterilmiştir. Artan konsantrasyon hacimlerine doğru orantılı olarak artan lineeritenin oluştuğu minimum süpürme aktiviteleri belirlenmiştir. Lineer artışın gözlendiği minimum sonuçlar ile doğrusal

garfik çizilmiş ve R^2 faktörü, doğrunun oluşturduğu denklem bilgileri verilmiştir. Ayrıca denklemden elde edilen yarı inhibisyon aktivitesi olan IC50 değeri de hesaplanmıştır. Çizelge incelendiğinde R^2 faktörlerin genel olarak 1'e yakın olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca sonuçların Trolox eşdeğeri hesaplanarak mg TEAC/L olarak çizelgede yerini almıştır. Troloks eşdeğerlerine bakıldığında süpürme yüzdeliği ve konsantrasyon artışı ile ters orantılı olarak artttığı gözlemlenmiştir. Konsantrasyon arttıkça süpürme aktivitesi artmış fakat troloks eşdeğeri tersorantılı olarak arttığıgözlemlenmiştir. Bu sonuçlar troloksun, numunenin serbest radikalleri süpürme aktivitesi sonrası ortamda kalan ABTS serbest radikallerinin miktarını temsil ettiği tespit edilmiştir.

Sonuçlar incelendiğinde her numunenin antioksidan aktivite sergilediği gözlemlenmiştir. Ancak en az konsantrasyon ile serbest radikal süpürme aktivitesi gösteren numne ECO_2'dir. Sahip olduğu 2.3 ppm, 4,6 ppm ve 6.9 ppm konsantrasyonlarında %39.63, %66.11 ve %84.67 oranında inhibisyon ile en iyi antioksidan aktiviteye gösterdiği belirlenmiştir. Ekstraksiyon yöntemlerine göre bakıldığında ise, en iyi değer süperkritik CO_2 yönteminde gözlemlenirken, ikinci sırada geleneksel ve mikrodalga yöntemleri gelmektedir. Ayrıca çözücüler gözlemlendiğinde etanolün her yöntem için en iyi inhibisyon aktivite gösterdiği tespit edilmiştir. Bu sonuç etanolün bitkinin ikincil metabolitleri olan antioksidan bileşikleri iyi özütlediğini göstermektedir. SCO_2 numunesinin ve uçucu yağların yağ bazlı maddeler olup tam çözünme gerçekleşmediği için yüksek konsantrasyonlarda antioksidant aktivite sergiledikleri tespit edilmiş.

Roidaki ve ark.(2015) farklı bölgelerde yetişmiş *Lemon verbena* yapraklarının safsu ve metanol ile geleneksel ve mikrodalga ekstrasksiyonlarını yapmışlardır. Ekstraktların ABTS meodu ile antioksidant seviyelerini tespit etmişlerdir. Çıkan sonuçlara göre geleneksel yöntem ile ekstraksiyon işlemi yapılan numunelerin daha fazla antioksidant kapasiteye sahip oldukları çalışmamızla paralellik göstermektedir.

4.3.5. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının CUPRAC metodu ile antioksidant analizi

Çizelge 4.10. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının CUPRAC ile antioksidant aktivite, trolox ve lineerite verileri

Numune	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	mg TEAC/L *(%Ort± Std)	**Var.	R^2	Denklem	IC50
	15000	82.04±0.13	0.16			
SCO_2	5000	31.08±1.07	3.45	0.81	y= 28.083x - 9.8401	1.43
	1250	25.87±0.16	0.61			
	186	33.22±1.18	3.54			
ECO_2	46.5	15.24±0.26	1.72	0.98	y = 15.001x - 12.776	4.18
	23.25	3.22±1.41	43.89			
	4000	29.70±0.25	0.83			
SGel	2000	18.66±0.49	2.63	0.99	y = 9.8883x - 0.35	5.09
	1000	9.92±0.00	0.00			
	5000	22.83±0.04	0.17			
SMd	2500	11.50±0.39	3.41	0.98	y = 9.2836x - 5.7055	6
	1250	4.26±0.20	4.79			
	4200	35.05±0.08	0.24			
SMa	2100	21.49±0.21	0.96	0.97	y = 10.497x + 2.5393	4.52
	1050	14.06±0.92	6.51			
	520	53.37±0.09	0.17			
EGel	130	40.82±0.30	0.74	0.96	y = 19.17x - 1.9334	2.70
	65	15.03±0.56	3.72			
	520	52.73±0.85	1.60			
EMd	130	32.41±1.52	4.70	0.99	y = 21.241x - 10.685	1.44
	65	10.25±0.86	8.40			
	580	42.60±1.25	4.10			
EMa	145	18.40±0.42	2.28	0.97	y=18.983x-16.09	3.48
	72.5	4.63±0.09	2.05			
	12500	86.67±1.57	1.81			
HGel	4166.7	63.77±4.65	7.29	0.89	y = 14.337x + 40.808	0.64
	1041.7	58.00±2.98	5.14			
	-	-	-			
HMd	-	-	-	-	-	-
	-	-	-			
	800	92.71±6.62	7.14			
HMa	600	70.76±0.16	0.23	0.99	y = 20.143x + 31.682	0.9
	200	52.43±9.20	17.55			
	8333	97.57±0.35	0.36			
GelY	2083	72.46±1.06	1.46	0.98	y=31.152X+6.1313	1.40
	520	35.27±0.12	0.33			
	3333	84.75±0.08	0.09			
MdY	833	39.60±0.08	0.20	0.89	Y=28.598X-6.5627	1.97
	208	27.55±0.20	0.71			

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması ** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağlarının antioksidatif özelliği CUPRAC metodu bakır(II) indirgeme aktivitelerine göre incelenmiştir. Çizelge 4.10.'da ekstre ve uçucu yağların artan konsantrasyonda antioksidant aktiviteleri trolox cinsinden değerleri verilmiştir. Ayrıca konsantrasyonlar ile doğru orantılı olarak linner artan süpürme aktivitesi miktarları belirlenmiş olup doğru denklemi, R^2, varyans ve IC50 değerleri hesaplanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının artan konsantrasyon ile doğru orantılı şekilde indirgeme aktivitesinde artış gözlemlenmiştir. Aynı zamanda her numunenin farklı konsantrasyon aralığında linnerite oluşturduğu anlaşılmıştır. Oluşan linner artışın doğru denklemi hesaplanmış olup R^2 faktörlerinin 1 e yakın olduğu görülmüştür.

Analiz sonuçlarına göre tüm numuneler antioksidatif aktiviteye sahiptir. Ancak, en düşük konsantrasyonda antioksidatif akitvite sergileyen numune ECO_2 numunesi olduğu tespit edilmiştir. 186 ppm, 46.5 ppm, 23.25 ppm konsnatrasyonlarında 33.22 mg TEAC/L, 15.24 mg TEAC/L, %3.22 mg TEAC/L değerinde antiosidant maddeye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuca göre süperkritik CO_2 ekstraksiyonunda etanol çözgeninin en iyi aktiviteye sahip antioksidant madde özütlemesinde önemli olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca HMd numunesinde CUPRAC ile antioksidatif etki gözlemlenememiştir.

Suna ve ark. (2019) yılında *Lemon verbena* yaprak infüzyonlarının sükroz ve mineral eklenerek çeşitli içeceklerini üretmişlerdir. Enerjisi azaltılmış örneklerin de bulunduğu çalşmada DPPH, FRAP ve CUPRAC metodları ile antioksidnat analizleri yapılmıştır. Çıkan sonuçlara göre tüm üretimlerin antioksidant aktiviteye sahip olduğu rapor edilmiş çalışmamız ile bu yönden paralellik göstermektedir.

4.3.6. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının kimyasal komposizyon analiz sonuçları

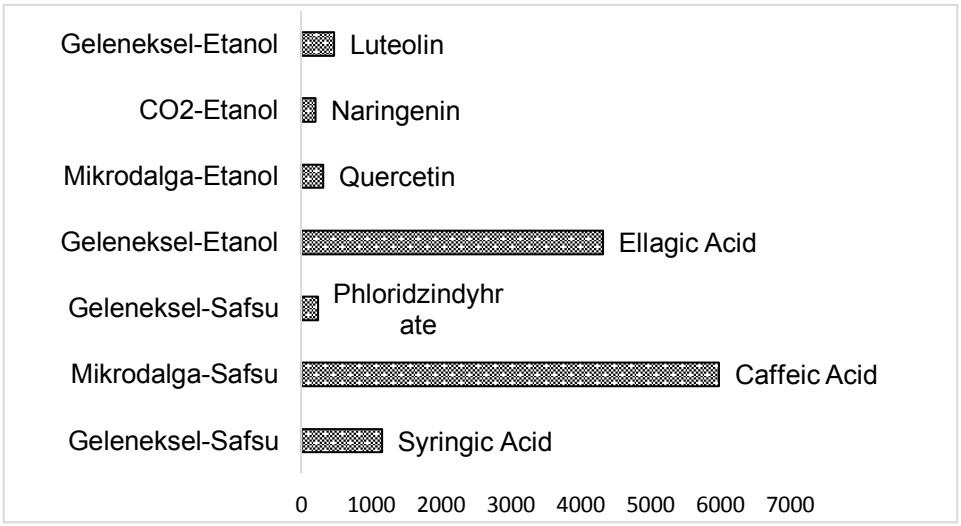
Lemon verbena bitki eksterelrinin kimyasal kompozisyonunu belirlemek amacı ile LC-MS analizleri yapıldı. Ayrıca süperkritik CO_2 ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen etanol ve hekzan ekstreleri ile geleneksel ve mikrodalga yöntemi ile elde edilen *Lemon vebena* uçucu yağlarının kimyasal kompozisyon analizleri GC-MS cihazı ile yapılmıştır.

Çizelge 4.11. LC-MS ESI iyon modu verileri

ESI İyon Modu	MRM	Ret.Time	R2	Denklem
neg	301.1>151	6.091	0.9990363	Y=(13.7831)X+(-146.951)
pos	76.10>43.10	1.986	0.999363	Y = (150.982)X + (23.1833)
Neg	291.10>139.00	4.958	0.9991201	Y = (79.2933)X + (-2406.22)
pos	168.80>93.00	6.026	0.9976425	Y = (48.0522)X + (-876.904)
pos	229.10>135.00	5.713	0.9978816	Y = (46.4361)X + (-1314.61)
neg	115.20>71.00	3.674	0.9989117	Y = (20.2986)X + (-762.592)
neg	169.20>125.00	4.134	0.998971	Y = (65.3835)X + (-2699.84)
neg	179.20>135.00	5.283	0.9956162	Y = (124.785)X + (-487.132)
neg	435.00>273.10	5.646	0.9986845	Y = (33.4069)X + (-1396.90)
neg	539.10>377.20	5.643	0.9989262	Y = (25.9240)X + (-558.916)
neg	163.20>119.00	5.738	0.9949564	Y = (13.1516)X + (717.421)
neg	300.90>145.10	5.895	0.9995757	Y = (5.25903)X + (-1167.31)
neg	317.10>150.90	5.858	0.9992188	Y = (37.0934)X + (2684.23)
neg	181.20>108.00	5.875	0.9943057	Y = (526.954)X + (23026.1)
neg	481.00>301.00	5.978	0.9947323	Y = (31.9969)X + (-1823.79)
neg	173.20>144.90	6.058	0.9971801	Y = (203.469)X + (29033.1)
neg	271.10>135.00	6.084	0.9992028	Y = (49.3543)X + (367.917)
neg	271.10>150.90	6.104	0.9955044	Y = (317.241)X + (33733.3)
neg	285.20>132.90	6.19	0.9976786	Y = (34.6668)X + (3721.79)
neg	285.10>116.90	6.288	0.9993608	Y = (2.63905)X + (-206.494)
neg	367.00>149.00	6.516	0.9966966	Y = (227.706)X + (-10111.1)
neg	164.20>149.00	6.632	0.9991933	Y = (60.4553)X + (2285.92)
neg	239.20>210.90	6.8	0.998357	Y = (3.97487)X + (1614.23)
neg	137.20>93.00	6.13	0.9987579	Y = (735.804)X + (-498.102)
neg	137.20>93.00	6.104	0.9989762	Y = (746.369)X + (6072.41)

Çizelge 4.12. *Lemon verbena* ekstrelerinin LC-MS analiz sonuçları

Ekstraksiyon Yöntemi	Çözücü Türü	Catechinhyrate	Syringicacid	Caffeic Acid	Hydroxyben	Salisilikasid	Phloridzindyhrate	Ellagicacid	Quercetin	Naringenin	Luteolin
Süperkritik CO2	Etanol	8,18	199,27	199,03	37,16	61,19	----	----	285,95	201,1	356,74
	Hegzan	----	----	6,19	----	----	----	----	----	----	----
	Safsu	52,84	1155,56	5897,91	53,2	75,83	235,25	----	----	----	97,77
Geleneksel	Etanol	61,71	461,3	311,84	36,51	59,66	138,32	4318,3	240,58	130	468,54
	Hegzan	----	22,99	56,74	----	----	----	----	----	----	----
	Safsu	49,46	947,64	5982,84	50,57	76,59	----	----	----	----	98,14
Mikrodalga	Etanol	53,51	454,35	371,4	39,45	61,38	217,63	----	317,61	153,8	391,92
	Hegzan	----	----	28,02	----	----	----	----	----	----	----
	Safsu	55,67	780,14	42,12	60,04	80,06	171,86	----	----	----	43,81
Maserasyon	Etanol	17,63	360,53	159,88	32,51	55,42	122,05	----	314,57	170,6	399,47
	Hegzan	----	18,6	223,56	----	----	----	72,34	16,06	46,7	33,51

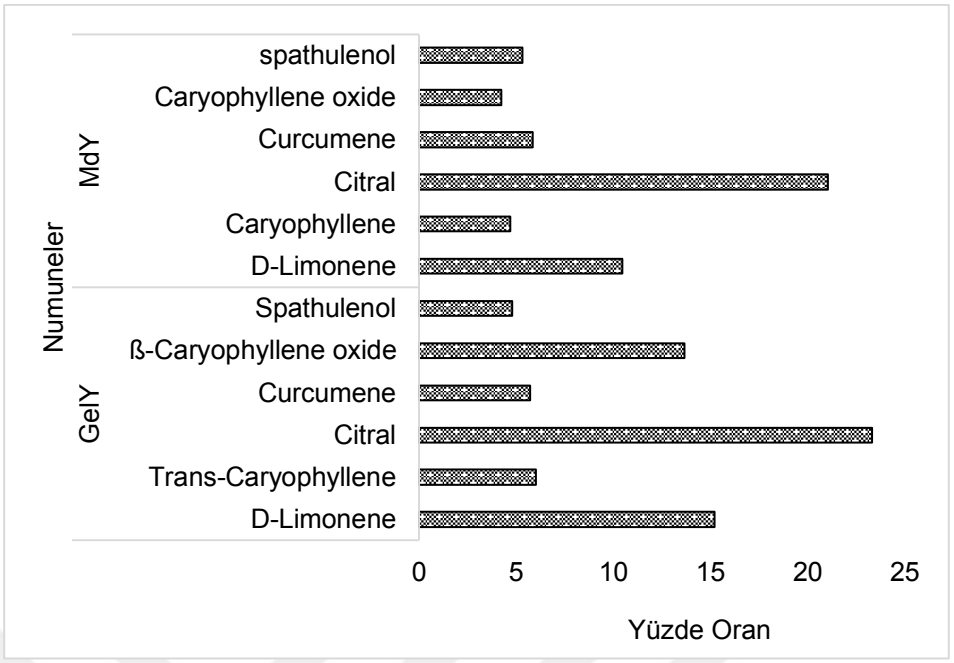


Şekil 4.6. LC-MS sonuçlarına göre *Lemon verbena* ekstrelerinde en fazla bulunan maddelerin miktar diyagramı

LC-MS ESI iyon modu verileri Çizelge 4.11.'de verilmiştir. *Lemon verbena* ekstrelerinin kimyasal kompozisyonu analizi için yapılan LC-MS analizi sonucu belirlenen maddeler Çizelge 4.12.'da verilmiştir. Buna göre tanımlanan maddeler arasında miktarı en fazla olan bileşikler Şekil 4.6.'da gösterilmiştir. Veriler incelendiğinde en yüksek miktarda olan madde mikrodalga yöntemi ile elde edilen safsu ekstresinde caffeic acid maddesidir. Onu takip eden madde ise geleneksel yöntem ile elde edilen etanole ekstresinde ellagic acid maddesidir. Ayrıca, syringic acid, luteolin, phloridizinhidrat, quercetin ve naringenin maddeleri yüksek miktarlarda belirlenen maddeler arasında tespit edimiştir.

Çizelge 4.13. *Lemon verbena* geleneksel ve mikrodalga uçucu yağı bileşenler

	Geleneksel Uçucu Yağ			Mikrodalga Uçucu Yağ		
Pik Numarası	Alıkonma zamanı(dk)	Kimyasal İsimler	Yüzde Oran (%)	Alıkonma zamanı(dk)	Kimyasal İsimler	Yüzde Oran (%)
1	2.32	1Nonyne.7methyl	0.05	2	Methyl Cyclopentane	0.08
2	3.55	Sabinene	0.13	8.57	Myrcene	0.22
3	7.42	Myrcene	0.27	9.64	D-Limonene	10.48
4	8.6	D-Limonene	15.22	11.62	Cis-Ocimene	0.18
5	10.8	Beta-Ocimene	0.29	14.91	Sulcatone(1.46)	1.46
6	14.41	Sulcatone	1.39			
7	15.04	Melonol	0.16	18.17	Perillene	0.48
8	17.18	Verbenone	0.3	18.96	Limonene Oxide	1.14
9	17.5	Verbenol	1.1			
10	18.68	CIS-Limonen Oxide	0.64	20.8	A-Copaene	0.98
11				21.46	2.2-Dimethylocta-3.4-Dienal	0.5
12	19.41	Morillol	0.26	21.83	Alpha-Bourbonene	0.47
13	20.6	Copaene	1.01	23.51	L-Lınalool	2.31
14	21.3	2.2-Dimethylocta-3.4-dienal	0.47	23.95	Farnesol	0.19
15	21.66	Alpha-Bourbonene	0.42	24.28	Gamma-Cadinne	0.24
16				24.83	Caryophyllene	4.7
17	23.89	Farnesol	0.18	25.43	Rosefuran Epixode	1.1
18	24.75	Trans-Caryophyllene	6.04	26.35	Cis-Verbenol	0.47
19				26.59	Aromadendrene	0.48
20				27.52	Alpha Caryophyllene	1.48
21	26.53	Aromadendrene	0.44	**28.33**	**Citral**	**21.04**
22	**28.29**	**Citral**	**23.31**	29.05	Germacrene-D	0.65
23	29.01	Germacrene-D	0.77			
24				30.5	Zingiberene	0.36
25						
26	31.31	Geranyl acetate	3.21	31.33	Geranyl Acetate	3.81
27	31.71	Curcumene	5.72	31.73	Curcumene	5.86
28	32.09	Muurolene	0.36	32.1	Muurolene	0.39
29				32.5	Cis-P-Mentha-1(7).8-Dien-2-Ol	0.15
30	32.79	Nerol(Cis-Geraniol)	0.46	32.79	Cis-Geraniol	0.25
31	33.56	Geranyl propionate	0.35	33.57	Geranyl Propionate	0.45
32	33.87	Carveol	0.45	33.88	Carveol	0.62
33				34.5	Geranıol	0.57
34	34.91	cis-Carveol	0.22	34.92	Cis-Carveol	0.31
35	35.69	Cubenol	0.66	35.69	Globulol	0.3
36	36.47	ß-Caryophyllene oxide	13.66	36.47	Caryophyllene Oxide	4.26
37				37.48	Spathulanol	0.56
41				41.15	Nerolidol	1.48
42	40.99	Globulol	0.24			
43	41.14	Nerolidol	1.24	41.97	Veridiflorol	0.31
44				42.84	Cedrol	0.28
45	41.96	Veridiflorol	0.23	43.32	Spathulenol	5.34
46	42.84	Cedrol	0.2	43.86	Ledene Oxide-(II)	1.11
47	43.3	Spathulenol	4.81	44.79	Cadinol	3.57
48						
49				46.43	İsospathulenol	1.38
52	46.43	isospathulenol	1.11			
53	49.03	Ledene oxide-(II)	0.48			



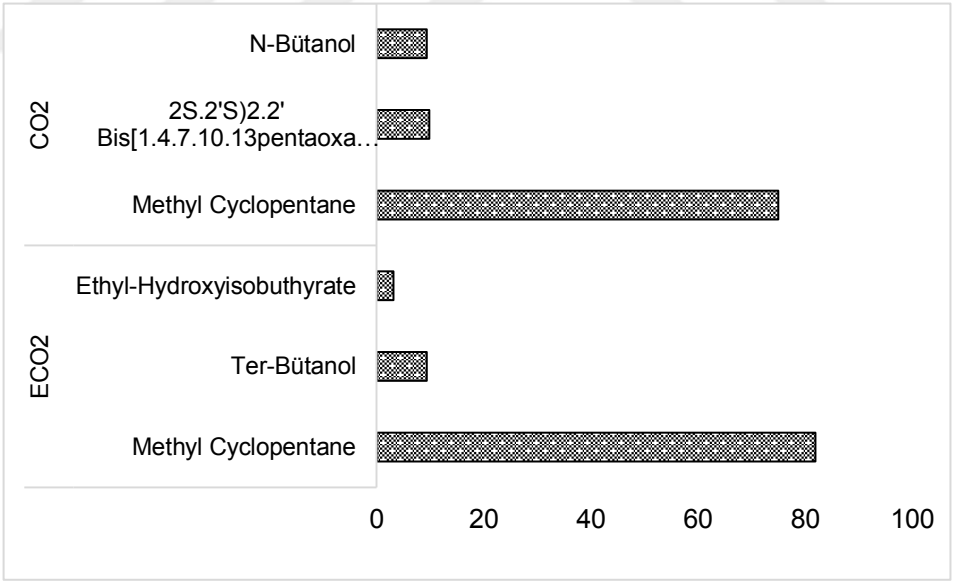
Şekil 4.7. *Lemon verbena* uçucu yağların GC-MS sonucu tespit edilen temel bileşenleri

Lemon verbena geleneksel ve mikrodalga uçucu yağlarının GC-MS analizi yapılmıştır. Çıkan sonuçlar Çizelge 4.13.'de verilmiştir. *Lemon verbena* bitkisinin geleneksel ve mikrodalga yöntemleri ile elde edilen uçucu yağlarının her ikisinde de ana bileşen D-limonen ve citral maddeleri olduğu tespit edilmiştir. Geleneksel uçucu yağda en yüksek % 23.31 citral ardından %15.22 oranında D-limonen ve %13.66 ß-Caryophyllene oxide maddeleri tespit edilmiştir. Mikrodalga uçucu yağında ise en yüksek % 21.04 oranı ile citral ardından %10.48 oranı ile D-Limonen ve %5.35 ile Spathulenol maddeleri tespit edilmiştir. Şekil 4.7.'de analiz sonucunda miktarı en yüksek oranda tespit edilen maddelerin grafiği gösterilmiştir.

Hudaib ve arkadaşları 2012 yılında *Lemon verbena* bitkisinin uçucu yağını elde ederek GC-MS analizi yapmış ve %17 Limonen, %10.1 citral izomerleri, %10.1 geranial ve %9.8 neral maddelerini tespit etmişerdir. Aynı zamanda bu maddelerin uçucu yağın karakteristik tat ve kokusundan sorumlu ana bileşenleri olduğunu rapor etmişlerdir. Ayrıca 1.8-Sineol %11.7, γ-terpineol %3.4, β-karyofilen %2.6, α-kurkumen %6.3, spathulenol %4.6 ve karyofilen oksit %3.1 bileşenlerinin de tanımlandığını gözlemlemişlerdir.

Çizelge 4.14. *Lemon verbena* Süperkritik CO_2 etanol ve hekzan ekstreleri kimyasal kompozisyonu

	CO_2 Etanol Ekstresi			**CO_2 Hekzan Ekstresi**		
Pik Nu.	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**
1	**2.00**	**Methyl Cyclopentane**	**81.91**	**2**	**Methyl Cyclopentane**	**75**
2	3.12	Ter-Bütanol	9.37	2.6	Butiyl Chloride	1.1
3	3.43	Ethyl-Hydroxyisobuthyrate	3.11	4.8	Cisocimene	1.8
4	3.56	L-Serine-O-Phenylmethyl	0.32	8	N-Bütanol	9.3
5	5.42	Thiosulfuric Acid($H_2S_2O_3$) S-(2-Aminoethyl)Ester	0.57	33	Chavicol	1
6	23.06	9.12.15octadecatrienoic Acid.2[(Trimethylsilyl)Oxy] 1[[(Trimethylsilyl)Oxy]Methyl]Ethyl Ester.	1.6	35	9.12.15-Octadecatrienoic Acid. 2[(Trimethylsilyl)Oxy] 1[[(Trimethylsilyl)Oxy]Methyl]Ethyl Ester	1.1
7	29.48	Quercetın 7.3'.4'trımethoxy	1.18	59	Dxylose	1.4
8				65	2S.2'S)2.2' Bis[1.4.7.10.13 pentaoxa Cyclopentadecane]	9.8



Şekil 4.8. *Lemon verbena* bitkisinin Süperkritik CO_2 etanol ve egzan ekstrelerinin GC-MS analizinde yüksek miktarda tespit edilen maddeler

Lemon verbena süpekritik CO_2 etanol ve hegzan ekstrelerinin GC-MS analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda tespit edilen bileşikler Çizelge 4.14.'de gösterilmiştir. Bu sonuçlara göre. süperkritik CO_2 etanol ekstresinde %81.91 oran ile en fazla olan

madde Methyl Cyclopentane, bunu takip eden ve %9.37 oranında bulunan madde ise ter-Bütanol olduğu gözlemlenmiştir. Süperkritik CO_2 hegzan ekstresinde ise, oranı ile en fazla bulunan maddeler %75 ve %9.3 oranları ile sırası ile Cyclopentane Methyl ve ile n-Bütanol bileşikleri olduğu tespit edilmiştir. Şekil 4.8.'de analiz sonucunda miktarı en yüksek oranda tespit edilen maddelerin grafiği gösterilmiştir.

4.3.7. Püskürtmeli ve dondurarak kurutma için enkapsülasyon koşulları

Enkapsülasyon işleminde üretilen tozların belirli değişkenlere göre önem seviyeleri tespit edilmiştir. Bu değişkenler, sıcaklık, kaplama materyalleri oranı duvar materyali miktarı, su aktivitesi, verim, carr indeksi, hausner oranı, kitle ve sıkıştırılmış kitle yoğunluğu ve etkinlik değerleridir.

Bir ürünün mikrobiyal bozulma sınırlarını su aktivitesi değeri belirler bu sebeple toz ürünlerde de su aktivitesi yüksek seviyede önemli olan değişkendir. Aynı zamanda ıslanabilirlik değeri enkapsüle ürünün su ile çözünme özelliğinin süresini belirlediği için önemi yüksek değişken konumundadır. Sıcaklık ve duvar materyalinin önem derecesi diğer etmenlere göre daha düşük seviyededir. Enkapsüllerin akabilirlik ve yapışkanlık özelliklerini Carr indeks ve Hausner oranı belirlediği için her iki değerin de önem seviyesi yüksektir. Kapsülasyon verimini ifade eden etkinlik ise önem seviyesi yüksek seçilen değişkendir.

4.3.7.1. Püskürtmeli kurutmada ekstre ve uçucu yağın enkapsülasyon koşulları

Çizelge 4.15. *Lemon verbena* uçucu yağının püskürtmeli kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem seviyesi
Sıcaklık °C	minimum	120	180	3
Duvar (g)	minimum	10	50	1
MD/GA (%)	maksimum	20	80	1
Verim (%)	maksimum	3.74412	18.8947	5
Su aktivitesi	minimum	0.243	0.579	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	236	540	5
Kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.285	0.5	5
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.4	2	5
Hausner oranı	minimum	1.08	4	5
Carr indeks	minimum	7.69	75	5
Etkinlik	maksimum	81.1053	96.2559	5

Lemon verbena uçucu yağının püskürtmeli kurutma ile gerçekleştirilecek enkapsülasyonu için Design expert 7.0.0'te seçilen optimum sınırlar ve önem seviyeleri Çizelge 4.15.'de verilmiştir. Sıcaklık 120-180 °C, duvar malzemesi 10-50, MD/GA ise %20-80 aralığında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik vb. diğer çıktılar için önem seviyeleri 1-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.15.).

Çizelge 4.16. *Lemon verbena* ekstrelerinin püskürtmeli kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
Sıcaklık °C	minimum	120	180	5
Duvar (g)	minimum	5	20	3
MD/GA (%)	-	20	80	3
Verim (%)	maksimum	11.9342	52.549	5
Su aktivitesi	minimum	0.221	0.29	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	280	420	5
Kitle yoğunluğu (g/ml)	-	0.4	0.5	2
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	-	0.66	1	2
Hausner oranı	minimum	1.32	2.3	5
Carr indeks	minimum	19.24	56.26	3
Etkinlik	maksimum	71	227	3

Lemon verbena ekstresinin püskürtmeli kurutma ile gerçekleştirilecek enkapsülasyonu için Design expert 7.0.0'te seçilen optimum sınırlar ve önem seviyeleri Çizelge 4.16.'da verilmiştir. Sıcaklık 120-180 °C duvar malzemesi 5-20, MD/GA ise %20-80 aralığında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik vb. diğer çıktılar için önem seviyeleri 1-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.16.).

4.3.7.2. Dondurarak kurutmada ekstre ve uçucu yağın enkapsülasyon koşulları

Çizelge 4.17. *Lemon verbena* uçucu yağının dondurarak kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
MD/GA (%)	Maksimum	20	80	1
Verim (%)	Maksimum	70.8	82	3
Su aktivitesi	Minimum	0.065	0.125	5
Islanabilirlik (sn)	Aralık	157	327	5
Kitle yoğunluğu (g/ml)	Minimum	9	12.5	5
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	Minimum	7	8	5
Hausner oranı	Minimum	0.625	0.777	5
Carr indeks	Minimum	28.57	60	5
Etkinlik	Maksimum	0	97.2925	5

Lemon verbena uçucu yağının dondurarak kurutma ile gerçekleştirilecek enkapsülasyonu için Design expert 7.0.0'te seçilen optimum sınırlar ve önem seviyeleri Çizelge 4.17.'da verilmiştir. MD/GA ise %20-80 aralığında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik vb. diğer çıktılar için önem seviyeleri 1-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.17.)

Çizelge 4.18.*Lemon verbena* ekstrelerinin dondurarak kurutma için uygulanan enkapsülasyon reçetesi

İsim	Hedef	En düşük sınır	En yüksek sınır	Önem
MD/GA (%)	maksimum	20	80	3
Verim (%)	maksimum	41.38	100.4	3
Su aktivitesi	minimum	0.122	0.278	5
Islanabilirlik (sn)	maksimum	119	201	3
Kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.714	0.769	3
Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	minimum	0.833	0.909	3
Hausner oranı	minimum	1.083	1.666	3
Carr indeks	minimum	7.68	21.45	3
Etkinlik	maksimum	187	303	5

Lemon verbena ekstresinin dondurarak kurutma ile gerçekleştirilecek enkapsülasyonu için Design expert 7.0.0'te seçilen optimum sınırlar ve önem seviyeleri Çizelge 4.0.'de verilmiştir. MD/GA ise %20-80 aralığında seçilmiştir. Verim, su aktivitesi, ıslanabilirlik vb. diğer çıktılar için önem seviyeleri 3-5 arasından seçilmiştir (Çizelge 4.18.).

4.4. *Lemon verbena* Ekstre ve Uçucu Yağının Enkapsülasyon Reçeteleri

Çizelge 4.19. ve Çizelge 4.20.'te püskürtmeli kurutma ile elde edilecek aroma ve ekstre, Çizelge 4.21. ve Çizelge 4.22.'te dondurarak kurutma ile elde edilecek aroma ve ekstre için Design expert 7.0.0 programından alınan reçete ve çıktılar verilmiştir. Çizelgelerde görülen değerlere göre optimum değerler belirlenmiş ve enkapsülasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir

Çizelge 4.19. *Lemon verbena* uçucu yağının püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyonu için alınan reçete

	Sıcaklık(°C)	Duvar	MD/GA	Verim	Su Aktivitesi	Islanabilirlik (sn)	Kitle Yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğu (g/ml)	Hausner Oranı	Carr İndeks	Etkinlik
1	150	30	50	5.41	0.444	265	0.5	0,357	1.4	28.6	94.58
2	150	30	50	5.91	0.402	540	0.416	0.357	1.16	14.18	98.08
3	150	30	80	5.81	0.424	236	0.4	0.285	1.4	28.75	94.18
4	120	50	80	7.42	0.317	313	0.555	0.384	1.44	30.81	92.57
5	120	10	20	15.6	0.464	298	2	0.5	4	75	84.39
6	180	30	50	3.74	0.243	427	0.416	0.333	1.24	19.95	96.25
7	150	30	50	6.35	0.306	360	0.5	0.384	1.3	23.2	93.64
8	150	30	20	7.29	0.337	431	0.416	0.384	1.08	7.69	92.7
9	120	30	50	6.38	0.384	325	0.5	0.384	1.3	23.2	93.61
10	150	30	50	7.12	0.369	442	0.5	0.357	1.4	28.6	92.87
11	150	50	50	18.89	0.579	327	0.5	0.333	1.5	33.4	81.1
12	150	30	50	11.87	0.521	353	1	0.333	3	66.7	88.12

Çizelge 4.20. *Lemon verbena* bitki ekstresinin püskürtmeli kurutma ile enkapsülasyonu için alınan reçete

	Sıcaklık(°C)	Duvar	MD/GA	Verim	Su Aktivitesi	Islanabilirlik (sn)	Kitle Yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğu (g/ml)	Hausner Oranı	Carr İndeks	Etkinlik
1	120	5	20	26.75	0.303	280	0.5	1	2	50	197
2	150	12.5	50	46.06	0.261	360	0.434	0.9	2.07	51.7	128
3	150	12.5	20	36.35	0.313	360	0.5	0.66	1.32	19.24	158
4	120	20	20	31.25	0.361	400	0.4	0.66	1.65	39.39	93
5	150	20	50	28.73	0.299	410	0.476	0.66	1.38	20.87	120
6	180	20	20	19	0.23	380	0.454	0.66	1.45	31.21	164
7	150	12.5	80	29.6	0.281	300	0.434	0.66	1.52	34.24	134
8	120	20	80	35.72	0.424	380	0.4	0.66	1.65	39.39	71
9	180	5	80	28.17	0.29	280	0.5	0.66	1.32	24.24	145
10	180	12.5	50	11.93	0.274	360	0.5	1	2	50	136
11	180	20	80	14.21	0.317	360	0.4	0.66	1.65	39.39	146
12	180	5	20	17.03	0.319	280	0.434	0.66	1.52	34.24	173
13	150	5	50	24.12	0.367	280	0.434	1	2.3	56.26	187
14	150	12.5	50	27.18	0.314	360	0.434	0.66	1.52	34.24	153
15	150	12.5	50	44.11	0.221	400	0.434	0.66	1.52	34.24	147
16	150	12.5	50	52.54	0.302	420	0.4	0.66	1.65	39.39	143
17	150	12.5	50	26.58	0.312	420	0.434	0.66	1.52	34.24	108
18	150	12.5	50	15.35	0.306	360	0.4	0.66	1.52	34.24	190
19	120	12.5	50	24.39	0.388	380	0.434	0.66	1.52	34.24	139
20	120	5	80	22.46	0.304	370	0.4	0.66	1.52	34.24	227
21	150	12.5	50	19.76	0.306	410	0.5	1	2	50	161

Çizelge 4.21. *Lemon verbena* ekstresinin dondurarak kurutma için alınan reçetesi

	MD/GA	Verim	Su aktivitesi	Islanabilirlik(sn)	Kitle yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	Carr indeks	Hausner oranı	Etkinlik
1	65.00	95.55	0.137	201	0.714	0.833	14.28	1.166	254.982
2	20.00	100.4	0.122	150	0.714	0.909	21.45	1.273	303.409
3	20.00	92.65	0.191	194	0.714	0.833	14.28	1.166	281.680
4	35.00	95.6	0.271	129	0.714	0.833	14.28	1.166	266.435
5	50.00	67.57	0.126	157	0.714	0.833	14.28	1.166	242.185
6	80.00	64.48	0.233	119	0.714	0.833	14.28	1.666	187.966
7	80.00	41.38	0.278	154	0.769	0.833	7.68	1.083	220.641

Çizelge 4.22. *Lemon verbena* uçucu yağının dondurarak kurutma ile enkapsülasyonu için alınan reçete

	MD/GA	Verim	Su aktivitesi	Islanabilirlik(sn)	Kitle yoğunluğu (g/ml)	Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu (g/ml)	Hausner oranı	Carr indeks Hausner oranı	Etkinlik
1	65.00	76.71	0.087	162	12	8	0.666	50	94.29
2	20.00	75.58	0.093	278	11	7	0.636	57.14	0
3	20.00	76.25	0.125	226	9	7	0.777	28.57	95
4	35.00	77.68	0.112	157	9	7	0.777	28.57	95.65
5	50.00	72.15	0.065	327	12	7.5	0.625	60	97.29
6	80.00	70.8	0.087	286	12.5	8	0.64	56.25	96.65
7	80.00	82	0.012	322	10	7	0.7	42.85	94.47

Çizelge 4.23. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının enkapsülasyonu için uygulanacak optimum değerler

Kurutma yöntemi	Numune türü	Sıcaklık (°C)	Duvar (g)	MD/GA (%)
Püskürtmeli kurutma	**Uçucu yağ**	132.78	15.83	80
	Ekstre	152	16	80
Dondurarak kurutma	**Uçucu yağ**	-	20	57.09
	Ekstre	-	20	58

Çizelge 4.23.'da *Lemon verbena* uçucu yağının püskürtmeli ve dondurarak kurutma için optimum değerleri verilmiştir. Püskürtmeli kurutma için; 132.78 °C ve %80 MD/GA oranı ile 15.83 g duvar malzemesi kullanımı belirlenirken, dondurarak kurutma için ise %57.09 MD/GA oranı ile 20 g duvar malzemesi kullanımı olarak belirlenmiştir.

Lemon verbena ekstresinin püskürtmeli kurutma için optimum değerler; 152 °C ve %80 MD/GA oranı ile 16 gr duvar malzemesi kullanımı, dondurarak kurutma için ise %58 MD/GA ile 20 g duvar malzemesi kullanımı olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.23.).

4.5. *Lemon verbena* Ekstre Ve Uçucu Yağı Enkapsüllerinin Fiziksel Analizleri

Çizelge 4.24.'de *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının püskürtmeli (sprey dryer) ve dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemleri ile üretilen enkapsüle tozlarının % verim değerleri verilmiştir. Bu sonuçlara göre püskürtmeli kurutucu kullanılarak yapılan kurutma yönteminde verimin dondurarak kurutma yönteminden daha düşük olduğu belirlenmiştir. Püskürtmeli kurutmada elde edilen en yüksek verim %60.76 ile maserasyon yöntem ile yapılan etanol ektrelerinin enkapsüle tozlarında gözlemlenmiştir. En düşük verim ise %28.43 ile mikrodalga ile elde edilen uçucu yağın enkapsüle tozunda hesaplanmıştır. Dondurarak kurutmada en yüksek verim %91.13 ile mikrodalga yöntemi ile yapılan etanolekstrelerinin enkapsüle tozunda hesaplanırken en düşük verim %75.70 ile geleneksel yöntem ile yapılan hekzan ekstrelerinin enkapsüle tozlarında hesaplanmıştır.

Çizelge 4.24. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının enkapsülasyonları % verim değerleri

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	36.83	39.65	48.40
	Etanol	57.68	43.74	48.57	60.76
	Hekzan	32.78	38.34	40.23	34.80
	Uçucu Yağ	-	44.81	28.43	
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	81.95	88.40	84.75
	Etanol	90.00	86.25	91.13	78.93
	Hekzan	80.18	75.70	76.03	83.20
	Uçucu Yağ	-	91.06	90.10	

2015 yılında Saikia ve ark. *Averrhoa carambola* (Karambola) bitkisini püskürtme ve dondurarak kurutma yöntemleri ile kapsülasyon işlemi uygulamışlardır. Kapsülleme verimlerine göre dondurarak kurutma yönteminde püskürtmeli kurutmaya nazaran daha yüksek verim elde ettiklerini belirtmişlerdir. Bu minvalde çalışmamız benzer sonuçlar içermektedir.

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının su aktivitesi değerleri Çizelge 4.25.'da gösterilmiştir. Değerler 3 paralelin ortalamsı olup standart sapmaları ile verilmiştir. Buna göre su aktivitesi değerleri 0.287 ile 0.045 arasında değişmektedir. En yükek su aktivitesi değeri geleneksel yöntemle yapılan safsu ektresinin dondurarak kurutma ile elde edilen tozlarda bulunur iken en düşük su aktivitesi değeri geleneksel yöntem ile elde edilen uçucu yağın dondurarak kurutma ile elde edilen enkapüle tozunda bulunmuştur. Farklı çözücülerle yapılan ekstrelerin kurutma yöntemleri arasında önemli farklılıklar bulunmuştur ($p<0.05$). Aynı Şekilde ekstrasksiyon metotları karşılaştırıldığında da genel olarak değerlerin farklı olduğu gözlemlenmiştir ($p<0.05$). Enkapsüle tozların Su aktivitesi değerleri mikrobiyal gelişme sınırının altında olduğu tespit edilmiştir

Çizelge 4.25. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının su aktivitesi analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	0.278 ± 0.001^{dF}	0.175 ± 0.001^{bCD}	0.239 ± 0.001^{cE}
	Etanol	0.219 ± 0.001^{cD}	0.230 ± 0.001^{dE}	0.200 ± 0.003^{bE}	0.184 ± 0.001^{aC}
	Hekzan	0.260 ± 0.002^{cE}	0.193 ± 0.002^{bD}	0.185 ± 0.002^{aD}	0.270 ± 0.001^{dF}
	Uçucu Yağ	-	0.148 ± 0.001^{bC}	0.230 ± 0.002^{cF}	-
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	0.287 ± 0.001^{dG}	0.166 ± 0.005^{bC}	0.237 ± 0.001^{cE}
	Etanol	0.153 ± 0.002^{dC}	0.110 ± 0.005^{bB}	0.142 ± 0.002^{cB}	0.052 ± 0.002^{aB}
	Hekzan	0.131 ± 0.001^{bB}	0.144 ± 0.001^{bC}	0.075 ± 0.001^{aA}	0.218 ± 0.002^{dD}
	Uçucu Yağ	-	0.045 ± 0.001^{bA}	0.069 ± 0.001^{cA}	-

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin çözücü ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile Barbados kirazı (*Malpighia emarginata* DC) tortu ve özütünü enkapsüle eden Rezende ve arkadaşları (2018). tozların kimyasal ve morfolojik özelliklerini incelemişlerdir. İncelemeler sonucunda püskürtmeli kurutma yönteminin daha yüksek su aktivitesi değerlerine sahip olduğunu rapor etmişlerdir.

Mikroenkapsülasyon işlemi sonucu elde edilen enkapsüle tozların ıslanabilirlik değerleri Çizelge 4.26.'da gösterilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir. Islanabilirlik değerleri 13.41 ve 173.65 sn arasında olduğu tespit edilmiştir. En yüksek ıslanabilirlik değeri geleneksel yöntem ile elde edilen uçucu yağın püskürterek krurtma yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozunda tespit edilmiştir. En düşük ıslanabilirlik değeri ise. süperkritik CO_2 metodu ile yapılan etanol ektresini dondurarak kurutularak elde edilen enkapsüle tozunda tespit edilmiştir. Bu sonuçlar ele alındığında Püskürtmeli kurutma (spray dryer) yöntemi ile enkapsüle edilen tozların dondurarak kurutmadan daha yüksek ıslanabilirlik değerine sahip olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Çalışmamızda uygulanan ekstrasksiyon yöntemleri istatistikel olarak değerlendirildiğinde aralarında fark olsa da önemli derecede olmadığı tespit edilmiştir ($p>0.05$). Çözücü ve kurutma metotları arasındaki istatistik sonuçlarına göre her kurutma metodu kendi içinde benzerlik göstermiştir. Ancak metotlara arası fark tespit edilmiştir ($p<0.05$).

Çizelge 4.26. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin ıslanabilirlik (sn) analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	92 ± 6.90^{bC}	107.33 ± 3.32^{bBC}	162.15 ± 93.41^{cB}
	Etanol	91.61 ± 4.78^{aD}	168.28 ± 5.90^{bE}	165.60 ± 37.38^{bE}	154.10 ± 18.25^{bB}
	Hekzan	38.71 ± 1.75^{aC}	69 ± 12.17^{bB}	94.68 ± 12.92^{cB}	161.76 ± 4.78^{dB}
	Uçucu Yağ	-	173.65 ± 4.14^{bE}	160.67 ± 18.90^{bE}	-
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	117.6 ± 37.82^{dD}	41.40 ± 2.30^{cA}	18.40 ± 1.99^{bA}
	Etanol	13.41 ± 1.75^{aB}	18.73 ± 1.75^{bA}	18.40 ± 1.15^{bA}	18.40 ± 1.99^{bA}
	Hekzan	40.63 ± 2.39^{bC}	24.91 ± 1.75^{aA}	143.37 ± 1.75^{cCE}	20.70 ± 1.15^{aA}
	Uçucu Yağ	-	18.40 ± 1.15^{bA}	26.45 ± 2.30^{cA}	-

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin çözücü ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Lemon verbena esktre ve uçucu yağlarının enkapsüle tozlarının kitle yoğunluğu analiz sonuçları Çizelge 4.29.'de verilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir. Enkapsüllerin kitle yoğunlukları 0.698 ile 0.146 arasında tespit edilmiştir. En yüksek değer mikrodalga destekli safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarında bulunmuştur. En düşük değer ise süperkritik CO_2 ekstraksiyonu ile elde edilen hekzan ekstresinin dondurarak kurutularak elde edilen enkapsüle tozlarında bulunmuştur. Çalışmamızda uygulanan ekstrasksiyon yöntemleri ve kurutma yöntemleri kıyaslandığında istatistiksel olarak benzerlikler bulunsa da önemli derecede olmadığı tespit edilmiştir ($p<0.05$).

Çizelge 4.27. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin kitle yoğunluğu analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	0.492 ± 0.013^{cD}	0.470 ± 0.03^{cCA}	0.377 ± 0.03^{bC}
	Etanol	0.270 ± 0.03^{aC}	0.322 ± 0.01^{aBA}	0.400 ± 0.01^{bBA}	0.405 ± 0.009^{bC}
	Hekzan	0.696 ± 0.02^{bE}	0.248 ± 0.009^{aA}	0.261 ± 0.02^{aA}	0.267 ± 0.03^{aB}
	Uçucu Yağ	-	0.384 ± 0.01^{bCB}	0.475 ± 0.06^{cCB}	-
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	0.405 ± 0.009^{cC}	0.698 ± 0.02^{dD}	0.365 ± 0.007^{bB}
	Etanol	0.466 ± 0.05^{aD}	0.560 ± 0.06^{abD}	$0.584\pm.08^{abDC}$	0.652 ± 0.02^{bD}
	Hekzan	0.146 ± 0.003^{aB}	0.396 ± 0.03^{bCB}	0.597 ± 0.08^{cDC}	0.390 ± 0.01^{bC}
	Uçucu Yağ	-	0.405 ± 0.009^{cC}	0.268 ± 0.01^{bA}	-

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağlarının enkapsüle tozlarının sıkıştırılmış kitle yoğunlukları Çizelge 4.30.'de verilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir Sıkıştırılmış kitle yoğunluğu değerleri 0.273 ile 0.914 arasında değişmektedir. En yüksek değer maerasyon yöntemi uygulanan etanol ektresinin dondurarak kururtulması ile elde edilen enkapsüle tozlarında bulunmuştur. En düşük değer ise, süperkritik CO_2 ekstraskiyon yöntemi kullanılan hekzan ekstrelerinin dondurularak elde edilen enkapsüle tozlarında bulunmuştur. Çalışmamızda uygulanan ekstrasksiyon yöntemleri kıyaslandığında istatistiksel olarak önemli derecede fark gözlemlenmiştir ($p<0.05$). Kurutma yöntemleri arasında ise farklılıklar bulunsa da önemli derecde olmadığı tespit edilmiştir ($p>0.05$).

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri kullanılarak kapsüle edilen yapışkan siyah pirinç (*Oryza sativa L*) kepek antosiyaninlerinin toz ürünler üzerindeki etkilerini inceleyen Laokuldilok ve ark. (2015). enkapsüllerin yığın yoğunluklarını hesaplamışlardır. Yoğunluk değerlerini 0.23 ile 0.34 g/ml arasında bulmuşlardır. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağların enkapsüle tozlarında düşük değerlerin yanısıra yüksek değerlerde mevcuttur.

Çizelge 4.28. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin sıkıştırılmış kitle yoğunluğu analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	0.668 ± 0.04^{cB}	0.700 ± 0.05^{cBC}	0.500 ± 0.02^{bB}
	Etanol	0.735 ± 0.05^{aB}	0.536 ± 0.01^{abAB}	0.682 ± 0.02^{cBC}	0.577 ± 0.01^{bB}
	Hekzan	0.696 ± 0.02^{bC}	0.508 ± 0.01^{aAB}	0.463 ± 0.03^{aAB}	0.484 ± 0.02^{aB}
	Uçucu Yağ	-	0.682 ± 0.02^{bAB}	0.716 ± 0.05^{bBC}	-
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	$0.5290.05^{bAB}$	$0.8580.04^{cC}$	0.500 ± 0.02^{bB}
	Etanol	0.732 ± 0.03^{aC}	0.682 ± 0.02^{aB}	0.756 ± 0.08^{abBC}	0.914 ± 0.08^{bC}
	Hekzan	0.273 ± 0.01^{aB}	0.529 ± 0.05^{bAB}	0.803 ± 0.12^{cC}	0.527 ± 0.02^{abB}
	Uçucu Yağ	-	0.417 ± 0.01^{bA}	0.417 ± 0.01^{bA}	-

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağının enkapsüle tozlarının Hausner oranı değerleri Çizelge 4.31.'de verilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir. Hausner oranları 1.03 – 2.05 arasında olduğu tespit edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde en iyi değerlerin geleneksel yöntem ile elde edilen *Lemon verbena* uçucu yağının dondurarak kurutulan enkapsüle tozlarında olduğu gözlemlenmiştir. En kötü hausner oranına sahip enkapsüle toz ise geleneksel yöntem uygulanarak elde edilen hekzan ektresinin püskürtmeli kurutmada elde edilen enkapsüle tozunda olduğu tespit edilmiştir Çalışmamızda uygulanan ekstrasksiyon yöntemleri kıyaslandığında istatistiksel olarak benzerliklerin bulunduğu tespit edilmiştir ($p>0.05$). Kurutma yöntemleri ve çözücülere bakıldığında ise farklılıklar gözlense de istatistiksel olarak benzerliklerin daha çok olduğu tespit edilmiştir ($p>0.05$). Genel olarak bakıldığında liyofilizasyon ile kurutma işlemi yapılmış enkapsüle tozların daha iyi yapışkanlık derecesine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.29. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının housner oranı analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	1.36 ± 0.13^{bAB}	1.50 ± 0.23^{bA}	1.34 ± 0.21^{bB}
	Etanol	1.83 ± 0.21^{bC}	1.66 ± 0.10^{abBC}	1.71 ± 0.13^{abA}	1.42 ± 0.04^{aB}
	Hekzan	1.06 ± 0.12^{aB}	2.05 ± 0.14^{bD}	1.78 ± 0.21^{bA}	1.82 ± 0.12^{bC}
	Uçucu Yağ	-	1.77 ± 0.10^{bCD}	1.54 ± 0.33^{bA}	-
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	1.30 ± 0.09^{bA}	1.23 ± 0.06^{bA}	1.37 ± 0.07^{bB}
	Etanol	1.58 ± 0.18^{aC}	1.23 ± 0.18^{aA}	1.30 ± 0.04^{aA}	1.40 ± 0.13^{aB}
	Hekzan	1.87 ± 0.12^{aC}	1.34 ± 0.12^{aAB}	1.38 ± 0.41^{aA}	1.36 ± 0.13^{aB}
	Uçucu Yağ	-	1.03 ± 0.02^{bA}	1.56 ± 0.17^{cA}	-

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağının enkapsüle tozlarının Carr indeks değerleri Çizelge 4.32.'de verilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir. Verilen Carr indeks değerlerinin 2.72 – 51.16 arasında olduğu tespit edilmiştir. En iyi akabilirlik derecesine sahip ürünün geleneksel yönemle elde edilen uçucu yağın dondurarak enkapsüle edildiği tozlarda bulunmuştur. En kötü akabilirlik derecesine sahip enkapsüle toz ürünü ise geleneksel yöntem ile elde edilen hekzan ekstrelerinin donduarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlada tespit edilmiştir. Çalışmamızda uygulanan ekstrasksiyon yöntemleri arasında önemli farklılık gözlemlenmemiştir ($p>0.05$). Aynı şekilde kurutma yöntemleri arasındaki farkın önemli derecede olmadığı tespit edilmiştir ($p>0.05$)

Çizelge 4.30. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının carr indeksi analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Çözücü Türü	Süperkritik CO_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	26.11 ± 6.74^{bBCD}	32.35 ± 9.80^{bA}	24.22 ± 10.96^{bB}
	Etanol	45 ± 6.61^{bB}	39.71 ± 3.65^{abCDE}	41.22 ± 445^{abA}	29.72 ± 2.06^{aBC}
	Hekzan	4.66 ± 11.59^{aA}	51.16 ± 3.18^{bE}	43.21 ± 6.46^{bA}	44.85 ± 3.45^{bB}
	Uçucu Yağ	-	43.53 ± 3.18^{bDE}	33.11 ± 12.92^{bA}	-
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	23.06 ± 5.29^{bBC}	18.57 ± 3.78^{bA}	26.81 ± 4.01^{bB}
	Etanol	36.33 ± 7.09^{aA}	17.64 ± 11.90^{aAB}	22.84 ± 2.57^{aA}	28.19 ± 717^{aB}
	Hekzan	46.29 ± 3.41^{aA}	24.80 ± 7.05^{aBC}	23.33 ± 22.55^{aA}	25.78 ± 6.84^{aB}
	Uçucu Yağ	-	2.72 ± 2.36^{aA}	35.40 ± 6.97^{bA}	-

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)

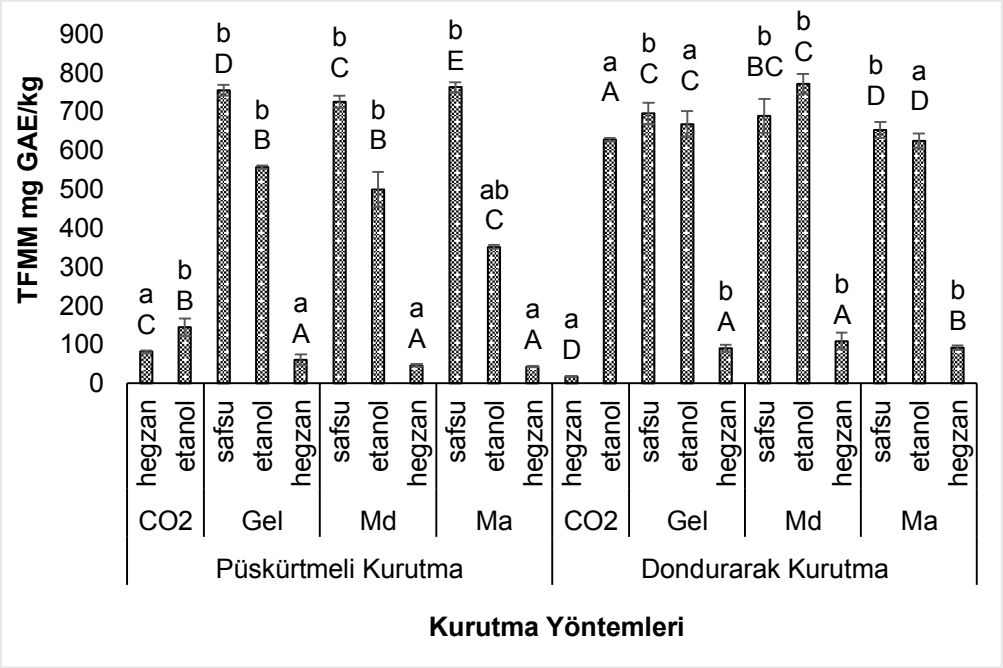
Zein ile keten yağını dondurarak ve püskürterek kapsülleyen Quispe-Condori ve ark. (2011) enkapsüle toz üretmişlerdir. Bu çalışma sonucunda püskürtmeli kurutucu ile elde edilen tozlarda en iyi hausner ve carr indeks değerleri sırasıyla 1.23 ve 34.40 olarak bulunmuştur. Dondurarak kurutulan enkapsüllerin değerleri ise hausner oranı 1.11 carr indeks ise 29.04 bulunmuştur. Dondurarak kurutma ile elde edilen edilen tozların daha iyi değerde olduklarını ifade etmişlerdir. Aynı şekilde benzer olarak çalışmamızda dondurarak kurutma ile elde edilen tozların daha iyi akabilirlik ve yapışkanlık özellik gösterdikleri tespit edilmiştir.

4.6. *Lemon verbena* Ekstre Enkapsüllerinin TFMM Analiz Değerleri

Çizelge 4.31. *Lemon verbena* ekstre enkapsüle tozlarının TFMM analiz değerleri

Kurutma Yöntemi	Çözücü Türü	Süperkritik CO_2 (mg GAE/ kg)	Geleneksel (mg GAE/ kg)	Mikrodalga (mg GAE/ kg)	Maserasyon (mg GAE/ kg)
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	755.57 ± 14.17^{bD}	725.43 ± 16.34^{bC}	762.82 ± 13.16^{bE}
	Etanol	145.08 ± 22.65^{aC}	557.46 ± 3.80^{bB}	499.16 ± 44.85^{bB}	351.45 ± 4.45^{abC}
	Hekzan	81.64 ± 3.40^{bB}	59.94 ± 13.81^{aA}	46.44 ± 3.51^{aA}	43.15 ± 1.07^{aA}
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	695.77 ± 26.51^{bC}	689.19 ± 44.22^{bBC}	653.45 ± 20.45^{bD}
	Etanol	627.93 ± 4.69^{aD}	667.45 ± 34.09^{aC}	772.02 ± 25.55^{bC}	624.14 ± 18.98^{aD}
	Hekzan	17.37 ± 1.06^{aA}	89.99 ± 9.55^{bA}	108.56 ± 21.52^{bA}	91.97 ± 5.25^{bB}

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.9. *Lemon verbena* enkapsüllerinin TFMM analiz değerleri grafiği

Lemon verbena ekstrelerinin iki farklı mikroenkapsülasyon yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozların TFMM değerleri Çizelge 4.31. ve Şekil 4.9.'te verilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek TFMM değeri 762.82mg GAE/kg ile maserasyon yöntemi ile yapılan safsu ekstrelerinin enkapsüle tozlarında bulunmuştur. En düşük TFMM değeri ise 43.15 mg GAE/kg ile maserasyon yöntemi kullanılarak elde edilen safsu ekstrelerinin enkapsüle tozlarında belirlenmiştir. Dondurarak kurutma ile elde edilen tozlarda en yüksek TFMM 772.02 mg GAE/kg ile mikrodalga yöntemi ile elde edilen etanol ekstrelerinin enkapsüle tozlarında tespit edilmiştir. En düşük TFMM değeri 17.37 mg GAE/kg ile süperkritik CO_2 ekstraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen hekzan ekstrelerinin enkapsüle tozlarında gözlemlenmiştir. Genel olarak incelendiğinde her iki kurutma yönteminde en yüksek TFMM değerleri dondurarak kurutulan enkapsüllerinde olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuç dondurrak kurutmanın TFMM için en iyi yöntem olduğunu göstermektedir.

Ektraksiyon metotları açısından sonuçlar incelendiğinde süperkritik etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde dilen tozlarında en yüksek sonuç 627.93 mg GAE/kg olarak ölçülmüştür. Geleneksel yöntemde en iyi sonucu safsu ekstresi

püskürtmeli kurutma tozları vermiştir. Mikrodalga yönteminde, etanol ekstresi dondurarak kurutm enkapsülleri en yüksek TFMM oranını verirken maserasyonda yine safsu ekstresinin püskürtmeli, urutucuda elde edilen enkapsülleri en iyi TFMM sonucunu vermiştir. Bu açıdan bakıldığında her ekstraksiyon yöntemi farklı kurutma metotları ile en iyi TFMM sonucu verdiği gözlemlenmiştir. İstatistiksel olarak ekstraksiyon yöntemleri arasında farklılıklar olsa da önemli derecede olmadığı gözlemlenmiştir ($p>0.05$). Ayrıca mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında önemli farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0.05$).

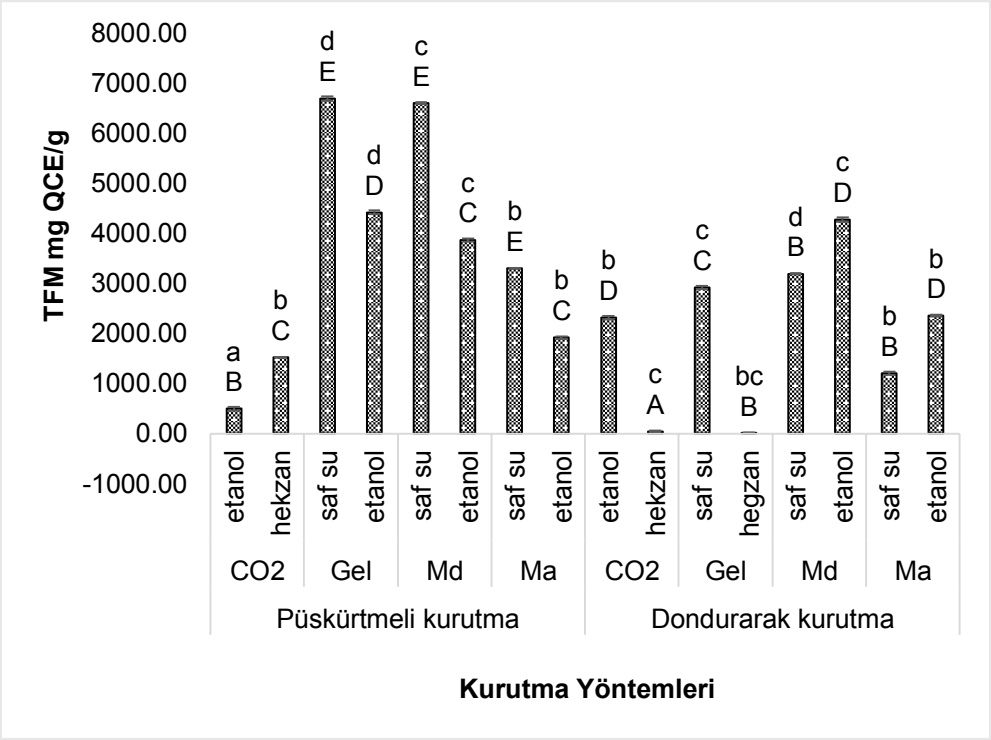
2013 yılında Pop ve arkadaşları. Avrupa ökse otu *(Viscum albümü*. Fars cevizi *(Juglans regia*) ve beyaz söğüt kabuğu *(Salix alba)*) numunelerini, püskürtmeli. dondurarak ve akışkan yataklı kurutma yöntemleri ile enkapsülasyon işlemi uygulamışlardır. Toz ürünlerin fenolik madde analizlerini uygulamış ve en iyi TFMM'nin dondurarak kurutma ile elde edilen tozlarda olduğunu tespit etmişlerdir. Ancak yöntemin pahalı ve uzun süreli olması dezavantaj olarak değerlendirilmiştir. Püskürtmeli kurutma yönteminin ucuz ve hızlı analiz özelliğinden dolayı avantajlı olduğunu belirtmişlerdir.

4.7. *Lemon verbena* Ekstre Enkapsüllerinin TFM Analiz Değerleri

Çizelge 4.32. *Lemon verbena* ekstre enkapsüle tozlarının TFM analiz değerleri

Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik CO_2 (mg QCE/kg)	Geleneksel (mg QCE/kg)	Mikrodalga (mg QCE/kg)	Maserasyon (mg QCE/kg)
Püskürtmeli Kurutma	Safsu	-	6685.45 ± 41.45^{dE}	6592.53 ± 19.91^{cE}	3299.01 ± 10.92^{bE}
	Etanol	494.88 ± 36.08^{aB}	4414.06 ± 39.82^{dD}	3864.11 ± 34.81^{cC}	1915.53 ± 25.12^{bC}
	Hekzan	1522.51 ± 10.39^{bC}	0	0	0
Dondurarak Kurutma	Safsu	-	2914.94 ± 35.28^{cC}	3189.57 ± 13.54^{dB}	1200.39 ± 32.01^{bB}
	Etanol	2316.81 ± 36.08^{bD}	0	4270.89 ± 46.46^{cD}	2351.91 ± 17.56^{bD}
	Hekzan	46.11 ± 10.39^{cA}	5.50 ± 10.92^{bcB}	0	0

Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.10. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin TFM analiz değerleri grafiği

Lemon verbena ekstrelerinin iki farklı mikroenkapsülasyon yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozların TFM değerleri Çizelge 4.32. ve Şekil 4.10.'da verilmiştir. Sonuçlar 3 paralelin ortalaması olup standart sapmaları ile verilmiştir. *Lemon verbena* ekstrelerinin püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda en yüksek TFM içeriğinin 6685.45 mg QCE/ kg geleneksel yöntemle elde dilen safsu ekstresinin püskürtmeli kurutma ile elde eilen enkapsüle tozlarında saptanmıştır. En düşük TFM içeriği ise süperkritik CO_2 ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen etanol ekstresi enkapsüle tozunda 494.88 mg QCE/ kg olarak tespit edilmiştir. Ayrıca, geleneksel. mikrodalga ve maserasyon yöntemleri ile elde edilen hekzan ekstrelerinin enkapsüle tozlarında TFM tespit edilememiştir.

Dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının en yüksek TFM miktarı 4270.89 mg QCE/ kg ile mikrodalga yöntemi ile elde edilen etanol ekstresi enkapsüllerinde belirlenmiştir. En düşük TFM içeriği ise 5.50 mg QCE/ kg ile geleneksel yöntemle elde edilen hekzan ekstrelerinin enkapsüle tozlarında belirlenmiştir. Ayrıca mikrodalga ve maserasyon yöntemleri ile elde edilen Hekzan ekstrelerinin ve geleneksel yöntem ile elde edilen etanol ekstresinin enkapsüle

tozlarında da flavonoid madde miktarı tespit edilememiştir. Her iki kurutma yöntemi incelendiğinde genel olarak en iyi TFM sonuçlarının püskürterek enkapsüllenen tozlarda bulunduğu tespite dilmiştir. Bu sonuç püskürterek kurutmanın TFM için ideal metot olduğunun göstermektedir.

Ekstraksiyon yöntemleri açısından bakıldığında ise en yi değerler püskürtmeli kurutmada bulunmaktadır. Süperkritik için hekzan ekstresi enkapsüllerinde en iyi sonuç gözlemlenirkeni, geleneksel, mikrodalga ve maserasyon yöntemlerinde safsu enkpasüllerinde en iyi sonuç bulunmaktadır. Bu sonuçlar çözgen olarak safsu kullanımının TFM için en iyi sonucu vereceğini göstermektedir. İstatistiksel olarak ekstraksiyon yöntemleri arasında önemli farklılıklar gözlemlenmiştir ($p<0.05$). Ayrıca mikroenkapsülasyon yöntemleri arasında da farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0.05$).

2018 yılında Gomes ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada papaya hamurunun püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemi ile enkapsülasyon sonrası fenolik bileşik. antioksidan aktivite ve fiziko-kimyasal değerleri incelenmiştir. Flavonoid miktarının Püskürtmeli kurutma ile elde edilen enkapsüllerde daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuç çalışmamızla paralellik göstermektedir

4.8. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin % DPPH İnhibisyon Değerleri

Çizelge 4.33. *Lemon verbena* enkapsüllerinin maksimum %DPPH süpürme aktiviteleri

Hacim	Kurutma Yöntemi	Çözücü	Sperkritik CO_2 (%ort±std)	Geleneksel (%ort±std)	Mikrodalga (%ort±std)	Maserasyon (%ort±std)
0.1 ml	Püskürtmeli Kurutma	Saf su		87.93±0.46^{dCD}	85.85±0.63^{cB}	72.16±0.90^{bC}
		Etanol	89.53±1.02^{Bd}	87.96±1.12^{bCD}	85.88±0.36^{aB}	92.91±0.13^{cE}
		Hekzan	84.03±0.75^{cc}	87.04±1.36^{bB}	88.17±0.99^{aA}	87.21±0.96^{aB}
		Uçucu Yağ		86.46±1.36^{bA}	86.86±1.46^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Saf su		92.13±1.09cD	91.17±0.78^{cC}	85.62±1.55^{bD}
		Etanol	93.17±0.96^{cE}	89.55±0.30^{abCD}	88.54±0.09^{aBC}	90.80±0.94^{bE}
		Hekzan	74.16±0.92^{cB}	86.92±1.26^{bB}	88.02±1.36^{dBC}	87.41±0.69^{aB}
		Uçucu Yağ		85.30±0.28^{bC}	86.72±2.89^{bB}	
0.2 ml	Püskürtmeli Kurutma	Saf su		82.20±1.17^{cCD}	80.06±1.25^{cB}	54.54±3.03^{bC}
		Etanol	91.41±0.38^{bD}	82.03±0.43^{aC}	80.84±1.38^{aB}	93.55±0.13^{bF}
		Hekzan	78.59±1.05^{bC}	84.90±0.68^{dCD}	88.60±0.51^{cB}	92.85±9.13^{aD}
		Uçucu Yağ		88.69±087^{bA}	87.38±0.10^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Saf su		92.39±0.50^{cF}	89.79±0.36^{cD}	76.79±1.33^{bE}
		Etanol	91.41±0.38^{cD}	88.22±1.36^{abEF}	86.28±0.98^{aCD}	87.50±0.40^{bcF}
		Hekzan	62.99±3.19^{cB}	86.66±1.56^{bB}	87.12±1.32^{dCD}	89.09±0.52^{aB}
		Uçucu Yağ		82.64±0.80^{bDE}	83.16±3.28^{bBC}	
0.3 ml	Püskürtmeli Kurutma	Saf su		76.71±4.50^{cA}	75.06±1.58^{cB}	39.12±1.94^{bB}
		Etanol	93.11±0.13^{cD}	75.72±1.31^{bA}	71.82±0.39^{aA}	93.52±0.66^{dC}
		Hekzan	77.58±4.33^{aC}	89.96±0.45^{cC}	9.31±0.44^{bcF}	87.07±0.15^{bC}
		Uçucu Yağ		88.69±0.87^{bB}	87.38±0.62^{bEF}	
	Dondurarak Kurutma	Saf su		89.61±0.05^{cB}	86.69±0.43^{bcE}	54.31±25.92^{bB}
		Etanol	93.14±0.09^{cD}	86.95±0.48^{bB}	83.19±1.66^{aD}	85.01±1.23^{abC}
		Hekzan	46.04±0.44^{aB}	86.75±0.52^{bB}	86.26±1.46^{bDE}	88.31±0.48^{cC}
		Uçucu Yağ		78.59±1.05^{bA}	75.55±1.57^{cC}	

Püskürterek ve dondurarak kurutulan *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin antioksidant analizi literatürde bulunan DPPH metoduna uygun olarak yapılmıştır. Analizde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.33.'de gösterilmektedir. Bu sonuçlar incelendiğinde, artan kosantrasyon ile süpürme aktivitesinde artış beklenirken sabit veya azalan aktivite gözlemlenmiştir. Buna göre numunelerin maksimum süpürme aktivitesine ulaştığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan yola çıkarak her numunenin belirli seviyede maksimum süpürme kapasitesinin olduğu düşünülmektedir. Elde edilen sonuç çerçevesinde minimum konsantrasyonlar ile

analiz tekrar uygulanarak artan hacim ve konsantrasyon ile süpürme kapasitesinin arttığı aralıklar tespit edilmiştir. Numunelerin minimum antioksidant aktiviteleri belirlenmiştir.

Çizelge 4.34. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %DPPH inhibisyon değerleri ve linnerite verileri

Kurutma Yöntemi	Num.	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	R^2	mg TEAC/L	Denklem	IC50
Püskürtmeli Kurutma	SCO_2	937.5	40.3±0.81	0.75	0.96	y=2.8623x+37.734	359.55	4.29
		1250	44.04±1.16	3.67			371.19	
		1562.5	46.03±1.53	1.29			393.12	
	ECO_2	1000	23±1.3	6.70	0.99	y=14.845x+7.9218	489.36	2.83
		1500	37.15±2.4	4.47			403.21	
		2000	52.69±6.03	9.09			308.51	
	SGel	125	56.61±0.21	0.36	0.96	y=10.119x+47.63	274.94	0.23
		250	70.13±1.30	1.85			195.58	
		375	76.85±2.53	3.29			156.19	
	SMd	50	5.52±1.12	3.29	0.09	y=30.638x-19.191	574.75	2.26
		100	53.93±0.8	1.48			290.66	
		150	66.79±1.29	1.94			215.18	
	SMa	50	2.21±0.32	14.39	0.99	y=26.868x-25.926	594.15	2.83
		100	25.26±1.75	6.94			458.9	
		150	55.95±1.05	1.88			278.82	
	EGel	125	28.7±0.51	1.77	0.97	y=20.271x+10.119	438.72	1.97
		250	54.03±0.29	0.53			290.08	
		375	69.24±1.29	2.15			200.82	
	EMd	125	29.82±0.92	3.09	0.94	y=20.833x+11.839	432.12	1.83
		250	59.19±0.32	0.54			259.81	
		375	71.49±0.32	0.45			187.62	
	EMa	125	8.56±2.27	26.47	0.99	y=9.7388x-1.466	556.89	5.28
		250	17.42±0.66	3.79			504.89	
		375	28.04±1.49	5.31			442.6	
	HGel	2500	55.12±0.17	0.31	0.92	y=20.156x+38.125	344.02	0.58
		5000	85.64±0.28	0.32			139.30	
		7500	95.31±0.23	0.24			74.49	
	HMd	2500	48.03±0.55	1.16	0.88	y=21.135x+31.307	391.56	0.88
		5000	82.40±0.26	0.32			161.03	
		7500	90.3±0.43	0.48			108.06	
	HMa	2500	47.45±0.43	0.9	0.98	y=20.325x+28.423	395.64	1.06
		5000	71.73±0.5	0.7			232.64	
		7500	88.07±1.03	0.48			108.06	
	GelY	2500	45.94±2.88	10.82	0.91	y=21.37x+28.31	405.53	1.01
		5000	78.53±0.17	0.4			187.04	
		7500	88.33±0.70	4.8			118.93	
	MdY	2500	44.12±4.97	6.42	0.99	y=21.685x+24.38	412.13	1.18
		5000	69.71±0.35	0.24			244.47	
		7500	88.68±0.87	0.84			121.26	

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması

** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Çizelge 4.35. Dondurarak Kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %DPPH inhibisyon değerleri ve linnerite verileri

Kurutma Yöntemi	Num.	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	R^2	mg TEAC/L	Denklem	IC50
Dondurarak Kurutma	SCO_2	937.5	24±2.5	3.88		481.41		
		1250	37±0.36	0.97	0.95	403.21	y = 20.07x + 1.82	2.58
		1562.5	64±3.06	9.39		236.91		
	ECO_2	125	16.5±1.11	6.70		510.32		
		250	27.28±1.22	4.47	0.97	447.06	y=14.749x+0.4299	3.36
		375	45.99±4.18	9.09		337.23		
	SGel	125	26.58±2.64	9.94		451.14		
		250	50.33±1.75	3.48	0.99	311.81	y=20.999x+6.5035	2.07
		375	68.58±0.47	0.68		204.70		
	SMd	125	41.86±4.32	10.32		361.49		
		250	61.21±3.39	5.55	0.96	247.97	y=14.567x+28.891	1.45
		375	70.99±2.38	3.35		190.53		
	SMa	125	32.57±0.32	0.98		416.01		
		250	44.51±0.75	1.69	0.98	345.96	y=9.6892x+23.635	2.72
		375	51.95±0.92	1.77		302.30		
	EGel	125	30.18±2.68	8.61		424.17		
		250	49.63±3.14	6.33	0.99	315.89	y=18.789x+11.613	2.03
		375	67.75±0.79	1.17		209.55		
	EMd	125	42.09±3.98	9.45		360.13		
		250	57.04±0.20	0.35	0.93	272.42	y=10.202x+33.477	1.62
		375	62.5±0.79	1.26		240.40		
	EMa	125	20.19±1.49	7.04		482.77		
		250	30.35±0.26	0.86	0.99	429.02	y=9.6435x+10.726	4.15
		375	39.48±0.60	1.51		375.46		
	HGel	2500	54.54±1.18	2.16		347.9		
		5000	77.4±0.18	0.46	0.84	194.6	y=16.375x+40.327	0.59
		7500	87.29±0.36	0.20		128.24		
	HMa	2500	46.52±2.55	5.49		401.65		
		5000	78.08±12.18	15.60	0.97	236.32	y=22.069x+27.62	1.01
		7500	90.65±0.90	0.98		106.12		

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması
** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin antioksidatif özelliği serbest radikal süpürme aktivitelerine göre incelenmiştir. Çizelge 4.34. ve Çizelge 4.35.'de sırası ile püskürterek ve dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin artan konsantrasyon hacimlerine doğru orantılı olarak artan süpürme aktiviteleri belirlenmiştir. Lineer artışın gözlendiği sonuçlar ile doğrusal grafik çizilmiş ve R^2 faktörü, doğrunun oluşturduğu denklem bilgileri verilmiştir. Ayrıca denklemden elde edilen yarı inhibisyon aktivitesi olan IC50 değeri de hesaplanmıştır. Çizelge incelendiğinde R^2 faktörlerinin genel olarak 1'e yakın olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca sonuçların Trolox eşdeğeri hesaplanmış sonuçlar mg TEAC/L olarak çizelgede yerini almıştır. Troloks eşdeğerlerine bakıldığında süpürme yüzdeliği ve konsantrasyon artışı

ile ters orantılı olrak artttığı gözlemlenmiştir. Konsantrasyon arttıkça süpürme aktivitesi artmış fakat troloks eşdeğerleri azalmaktadır. Bu sonuç troloksun, numunenin serbest radikalleri süpürme aktivitesi sonrası ortamda kalan DPPH miktarını temsil ettiğini göstermektedir. Ayrıca sentetik antioksidan BHT değeride hesaplanmıştır. BHT'nin trolox cinsinden değeri 73.61 ppm olarak bulunmuştur.

Sonuçlar incelendiğinde her iki yöntem ile elde edilen enkapsüllerin inhibisyon aktiviteleri göstermektedir. Püskürtmeli kurutucuda en düşük konsantrasyona sahip SMd ve SMa örnekleri süpürme aktivitesi göstermesiyöntemin antioksidnaları iyi muhafaza ettiğinin göstergesidir. SMd ve SMa örneklerinin 20 ppm, 100 ppm ve 150 ppm ile eşit konsantrasyonlarda sırası ile, %5.52, %53.93, %66.79 ve %2.21, %25.26 ve %55.95 inhibisyon sergilemişlerdir. Bu sonuçlar ile saf suyun çözgen olarak her iki metotta da antioksidan maddelerini iyi çözdüğü söylenebilir. Dondurarak elde edilen kapüsllerin ise, hepsinin minimum inhibisyon aralıkları belirlenmiş olup en düşük konsantrasyonlar 125 ppm, 250 ppm ve 375 ppm aralığında gözlemlenmiştir. Ancak dondurarak elde dilen HGel, GelY ve MdY numunelerinin yağ benzeri madde içerdiklerinden minimum lineer süpürme aktiviteleri hesaplanamamıştır.

Kurutma metotlarının ekstraksiyon ürün kalitesindeki etkisini araştırmayı amaçlayan Çoksarı (2012), yaptığı yüksek lisans çalışmasında ekinezya türlerinin (*echinacea pallida nutt*), *Echinacea purpurea* (L.) Moench) farklı azotlu gübre dozlarında yetiştirmiştir. Deneyleri sonucunda püskürtmeli kurutma ile elde edilen enkapsüllerin inhibisyon değerleinin daha yüksek olduğunu çalışmamız ile paralellik göstermektedir.

4.9. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin ABTS % İnhibisyon Değerleri

Çizelge 4.36. *Lemon verbena* enkapsüllerinin ABTS radikalini maksimum süpürme aktiviteleri

Hacim	Kurutma Yöntemi	Çözücü	Sperkritik CO_2 (%ort±std)	Geleneksel (%ort±std)	Mikrodalga (%ort±std)	Maserasyon (%ort±std)
0.4 ml	Püskürtmeli Kurutma	Saf su		74.27±6.13^{cC}	78.17±6.74^{cC}	28.51±0.53^{bB}
		Etanol	88.01±0.15^{cE}	80.95±0.61^{bCD}	62.23±2.6^{0bB}	78.17±1.06^{aC}
		Hekzan	12.27±1.17^{aB}	58.14±7.16^{bB}	91.47±0.69^{cD}	95.32±1.39^{cD}
		Uçucu Yağ		30.51±0.4^{5bA}	28.80±1.83^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Saf su		95.36±0.3^{7dD}	81.16±6.82^{cC}	30.62±0.39^{bB}
		Etanol	81.90±2.66^{bD}	74.85±3.26^{aC}	81.07±1.4^{1bC}	86.19±0.31^{bC}
		Hekzan	20.51±1.81^{aC}	74.65±0.90^{abA}	57.54±1.16^{cB}	37.33±9.72^{bB}
		Uçucu Yağ		28.30±0.98^{cA}	39.30±7.69^{bA}	
0.8 ml	Püskürtmeli Kurutma	Saf su		53.70±5.53^{cBC}	63.16±2.85^{dB}	39.96±2.96^{bB}
		Etanol	76.56±1.18^{cD}	66.33±3.32^{bcCD}	26.51±7.96^{bA}	60.19±0.83^{aC}
		Hekzan	26.36±0.61^{aB}	84.24±2.43^{bD}	94.30±0.39^{cD}	95.81±0.30^{cE}
		Uçucu Yağ		40.06±0.89^{bA}	38.89±0.51^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Saf su		82.20±17.02^{cD}	65.98±2.86^{cB}	42.55±3.08^{bB}
		Etanol	51.92±2.44^{abC}	45.71±9.95^{aAB}	61.44±2.58^{bB}	75.84±1.75^{cD}
		Hekzan	26.04±0.53^{aB}	93.79±0.92^{bBC}	83.63±0.74^{cC}	64.94±4.03^{bC}
		Uçucu Yağ		57.05±1.63^{bBC}	57.25±0.5^{9bB}	
1.2 ml	Püskürtmeli Kurutma	Saf su		66.52±1.41^{bC}	59.99±5.33^{bB}	76.07±34^{cD}
		Etanol	72.90±0.37^{cD}	46.88±2.96^{bAB}	5.56±4.09^{aA}	46.78±3.36^{bB}
		Hekzan	42.79±1.46^{aB}	92.79±0.74^{bE}	93.76±0.97^{bcD}	94.40±0.08^{cE}
		Uçucu Yağ		56.77±2.71^{bB}	53.75±0.08^{bB}	
	Dondurarak Kurutma	Saf su		87.48±0.62^{dDE}	62.77±5.40^{bB}	79.04±0.34^{cD}
		Etanol	49.56±3.6^{aC}	46.01±7.08^{aA}	55.62±2.07^{aB}	68.44±3.00^{bC}
		Hekzan	45.27±1.5^{aB}	95.36±0.23^{bD}	85.75±2.26^{bC}	80.77±3.56^{bD}
		Uçucu Yağ		54.64±0.45^{cC}	66.72±3.33^{bB}	

Püskürterek ve dondurarak elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin ABTS serbest radikal süpürme aktivitesi analizi ile antioksidant aktivite analizleri yapılmıştır. Sonuçlar Çizelge 4.36.'da verilmiştir. ABTS deneyinde metotta belirtilen miktarlarda hacim kullanılmıştır. Ancak sonuçlar incelendiğinde artan hacim ile süpürme aktivitesinin artması beklenirken ya tam tersi durum ortaya çıkmış veya sonuç sabit ilerlemektedir. Bu durum numunelerin maksimum süpürme kapasitesine ulaştığını ve her numunenin belirli kapasiteye sahip olduğunu göstermektedir. Deney minimum konsantrasyonlarda çalışılarak hacim artışı ile doğru orantılı artan süpürme aktivitesi ile lineer artışın olduğıu aralıklar belirlenmiştir. Yeni uygulanan miktarlar ile deney sonuçları Çizelge 4.37. ve Çizelge 4.38.'de gösterilmişitr.

Çizelge 4.37. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %ABTS inhibisyon değerleri ve linnerite verileri

Kurutma Yöntemi	Num.	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	R^2	mg TEAC/L	Denklem	IC50
Püskürtmeli Kurutma	SCO_2	10000	12.77±1.17	9.18	0.99	387.49	y=14x-1.79	3.69
		20000	26.12±0.61	2.31		333.35		
		30000	40.76±1.46	3.42		267.95		
	ECO_2	125	7.72±0.21	2.76	0.73	405.54	y=18.642x-9.7474	3.2
		250	14.55±1.35	9.31		377.01		
		375	52.67±0.77	1.46		217.89		
	SG	16	56.35±0.74	1.31	0.83	202.56	y=13.622x+39.253	0.78
		33	59.55±0.28	0.47		189.17		
		50	83.59±0.45	0.54		88.85		
	SMW	50	7.67±0.61	7.93	0.85	405.73	y=41.051x-43.065	2.26
		100	19.67±7.61	38.70		355.67		
		150	89.77±0.21	0.24		63.04		
	SMA	10000	27.15±0.53	1.85	0.91	324.81	y=22.655x+0.58	2.18
		20000	38.06±2.96	7.41		279.21		
		30000	72.46±0.34	0.44		135.42		
	EG	125	53.46±3.27	6.12	0.95	214.59	y=18.271x+37.362	0.69
		250	78.24±2.23	2.85		111.17		
		375	90.00±0.21	0.24		62.07		
	EMW	125	46.21±0.29	0.63	0.86	244.87	y=21.757x+29.351	0.94
		250	82.66±1.82	2.20		92.73		
		375	89.73±0.45	0.50		63.24		
	EMA	250	39.24±3.14	8.00	0.96	273.97	y=12.483x+25.305	1.97
		375	47.37±2.51	5.30		240.01		
		500	64.20±1.03	1.60		169.77		
	HG	10000	55.38±7.16	12.31	0.92	206.83	y=16.505x+41.667	0.50
		20000	80.76±2.43	2.89		102.82		
		30000	88.39±0.74	0.79		68.87		
	HMW	10000	21.11±1.99	9.45	0.9	349.65	y=33.984x-19.123	2.03
		20000	36.36±1.56	4.28		286.00		
		30000	89.07±0.08	0.09		65.95		
	HMA	10000	21.80±2.66	12.21	0.91	346.74	y=31.474x-15.032	2.06
		20000	37.19±1.25	3.36		282.51		
		30000	84.75±0.84	0.99		84.00		
	GY	10000	27.43±1.82	6.34	0.98	323.65	y=11.885x+14.787	2.96
		20000	37.04±0.5	1.3		283.48		
		30000	51.2±0.46	0.87		224.30		
	MDY	10000	29.06±0.44	1.46	0.97	316.64	y=12.51x+15.413	2.76
		20000	38.16±0.88	2.21		278.00		
		30000	54.08±2.71	4.77		212.00		

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması

** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Çizelge 4.38. Dondurarak Kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı %ABTS inhibisyon değerleri ve linnerite verileri

Kurutma Yöntemi	Num.	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	mg TEAC/L	Denklem	R^2	IC50
Dondurarak Kurutma	SCO_2	10000	20.51±1.80	1.81	365.76	y=12.35x+5.8833	0.9	3.57
		20000	26.04±0.53	0.53	344.02			
		30000	45.27±1.5	1.50	268.35			
	ECO_2	250	46.6±8.22	17.64	241.37	y=17.722x+27.848	0.98	1.25
		500	61.23±1.5	2.46	180.83			
		750	82.04±3.19	3.89	94.67			
	SGel	125	40.41±3.65	9.02	266.99	y=24.73x+19.034	0.94	1.25
		250	75.2±5.21	6.92	123			
		375	89.87±0.24	0.27	62.27			
	SMd	125	59.74±5.98	9.69	178.7	y=15.629x+ 48.18	0.83	0.1
		250	87.58±2.54	2.90	71.78			
		375	91±0.14	0.15	57.61			
	SMa	10000	30.62±0.39	0.12	325.98	y=24.21x+2.3167	0.92	1.96
		20000	42.55±3.07	0.72	279.02			
		30000	79.04±0.34	0.04	135.42			
	EGel	125	38.02±2.98	7.85	276.88	y=24.848x+12.643	0.99	1.5
		250	61.28±8.25	13.47	180.64			
		375	87.72±1.33	1.52	71.19			
	EMd	125	46.93±6.49	13.83	240.01	y=12.097x+25.441	0.99	2.03
		250	66.85±1.69	2.53	157.54			
		375	89.12±0.57	0.64	65.37			
	EMa	125	24.05±4.89	20.33	334.71	y=11.416x+12.002	0.99	3.33
		250	33.57±0.85	2.53	295.32			
		375	46.88±0.35	0.75	240.21			
	HGel	10000	30.27±0.90	0.29	152.69	y=27.545x+2.2067	0.8	1.7
		20000	56.26±6.44	1.14	77.4			
		30000	85.74±0.51	0.06	71.19			
	HMd	10000	57.54±1.15	0.20	220.03	y=14.105x+47.43	0.8	0.18
		20000	83.63±0.74	0.08	117.38			
		30000	85.75±2.26	0.26	109.03			
	HMa	10000	37.33±2.60	9.72	299.59	y=21.72x+17.573	0.97	1.49
		20000	64.94±4.02	0.62	190.92			
		30000	80.77±0.44	3.55	128.63			
	GelY	10000	39.3±7.69	1.95	291.83	y=13.71x+27.003	0.96	1.67
		20000	57.25±0.59	0.10	221.19			
		30000	66.72±3.33	0.49	183.94			
	MdY	1000	12.12±0.19	1.86	398.16	y=7.12x+4.77	0.99	6.35
		1500	18.55±1.17	7.31	374.68			
		2000	26.36±1.55	6.81	346.16			

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması
** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Püskürterek ve dondurarak kurutulan *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin antioksidatif özelliği ABTS serbest radikal süpürme aktivitelerine göre incelenmiştir. Çizelge 4.37. ve Çizelge 4.38.'da sırası ile püskürterek ve dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin artan konsantrasyon hacimlerine doğru orantılı olarak artan süpürme aktiviteleri belirlenmiştir. Lineer artışın gözlendiği sonuçlar ile doğrusal garfik çizilmiş ve R^2 faktörü, doğrunun oluşturduğu denklem

bilgileri verilmiştir. Ayrıca denklemden elde edilen yarı inhibisyon aktivitesi olan IC50 değeri de hesaplanmıştır. Çizelge incelendiğinde R^2 faktörlerin genel olarak 1'e yakın olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca sonuçların Trolox eşdeğeri hesaplanmış sonuçlar mg TEAC/L olarak çizelgede yerini almıştır. Troloks eşdeğerlerine bakıldığında süpürme yüzdeliği ve konsantrasyon artışı ile ters orantılı olrak artttığı gözlemlenmiştir. Konsantrasyon arttıkça süpürme aktivitesi artmış fakat troloks eşdeğerleri azalmaktadır. Bu sonuca göre troloksun yüksek çıkmasının nedeni, numunenin serbest radikalleri süpürme aktivitesi sonrası ortamda kalan ABTS serbest radikallerin miktarını temsil etmesidir.

Sonuçlar incelendiğinde her iki kurutma yönteminden elde edilen enkapsüllerin antioksidant aktiviteye sahip olduğu gözlemlenmektedir. En düşük konsantrasyona sahip püskürtmeli kurutma ile elde dilen SGel numnesinin ise en yüksek antioksidant aktiviteye sahip olduğu görülmüştür. Numune örnekler arasındaki en düşük konsantrasyonar olan 16 ppm, 33 ppm ve 50 ppm hacimlerinde %56.35, %59.55 ve %83.59 oranlarında süpürme etkinliği göstermiştir. Bu sonuç geleneksel yöntemin antioksidan maddeleri iyi özütlediğini göstermektedir. Ayrıca safsuyun ve onu takiben etanolün çözgenler arasından en iyi sonuçları verdiği tespit edilmiştir. Dondurarak kurutma yönteminde ise, her ekstraksiyon yönteminde çözgen olarak etanolün en iyi sonuç verdiği görülmüştür. Bu yöntemde de tüm numunelerin minimum lineer süpürme aaralıları tespit edilmiştir.

Rezende ve ark. (2018), aserola (*malpighia emarginata*) hamuru ve kalıntılarını püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle toz üretmişlerdir. Enkapsüle tozların antioksidant aktivite analizini ABTS metodu ile uygulamışlarıdır. Sonuçlar değerlendirildiğinde heriki kurutma yöntemi ile elde edilen tozlaeın AA değerlerinin birbirine yakın olduğunu ifade etmişlerdir. Çalışmamızda bazı örneklerde değişkenlik gösterse de benzer değerdeki numunelerin olması açısından paralellik göstermektedir.

4.10. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin CUPRAC İnhibisyon Değerleri

Çizelge 4.39. *Lemon verbena* Püskürtmeli kurutma ile elde dilen enkapsüllerinin CUPRAC metodu ile antioksidant analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Num.	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	Denklem	R^2	IC50
Püskürtmeli Kurutma	SCO_2	-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
		-	-	-			
	ECO_2	-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
		-	-	-			
	SGel	200	29.96±0.16	0.52	y = 34.122x-3.2689	0.99	1.56
		400	66.76±0.20	0.29			
		800	98.20±0.31	0.32			
	SMd	-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
		-	-	-			
	SMa	200	24.06±2.08	8.65	y = 35.75x - 21.995	0.80	2.01
		400	28.90±0.59	2.04			
		800	95.56±0.08	0.08			
	EGel	200	34.64±0.00	0.00	y = 14.655x - 9.6159	0.99	4.06
		400	19.12±3.53	18.48			
		800	5.33±3.53	6.29			
	EMd	200	42.25±3.38	7.99	y = 18.504x - 16.635	0.90	3.60
		400	13.64±6.83	5.08			
		800	5.24±0.47	8.99			
	EMa	200	21.10±1.18	5.58	y = 10.483x - 11.509	0.96	5.86
		400	7.14±3.45	44.3			
		800	0.13±0.43	3.80			
	HGel	20000	7.72±1.06	13.73	y=3.7009x - 4.2866	0.84	14.66
		10000	1.31±0.79	5.75			
		2500	0.31±0.43	17.17			
	HMd	20000	6.94±0.47	6.79	y = 3.0347x - 4.2681	0.77	17.87
		10000	6.70±2.08	31.06			
		2500	0.87±0.59	6.69			
	HMa	-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
		-	-	-			
	GelY	520	1.46±0.20	13.42	y = 4.2838x - 3.1764	0.97	12.41
		2083	4.68±1.30	7.67			
		520	10.03±0.20	1.96			
	MdY	3333	30.62±3.93	12.82	y = 11.824x - 5.5943	0.98	4.70
		833	16.56±8.24	4.77			
		208	6.98±1.22	17.44			

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması

** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Çizelge 4.40. *Lemon verbena* dondurarak kurutma ile elde dilen enkapsüllerinin CUPRAK metodu ile antioksidant analiz sonuçları

Kurutma Yöntemi	Num.	Minimum Lineerite Kons. (ppm)	*(%Ort± Std)	**Var	R^2	Denklem	IC50
Dondurarak Kurutma	SCO_2	20000	13.40±0.47	3.52			
		10000	23.67±1.88	7.96	0.91	y = 21.132x - 11.355	2.90
		2500	55.66±0.20	0.35			
	ECO_2	1330	4.26±0.20	4.61			
		670	11.90±0.04	0.33	0.90	y = 17.551x - 16.598	3.79
		330	39.36±1.81	4.59			
	SGel	-	-	-			
		-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
	SMd	-	-	-			
		-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
	SMa	5000	17.52±4.24	24.19			
		2500	34.90±0.43	1.24	0.94	y = 29.422x - 15.914	2.24
		1250	76.37±0.67	0.87			
	EGel	1333	7.94±0.04	0.49			
		667	29.20±3.26	11.16	0.93	y = 38.942x - 36.897	2.23
		333	85.82±0.24	0.27			
	EMd	-	-	-			
		-	-	-	-	-	-
		-	-	-			
	EMa	1333	1.05±0.12	11.16			
		667	2.68±0.08	2.93	0.77	y = 21.992x - 27.725	3.53
		333	45.04±0.27	0.61			
	HGel	20000	3.09±0.16	5.08			
		10000	6.64±0.31	4.73	0.97	y = 4.7464x - 2.0538	10.96
		2500	12.58±0.82	6.55			
	HMd	20000	1.94±0.59	14.30			
		10000	5.31±0.55	10.35	0.94	y = 5.8381x - 4.7184	9.37
		2500	13.62±1.81	13.26			
	HMa	20000	1.67±0.86	11.85			
		10000	4.46±1.02	12.88	0.84	y = 10.982x - 12.046	5.64
		2500	23.63±1.84	7.81			
	GelY	20000	10.79±0.75	6.91			
		10000	17.25±0.04	0.23	0.89	y = 15.793x - 8.117	3.67
		2500	42.38±0.27	0.65			
	MdY	20000	9.84±4	4.67			
		10000	11.40±2.32	2.32	0.80	y = 10.399x - 3.5033	5.14
		2500	30.64±0.24	0.77			

*Ort.: analiz edilen her üç parelelin ortalaması ± standart sapması
** Var.: analiz edilen her üç parelelin varyansı

Püskürterek ve dondurarak kurutulan *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin antioksidatif özelliği CUPRAC metodu bakır(II) indirgeme aktivitelerine göre incelenmiştir. Çizelge 4.39. ve Çizelge 4.40.'de ekstre ve uçucu yağ enkapsüllerinin artan konsantrasyonda antioksidant aktivite oranları ve bunların trolox cinsinden değerleri verilmiştir. Ayrıca konsantrasyonlar ile doğru orantılı olarak linner artan süpürme aktivitesi belirlenmiş olup doğru denklemi, R^2, varyans ve IC50 faktörü

hesaplanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının artan konsantrasyon ile doğru orantılı şekilde indirgeme aktivitesinde artış gözlemlenmiştir. Aynı zamanda her numunenin farklı konsantrasyon aralığında linnerite oluşturduğu anlaşılmıştır. Oluşan linner artışın doğru denklemi hesaplanmış olup R^2 faktörlerinin 1 e yakın olduğu görülmüştür.

Sonuçlar incelendiğinde püskürtmeli kurutma ile elde edilen numunelerin daha düşük konsnatrasyon aralıklarında minimum lineer değerlerinin elde dildiği gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar püskürtmeli kurutucunun antioksidant maddeleri iyi kapsülleidğini göstermektedir. Bu yöntemde minimum süpürme aralığın en düşük 200 ppm, 400 ppm ve 800 ppm olduğu gözlemlenmiştir. Ancak SCO_2, ECO_2, SMd ve HMa numunelerinin minimum lineer süpürme aktivitesi çok düşük konsantrasyonlarda çalışıldığı için gözlemlenemmiştir. Dondurarak kurutmada ise, minimum lineer inhibisyon aralığı tespit edimiş fakat püskürtme yöntemine göre daha yüksek konsantrasyonlarda olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca SGel, SMd ve EMd numunelerinin minimum antioksidant aktivite aralıkları düşük konsantrasyonlarda çalışıldığı için tespit edilememiştir.

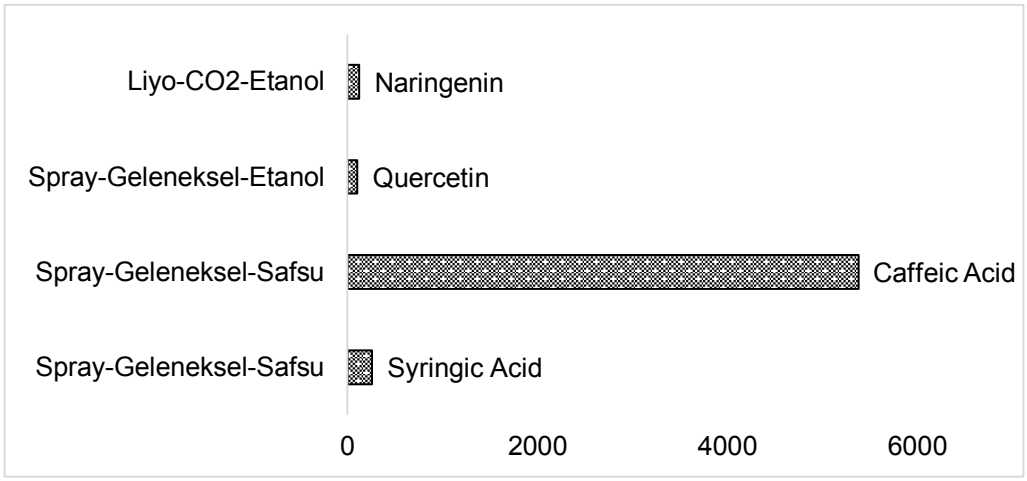
4.11. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin Kimyasal Kompozisyon Analiz Sonuçları

Çizelge 4.41. *Lemon verbena* ekstrelerinin püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozlarının LC-MS sonuçları

Ekstraksiyon yöntemi	Çözücü Türü	Catechinhyrate	Syringicacid	Gallicacid	Caffeic Acid	Salisilikasid	Quercetin	Naringenin	Luteolin
CO_2	Etanol	----	----	23.06	12.58	----	----	70.24	25.95
	Hegzan	----	----	18.89	----	57	----	----	----
Geleneksel	Safsu	21.59	259.48	----	5381.7	71.39	----	----	41.98
	Etanol	5.49	----	17.6	34.14	----	104.88	91.87	30.07
	Hegzan	----	----	17.78	----	----	----	----	----
Mikrodalga	Safsu	23.62	258.56	----	4026.52	69.93	----	----	44.71
	Etanol	6.93	----	19.3	32.71	----	100.23	89.14	27.81
	Hegzan	----	----	15.57	19.47	----	8.96	----	----
Maserasyon	Safsu	21.96	209.71	13.96	19.52	70.94	----	----	----
	Etanol	----	----	16.47	18.12	----	----	89.14	26.36
	Hegzan	----	----	15.44	----	----	----	----	----

Çizelge 4.42. *Lemon verbena* ekstrelerinin dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozlarının LC-MS sonuçları

Ekstraksiyon Yöntemi	Çözücü Türü	Catechinhyrate	Syringicacid	Gallicacid	Caffeic acid	Salisilikasid	Ellagicacid	Quercetin	Bütein	Naringenin	Luteolin
Co2	Etanol	----	33.82	68.99	55.06	-----	-----	----	-----	121.08	-----
	Hegzan	----	-----	26.43	9	-----	80.13	----	-----	----	-----
	Safsu	8.03	98.12	41.35	1654.12	58.85	-----	----	-----	----	-----
Geleneksel	Etanol	----	22.23	25.68	35.68	-----	-----	80.96	-----	80.05	-----
	Hegzan	----	-----	29.46	15.06	-----	-----	----	-----	----	-----
	Safsu	9.2	101.5	37.48	1756.59	-----	-----	----	49.97	----	27.11
Mikrodalga	Etanol	7.02	30.89	25.1	32.54	-----	-----	66.79	-----	80.81	-----
	Hegzan	----	-----	22.6	7.84	-----	8.57	----	-----	----	-----
	Safsu	8.48	102.84	16.37	21.88	62.76	-----	----	-----	----	-----
Maserasyon	Etanol	----	-----	33.19	15.54	-----	69.4	----	48.56	85.02	-----
	Hegzan	----	-----	28.45	-----	-----	54.17	6.74	-----	----	-----



Şekil 4.11. LC-MS sonuçlarına göre *Lemon verbena* ekstrelerinin enkapsüle tozlarında en fazla bulunan maddelerin miktar diyagramı

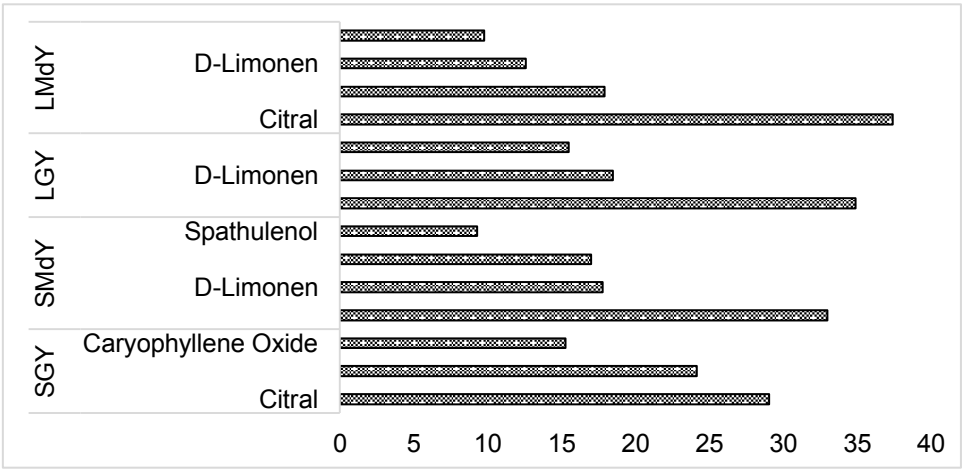
Lemon verben ekstre enkapsüllerinin kimyasal kompozisyon analizi için LC-MS sonucu belirlenen maddeler Çizelge 4.41. ve Çizelge 4.42.'da verilmiştir. Buna göre tanımlanan maddeler arasında miktarı en fazla olan maddeler Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Şekil 4.11'de görüldüğü gibi en fazla miktarda olan madde püskürtmeli kurutma ile elde edilen safsu ekstresinde caffeic acid maddesidir. Onu takip eden madde ise aynı numuneden elde edilen syringic acid maddesidir. Ayrıca püskürtmeli kurutma etanol ekstresinde Quercetin ve liyofilizasyon süperkritrik etanol ekstresinde ise naringenin maddeleri miktarı yüksek maddeler arasında tespit edimiştir.

Çizelge 4.43. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* geleneksel ve mikrodalga uçucu yağ enkapsüllerinin kimyasal bileşenleri

	Geleneksel Uçucu Yağ Enkapsülleri			Mikrodalga Uçucu Yağ Enkapsülleri		
Pik Nu.	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**
1	2	Methyl cyclopentane	0.05	2	Methyl cyclopentane	1.97
2	9.56	D-limonene	0.13	6.91	Tetradecanol	0.8
3	14.41	Myristil alkl	0.27	9.57	D-Limonene	17.78
4				14.4	1-Hexadecanol. 2-methyl-	0.7
5	14.9	Octanal 2.4-dınıtrophenylhydrazone	0.98	23.16	1.3.5-Triazine-2.4-diamine. 6-chloro-N-ethyl-	0.74
6	24.79	2.5-Octadecadiynoic acid. methyl ester	1.08	23.5	Linalool	1.03
7	25.42	Cholestan-3-ol. 2-methylene-. (3á.5à)-	0.63	24.79	Cryophyllene	1.53
8	**28.24**	**Citral**	**34.9**	**28.24**	**Citral**	**32.98**
9						
10	31.28	Geranyl acetate	3.87	31.28	Geranyl acetate	4.21
11	31.65	2.5-Octadecadiynoic acid. methyl ester	4.24	31.66	Curcumene	2.45
12	38.45	Caryophyllene oxide	15.47	38.17	Caryophyllene oxide	17
13	40.3	13-Heptadecyn-1-ol	0.52			
14	41.13	Farnesol	1.13	41.13	Farnesol	1.19
15	43.26	Spathulenol	9.58	43.27	Spathulenol	9.31
16	44.75	Torreyol	3.89	44.76	Aromadendrene	4.17
17	46.15	Benzoic acid. 4-methyl-. [4-(methoxycarbonyl)phenyl]methyl ester	0.76	46.16	Tridecane. 2-methyl-2-phenyl-	0.76
18				46.42	2.5-Octadecadiynoic acid. methyl ester	3.19

Çizelge 4.44. Dondurarak kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* geleneksel ve mikrodalga uçucu yağ enkapsüllerinin kimyasal bileşenleri

	Geleneksel Uçucu Yağ Enkapsülleri			Mikrodalga Uçucu Yağ Enkapsülleri		
Pik Nu.	**Alıkonma zamanı(dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**	**Alıkonma zamanı(dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**
1	2	Methyl cyclopentane	3.01	2	Methyl Cyclopentane	3.61
2	9.56	D-limonene	18.5	5.17	1.2-Benzenedicarboxylic Acid. Dinonyl Ester	0.38
3	14.41	Myristil alkl	0.97	9.56	D-Limonene	12.6
4				9.84	Octadecane. 6-Methyl-	0.58
5	14.9	Octanal 2.4-dınıtrophenylhydrazone	0.98	11.63	Octadecane. 1-Chloro-	0.49
6	24.79	2.5-Octadecadiynoic acid. methyl ester	1.08	17.59	Octadecane. 1-Chloro-	1.04
7	25.42	Cholestan-3-ol. 2-methylene-. (3á.5à)-	0.63	24.78	2.5-Octadecadiynoic Acid. Methyl Ester	1.18
8	**28.24**	**Citral**	**34.9**	25.42	Hept-6-Ynyl Malonıc Acıd	0.61
9				**28.23**	**Citral**	**37.4**
10	31.28	Geranyl acetate	3.87			
11	31.65	2.5-Octadecadiynoic acid. methyl ester	4.24	31.27	Geranyl Acetate	3.23
12	38.45	Caryophyllene oxide	15.47	31.65	Benzene. 1-(1.5-Dımethyl-4-Hexenyl)-4-Methyl	1.73
13	40.3	13-Heptadecyn-1-ol	0.52			
14	41.13	Farnesol	1.13			
15	43.26	Spathulenol	9.58			
16	44.75	Torreyol	3.89			
17	46.15	Benzoic acid. 4-methyl-. [4-(methoxycarbonyl)phenyl]methyl ester	0.76			



Şekil 4.12. *Lemon verbena* uçucu yağı enkapsüllerinin GC-MS sonuçlarında miktarı en fazla olan bileşikler

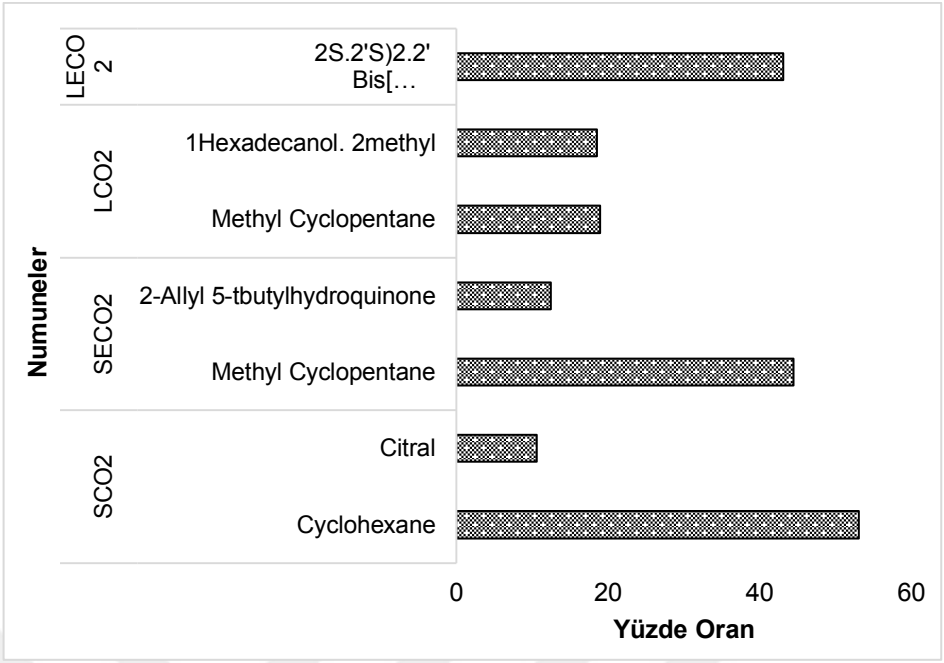
Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen *Lemon verbena* uçucu yağı enkapsüllerinin GC-MS ile kimyasal kompozisyonları tespit edilmiştir. Analiz sonucunda elde edilen veriler Çizelge 4.43., Çizelge 4.44.'de verilmiştir. Bu sonuçlara göre mikrodalga ve geleneksel yöntemleri ile elde edilen uçucu yağların püskürterek ve dondurarak kurutlması sonucu elde edilen tozların tümünde Citral bileşeni en fazla yüzdeliğe sahip bileşendir. LMdY numnesinde %37.4 ile Citral onu takip eden maddeler ise % 17.9, %12.6 ve %9.77 oaranına sahip sırası ile Caryophllene oxide, D-Limonen, Spathulenol bileşenleridir. LGY numunesinde. %34.9 Citral olup onu takip eden maddeler ise. %18.5, %15.47 oranları ile D-Limonen ve Caryophyllene bileşenleridir. SMdY numunesinde %32.98 ile Citral onu takip eden maddeler ise %17.78, %17, %9.31 oranına sahip sırası ile D-Limonen, Caryophllene ve Spathulenol maddeleidir. Ayrıca tanımlanan maddeler arasında miktarı en fazla olan maddeler Şekil 4.12.'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.45. *Lemon verbena* süperkritik CO_2 hegzan ve etanol spray tozlarının kimyasal bileşenleri

	CO_2 Hegzan Enkapsülleri			CO_2 Etanol Enkapsülleri		
Pik Nu.	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**
1	**2.09**	**Cyclohexane**	**53.13**	**2**	**Methyl Cyclopentane**	**75**
2	5.16	Benzeneacetic Acid. 2-tridecyl Ester	0.98	3.54	1.3-Dioxolane.2-phenyl	1.1
3	9.83	Dodecane	4.63	5.17	1.2-Benzene dicarboxylic acid-Dinonyl Ester	1.8
4	11.48	2.2.3.3.4.4-Hexadeutero Octadecanal	1.65			
5	17.58	Pentadecane	2.77	9.85	Dodecane	4.51
6	20	Aspartame	0.76	11.49	2.2.3.3.4.4-Hexadeutero Octadecanal	3.41
7	25.55	Hexadecane	1.5			
9				17.6	Octadecane. 6-methyl	8.27
10				18.57	L-serine-O-(Phenylmethyl)	2.21
11	28.23	Citral	10.64	19.3	1.3.5-Triazine 2.4-diamine. 6-chloronethyl(	1.81
13	31.27	Bergamiol	0.93	19.89	Aspartame	0.84
14	31.65	2.5-octadecadiynoic Acid. Methyl Ester	4.38			
15	38.45	Caryophyllene Oxide	3.67	21.64	Thiosulfuric Acid ($H_2S_2O_3$). S-(2aminoethyl)	0.93
16				25.56	Octadecane. 1-chloro	4.64
17	46.17	3.5-heptadienal. 2ethylidene6methyl(	1.27			
18	49.39	Phenol. Bis-(1.1dimethylethyl)	4.1			
20	65.05	2s.2's)2.2' Bis[1.4.7.10.13pentaoxa Cyclopentadecane]	8.66	49.38	2-Allyl 5-tbutylhydroquinone	12.48

Çizelge 4.46. *Lemon verbena* süperkritik CO_2 hegzan ve etanol liyofilizasyon tozlarının kimyasal bileşenleri

	CO_2 Hegzan Enkapsülleri			**CO_2 Etanol Enkapsülleri**		
Pik Nu.	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**	**Alıkonma zamanı (dk)**	**Kimyasal İsimler**	**Yüzde Oran (%)**
1	**2**	**Cyclopentane methyl**	**18.99**	9.83	Dodecane	5.36
2	2.93	1-Nonanol	3.35	11.48	2.2.3.3.4.4 Hexadeutero Octadecanal	0.74
3	4.47	Dodecane	4.58			
4	5.17	2.2.3.3.4.4-Hexadeutero Octadecanal	1.26			
5				19.62	9.12.15-Octadecatrienoic Acid-2[(Trimethylsilyl)Oxy] 1[[(Trimethylsi Lyl)Oxy]Methyl] Etiyl Ester	27.57
6	6.57	1.2-Benzenedicarboxylic acid dinonyl ester	0.82	11.49	2.2.3.3.4.4-Hexadeutero Octadecanal	3.41
7	6.91	1-Tetradecanol	11	25.55	Octadecane-6-methyl	1.11
9	14.41	1-Hexadecanol- 2-methyl	18.6	28.96	Benzoic Acid 2.4bis[(Trimethylsilyl)Oxy] . Trimethylsilyl Ester	19.61
10	21.65	Octadecane-6-methyl	1.59	35.16	1.1.3.3.5.5.7.7.9.9 .11.11.13.13tetra Decamethylhepta sıloxane	7.14
11				43.27	2.5-Octadecadiynoic Acid. Methyl Ester	1.82
13	23.16	1.3.5-Triazine 2.4-diamine. 6chloroNethyl	10.94	49.39	3Z3' Sgamma. Irone	2.45
14	30.14	Octanal-2.4-Dinitrophenylhydrazone	3.71			
15				50.71	Methyl Linolelaidate	1.1
16	38.45	Methyl linolelaidate	7.28			
17				57.85	1.3.5-Triazine 2.4-Diamine. 6-chloronethyl(	9.68
18	65.03	2S.2'S)2.2' Bis[1.4.7.10.13-pentaoxa cyclopentadecane]	15.36	**65.03**	**2S.2'S)2.2' Bis[1.4.7.10.13-pentaoxa Cyclopentadeca]**	**43.12**



Şekil 4.13. *Lemon verbena* süperkritik etanol ve hegzan enkapsüllerinin GC-MS analizinde en fazla yüzdeliğe sahip bileşenleri

Lemon verbena uçucu yağları ve süperkritik CO_2 etanol ve hegzan enkapsüle tozlarının GC-MS cihazı ile kimyasal kompozisyon analizleri yapıldı. Çizelge 4.45.,. ve Çizelge 4.46.'de GC-MS analizi sonucu kimyasal bileşenleri verilmiştir. Ayrıca yüzde oran olarak enkapsüllerde en fazla tespit edilen maddeler Şekil 4.13.'da gösterilmiştir.

4.12. *Lemon verbena* Ekstre ve Uçucu Yağı Enkapsüllerinin Duyusal Analiz Sonuçları

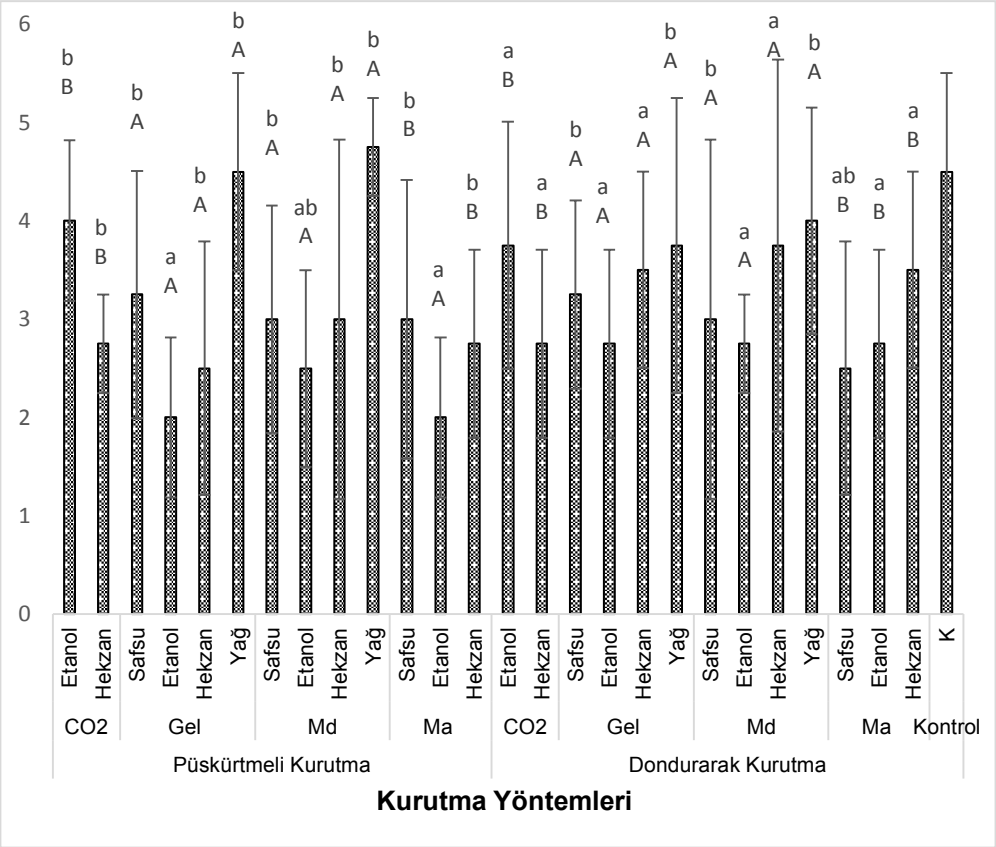
Lemon verbena ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin referans ile yapılan duyusal analizi yapılmıştır. Duyusal analiz için koku, tat-aroma, acılık, gecikmiş tat ve genel beğeni sorularına verilen yanıtlar, kaplama materyallerinin tadım analizlerine etkisi açısından değerlendirilmiştir. Duyusal analiz verileri Çizelge 4.47.'de verilmiştir.

Çizelge 4.47. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüle tozlarının duyusal analiz sonuçları

Duyusal Özellik	Kurutma Yöntemi	Çözücü	Süperkritik Co_2	Geleneksel	Mikrodalga	Maserasyon
Koku	Püskürtmeli Kurutma	Safsu		3.25 ± 1.25^{bA}	3 ± 1.15^{bA}	3 ± 1.41^{bB}
		Etanol	4 ± 0.81^{bB}	2 ± 0.81^{aA}	2.5 ± 1^{abA}	2 ± 0.81^{aA}
		Hekzan	2.75 ± 0.5^{bB}	2.5 ± 1.29^{bA}	3 ± 1.8^{bA}	2.75 ± 0.95^{bB}
		Yağ		4.5 ± 1^{bA}	4.75 ± 0.5^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Safsu		3.25 ± 0.95^{bA}	3 ± 1.82^{bA}	2.5 ± 1.29^{abB}
		Etanol	3.75 ± 1.25^{aB}	2.75 ± 0.95^{aA}	2.75 ± 0.5^{aA}	2.75 ± 0.95^{aB}
		Hekzan	2.75 ± 0.95^{aB}	3.5 ± 1^{aA}	3.75 ± 1.89^{aA}	3.5 ± 1^{aB}
		Yağ		3.75 ± 1.5^{bA}	4 ± 1.15^{bA}	
		Kontrol	4.5 ± 0.57			
Tat-Aroma	Püskürtmeli Kurutma	Safsu		3.25 ± 0.5^{bAB}	2.75 ± 0.95^{bA}	3.75 ± 0.25^{bB}
		Etanol	3.75 ± 1.25^{aC}	2 ± 0.81^{aA}	2.25 ± 0.95^{aA}	2.25 ± 0.5^{aB}
		Hekzan	2.5 ± 0.57^{aBC}	3.25 ± 0.95^{aAB}	3.25 ± 0.95^{aA}	2.5 ± 1^{aB}
		Yağ		4.5 ± 0.5^{bB}	4.25 ± 0.5^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Safsu		3.25 ± 0.5^{bAB}	4 ± 1.41^{bA}	3 ± 0.81^{bB}
		Etanol	3.5 ± 1^{aBC}	1.75 ± 0.95^{aA}	3.5 ± 1.73^{aA}	2.75 ± 1.25^{aB}
		Hekzan	2 ± 1.15^{aB}	3.25 ± 0.95^{aAB}	2.75 ± 1.7^{aA}	3 ± 0.81^{aB}
		Yağ		4.25 ± 1.5^{bB}	4.5 ± 1^{bA}	
		Kontrol	4.75 ± 0.5			
Acılık	Püskürtmeli Kurutma	Safsu		2.5 ± 1^{bA}	2.5 ± 1^{bA}	2.75 ± 1.25^{bB}
		Etanol	3.75 ± 1.89^{aB}	3 ± 1.41^{aA}	3 ± 1.41^{aA}	2.75 ± 1.73^{aAB}
		Hekzan	2.75 ± 0.5^{aB}	3.5 ± 1.29^{aA}	3.25 ± 0.95^{aA}	2 ± 0.81^{aAB}
		Yağ		3.75 ± 0.5^{bA}	3.75 ± 0.5^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Safsu		3.75 ± 1.5^{bA}	4 ± 2^{bA}	4 ± 1.15^{bB}
		Etanol	3 ± 0.81^{aB}	2.5 ± 129^{aA}	2.7 ± 0.95^{aA}	3 ± 1.63^{aB}
		Hekzan	2 ± 0.81^{aB}	4 ± 1.41^{aA}	3.5 ± 1^{aA}	3 ± 0.81^{aB}
		Yağ		4.75 ± 0.5^{bA}	4.25 ± 0.95^{bA}	
		Kontrol	1.5 ± 0.5			
Gecikmiş Tat	Püskürtmeli Kurutma	Safsu		3 ± 0.81^{bA}	2.5 ± 0.57^{bA}	3 ± 0.81^{bB}
		Etanol	3.5 ± 1.29^{aB}	3 ± 0.81^{Aa}	2.25 ± 0.5^{aA}	2.5 ± 0.57^{aB}
		Hekzan	3.5 ± 0.57^{aB}	2.75 ± 1.15^{Aa}	3 ± 1.15^{aA}	2.25 ± 0.95^{aB}
		Yağ		4.25 ± 0.95^{bA}	4 ± 0.81^{bA}	
	Dondurarak Kurutma	Safsu		3 ± 0.81^{bA}	3.25 ± 1.70^{bA}	2.75 ± 0.5^{bB}
		Etanol	3.25 ± 1.25^{aB}	2.75 ± 1.70^{aA}	3.25 ± 1.25^{aA}	3 ± 1.15^{aB}
		Hekzan	3 ± 0.81^{aB}	3 ± 1.41^{Aa}	3 ± 1.41^{aA}	2.75 ± 0.5^{aB}
		Yağ		4 ± 1.41^{bA}	4 ± 1.41^{bA}	
		Kontrol	4.5 ± 1			
Genel Beğeni	Püskürtmeli Kurutma	Safsu		3 ± 0.81^{bBC}	2.5 ± 0.95^{bB}	3.5 ± 0.57^{bB}
		Etanol	3.25 ± 0.95^{aB}	1.75 ± 0.95^{aAB}	2.25 ± 0.5^{aAB}	2 ± 0.81^{aB}
		Hekzan	3.75 ± 1.5^{aB}	3 ± 1.41^{aBC}	3.75 ± 0.95^{aB}	2 ± 1.15^{aB}
		Yağ		4.5 ± 1^{bC}	4 ± 0.81^{bB}	
	Dondurarak Kurutma	Safsu		3.5 ± 1^{bBC}	4 ± 1.41^{bB}	3 ± 081^{bB}
		Etanol	2 ± 0.81^{aB}	2.5 ± 0.57^{aBC}	3.25 ± 0.95^{aB}	3.25 ± 095^{aB}
		Hekzan	3.75 ± 1.25^{aB}	3.25 ± 0.95^{aBC}	3.25 ± 1.70^{aB}	3 ± 0.81^{aB}
		Yağ		4.25 ± 1.5^{bBC}	4.25 ± 1.5^{bB}	
		Kontrol	4.75 ± 0.5			

5:Çok iyi 4: İyi 3:Orta 2:İyi değil 1:Kötü

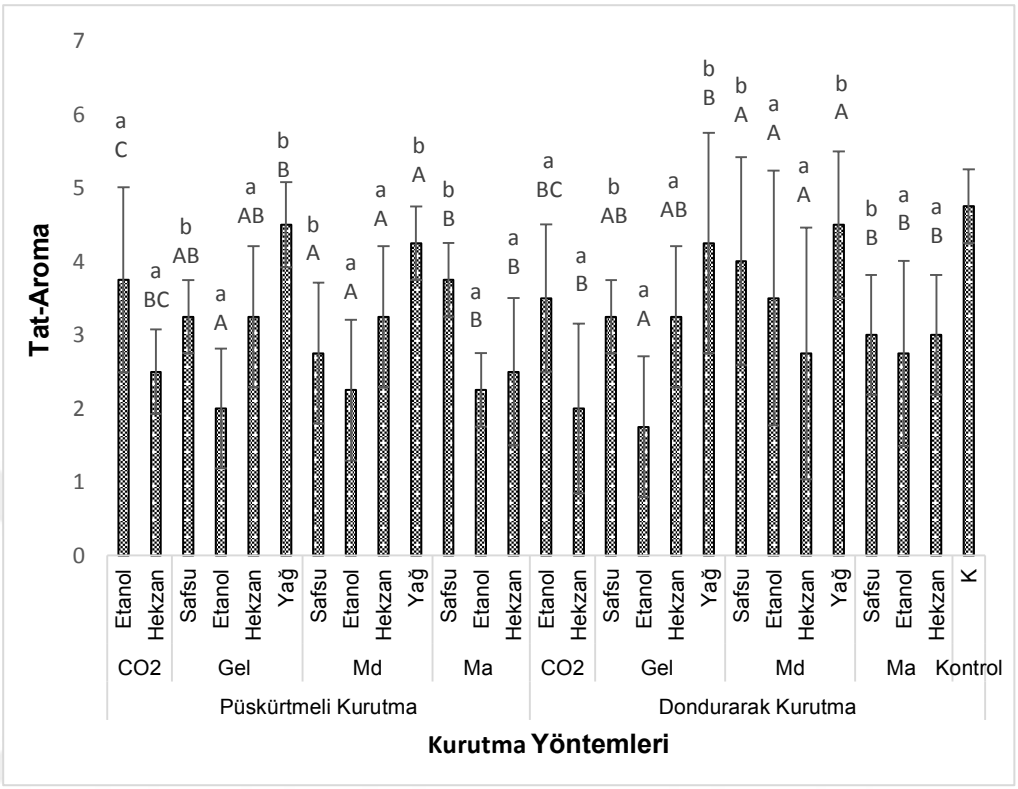
Tukey testine göre aynı satırdaki farklı küçük harfler ilgili değerlerin ekstraksiyon yöntemlerinin istatistiksel olarak farklı olduğunu göstermektedir ($p<0.05$)
Tukey testine aynı sütundaki farklı büyük harfler ilgili değerlerin numune ve kurutma yöntemleri arasındaki istatistiksel farklılıkları göstermektedir ($p<0.05$)



Şekil 4.14. *Lemon verbena* enkapsüllerini koku özeliğinin duyusal analiz sonuçlarını değişim grafiği

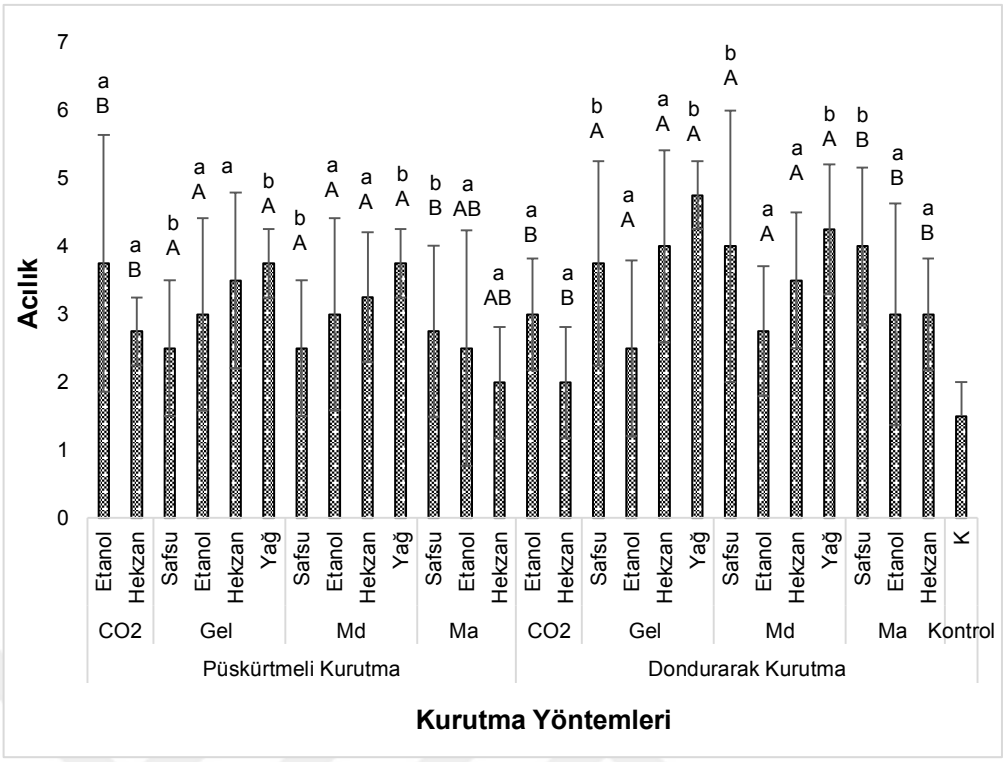
Duyusal analiz parametrelerinden koku, *Lemon verbena* ekstreleri ve uçucu yağının enkapsüle tozlarında önemli bir duyusal değerlendirme kriteridir. *Lemon verbena* ekstreleri ve uçucu yağının enkapsüle tozlarında yapılan koku duyusal özellik analiz sonuçları Çizelge 4.47. ve Şekil 4.14.'da verilmiştir. Kontrol 4.5 puan ile iyi düzeyde özellik göstermiş ve 4.75 puan ile kontrolden yüksek puan alan püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga uçucu yağı enkapsüllerinin iyi düzeyin üstünde özellik gösterdiği tespit edilmiştir. Endüşük koku özelliği ise 2 puan alarak iyi olmayan düzeyde özellik gösteren püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon etanol ekstresinde gözlemlenmiştir. Genel olarak incelendiğinde koku özelliğinin orta düzeyde olduğu tespit edilmiştir. Değerler istatistiksel olarak değerlendirildiğinde

ekstraksiyon metodları ve kurutma yöntemleri arasında önemli farklılıklar bulunmamıştır ($p<0.05$).



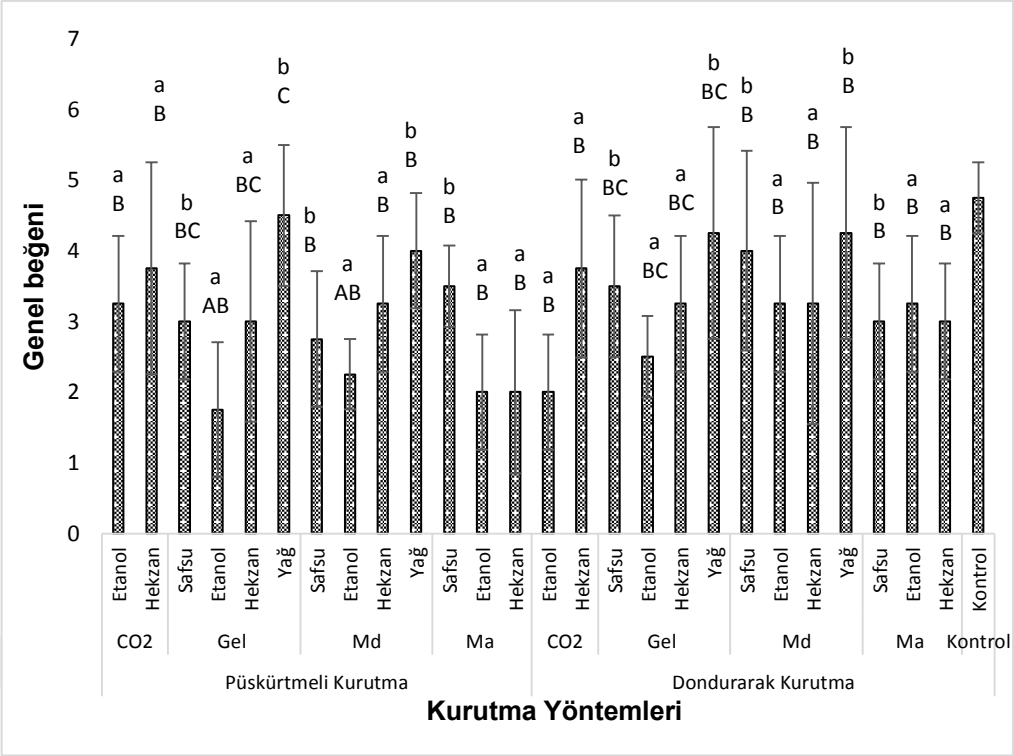
Şekil 4.15. *Lemon verbena* enkapsüllerinin tat-aroma özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

Duyusal analizlerde incelenen bir diğer kriter tat ve aroma özelliğidir. *Lemon verbena* ekstreleri ve uçucu yağının enkapsüle tozlarında yapılan tat ve aroma duyusal özellik sonuçları Çizelge 4.47. ve Şekil 4.15.'de verilmiştir. Tat aroma analizinde 4.5 puan ile iyi düzeyin üzerinde not alan kontrol numunesini püskürtmeli kurutma ile elde edilen geleneksel uçucu yağ enkapsülleri ve dondurarak elde edilen mikrodalga uçucu yağ enkapsülleri aynı puan alarak iyi üzeri özellik gösterdiği tespit edilmiştir. Genel olarak incelendiğinde tat ve aroma özelliğinin orta değerin üstünde olduğu tespit edilmiştir. Değerler istatistiksel olarak incelendiğinde ekstraksiyon metodları arasında genel olarak fark bulunmamıştır ($p<0.05$). Ancak kurutma metotları arasında bazıları hariç istatistiksel olarak önemli farklılıklar bulunamamıştır ($p<0.05$).



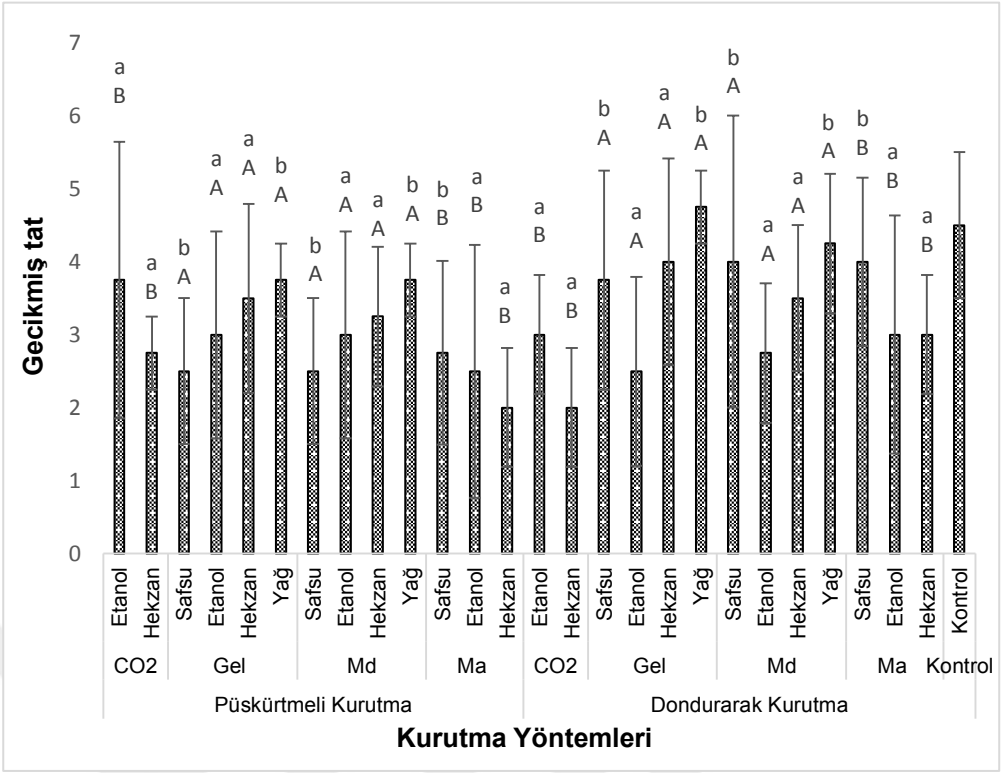
Şekil 4.16. *Lemon verbena* enkapsüllerinin acılık özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

Lemon verbena bitkisinde duyusal özellik olarak acılık istenilen bir kriter değildir. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının enkapsüle tozlarında yapılan acılık duyusal özellik sonuçları Çizelge 4.47. ve Şekil 4.16.'de verilmiştir. Kontrol numunenin acılık oranı en düşük düzeyde olup 1.5 puandır. Kontrolü izleyen en yakın puan ise püskürtmeli kurutucuda maserasyon hegzan ekstresinde gözlemlenirken dondurarak kurutucuda süperkritik CO_2 hegzan umunesinde tespit edilmiştir. Her iki enkapsüle toz numuneleri 2 puan ile kontrole en yakın değere sahip acılık oranına sahiptir. Genel olarak incelendiğinde acılık özellik orta değerin üzerinde olduğu saptanmıştır. Değerler istatistiksel olarak incelendiğinde ekstraksiyon metodları arasında genel olarak fark bulunmamıştır ($p<0.05$). Ancak kurutma metotları arasında bazıları hariç istatistiksel olarak önemli farklılıklar bulunamamıştır ($p<0.05$).



Şekil 4.17. *Lemon verbena* enkapsüllerinin gecikmiş tat özeliğinin duyusal analiz sonuçlarının değişim grafiği

Duyusal analizlerde gecikmiş tat istenilen ve önemli bir değerlendirme kriteridir. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının enkapsüle tozlarında yapılan gecikmiş tat özellik sonuçları Çizelge 4.47. ve Şekil 4.17.'da verilmiştir. Kpntrol numunesinin 4.5 puan ile iyi düzeyin üzerinde puan aldığı gözlemlenmiştir. Kontrol numuneye en yakın gecikmiş tat özelliği ise püskürtmeli kurutma ile elde edilen geleneksel uçucu yağ numunesinde 4.25 puan ile tespit edilmiştir. Genel olarak incelendiğinde acılık özellik orta değerin üzerinde olduğu saptanmıştır. Değerler istatistiksel olarak incelendiğinde ekstraksiyon metodları ve kurutma yöntemleri arasında genel olarak fark bulunmamıştır ($p<0.05$).



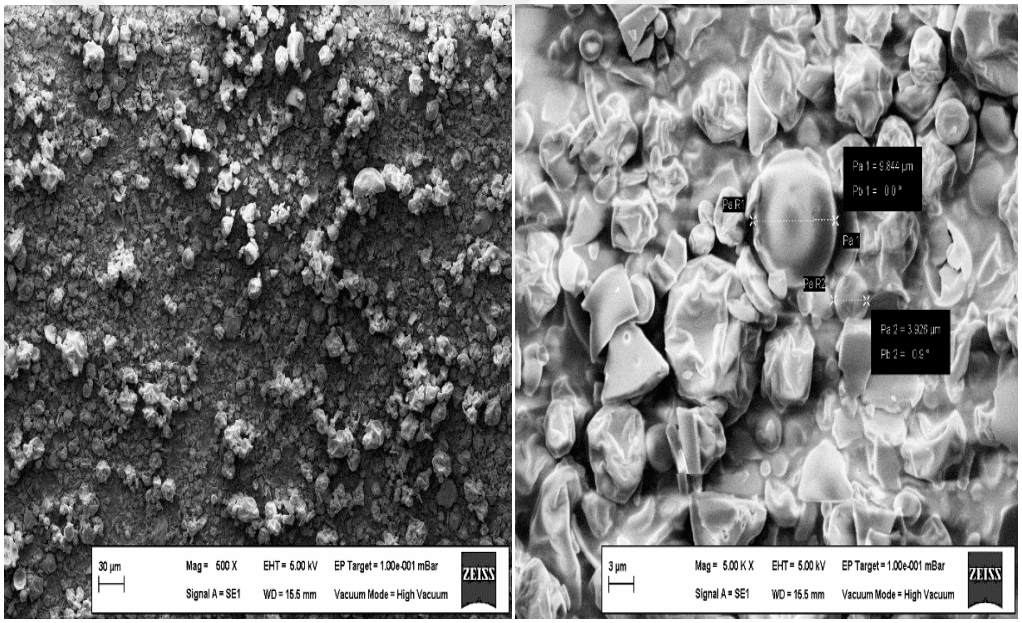
Şekil 4.18. *Lemon verbena* enkapsüllerini genel beğeni duyusal analizi grafiği

Genel beğeni kriteri duyusal analizlerde diğer kriterlerin ortalaması alınarak yapılan bir değerlendirmedir. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının enkapsüle tozlarında yapılan genel beğeni duyusal özellik sonuçları Çizelge 4.47. ve Şekil 4.18.'de verilmiştir. Kontrolün 4.75 puan ile iyi düzeyin üstünde puan alarak en yüksek beğeniyi aldığı gözlemlenmiştir. Kontrol numunesini 4.25 puan alarak iyi düzeyin üstünde en yakın genel beğeni puanı alan püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen geleneksel uçucu yağ numunesi olduğu tespit edilmiştir. Genel olarak incelendiğinde acılık özellik orta değerin üzerinde olduğu saptanmıştır. Değerler istatistiksel olarak incelendiğinde ekstraksiyon metodları arasında genel olarak fark bulunmamıştır ($p<0.05$). Ancak kurutma metotları arasında bazıları hariç istatistiksel olarak önemli farklılıklar bulunamamıştır ($p<0.05$).

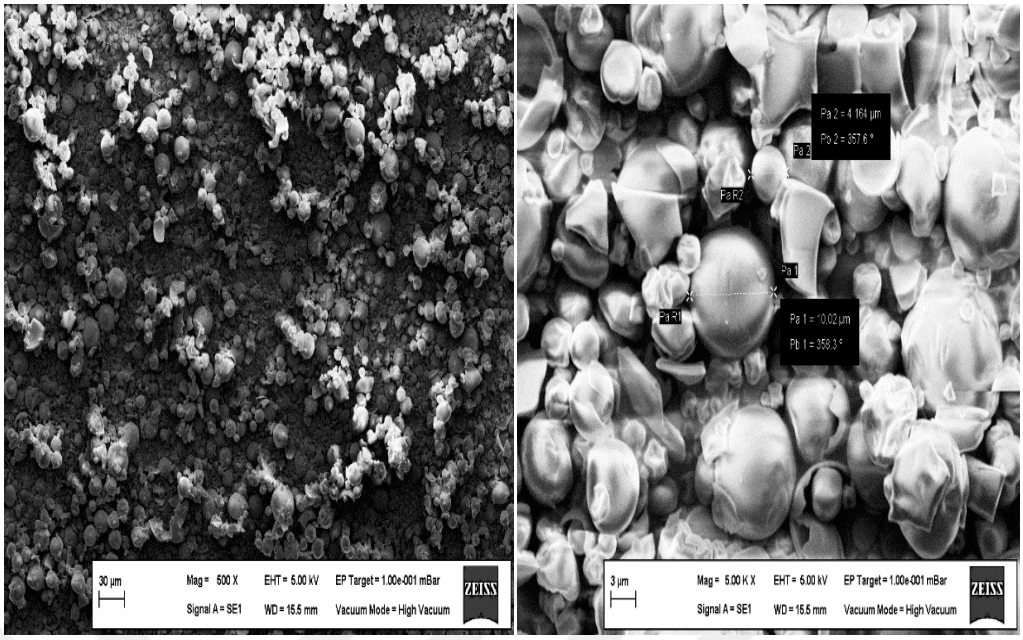
4.13. *Lemon verbena* Enkapsüllerinin SEM Analizi

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin morfolojik özelliklerinin yorumlanması için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntüler alındı. Görüntü çekimleri 500, 1000, 3000 ve 5000 kat büyütülerek çekildi. Kapsülasyonun fiziksel görünümleri bu fotoğraflara göre tespit edildi ve yorumlandı. SEM görüntülerinin 1000 ve 3000 kat yakınlaştırılmış Şekilleri ekler kısmında yer almaktadır.

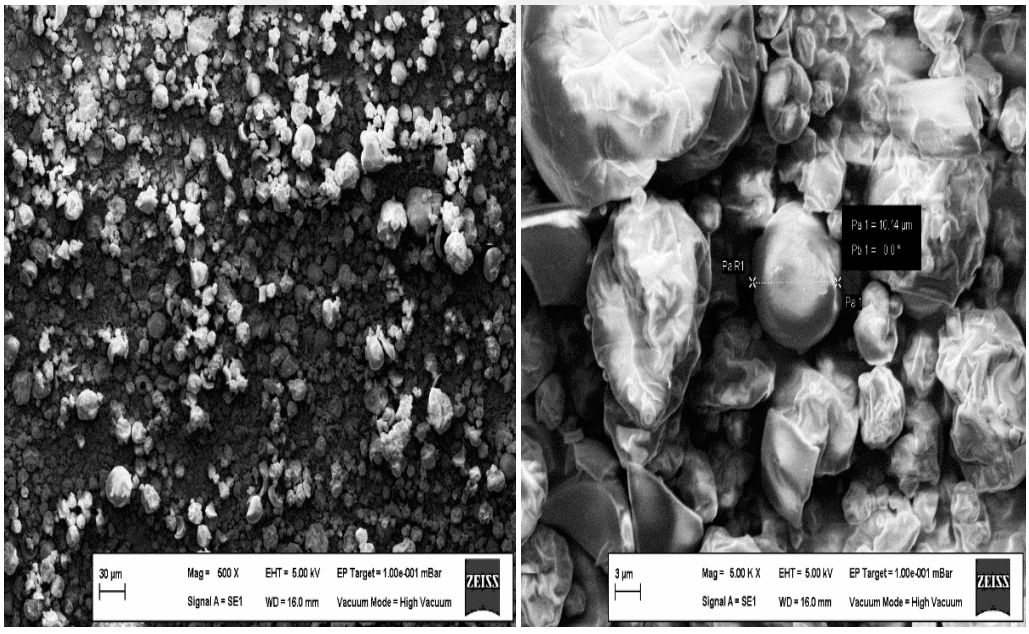
4.13.1. Püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilen tozların SEM görüntüleri



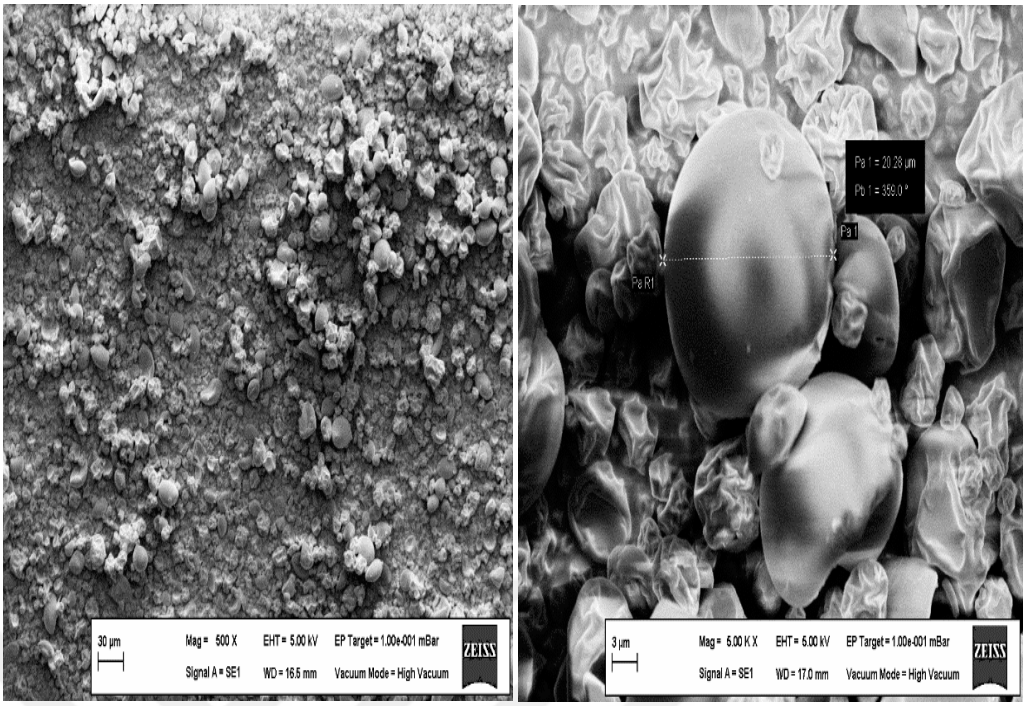
Şekil 4.19. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 etanol enkapüllerinin SEM görüntüleri



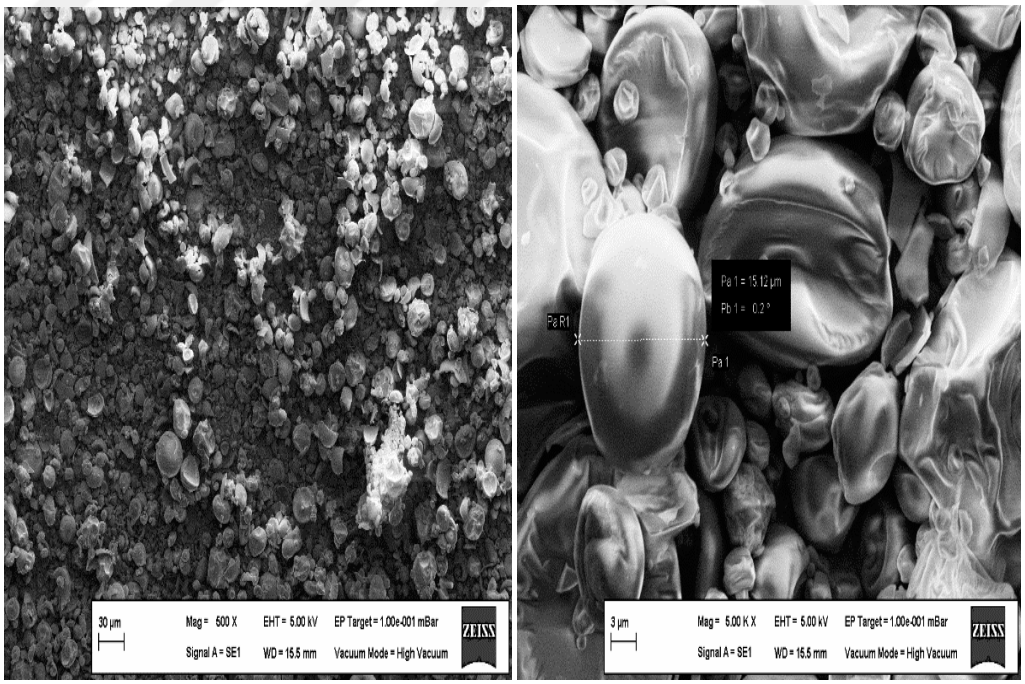
Şekil 4.20. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri



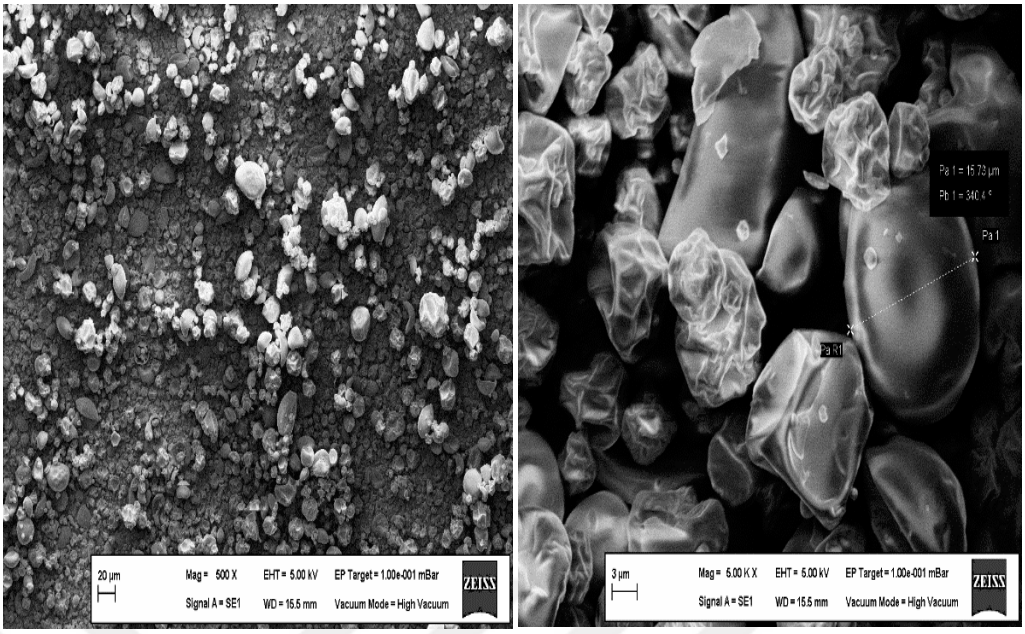
Şekil 4.21. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel safsu enkapüllerinin SEM görüntüsü



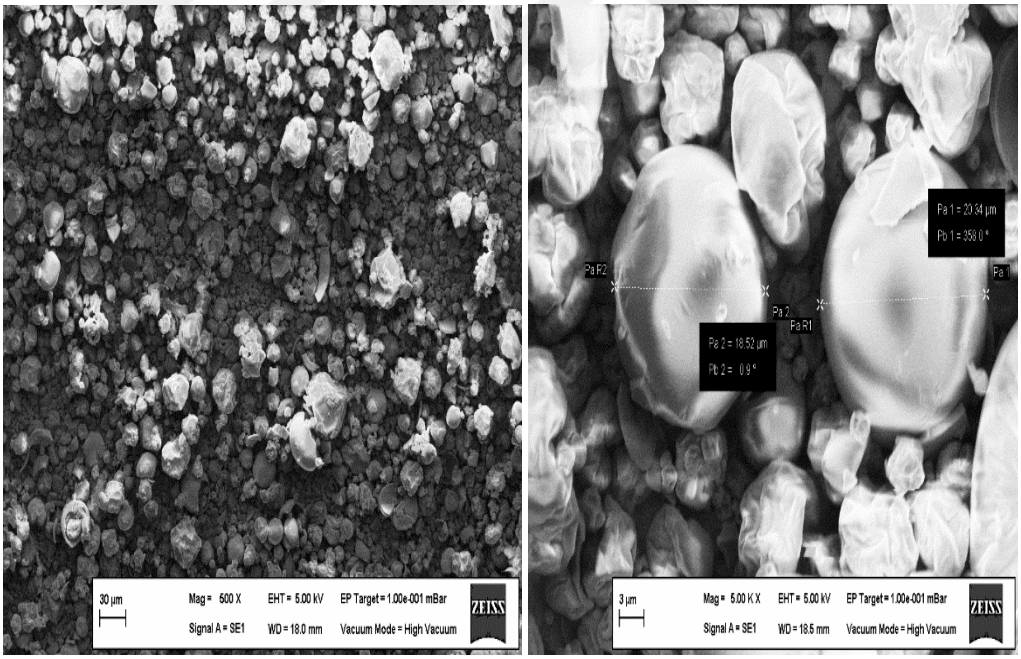
Şekil 4.22. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel etanol enkapüllerinin SEM görüntüleri



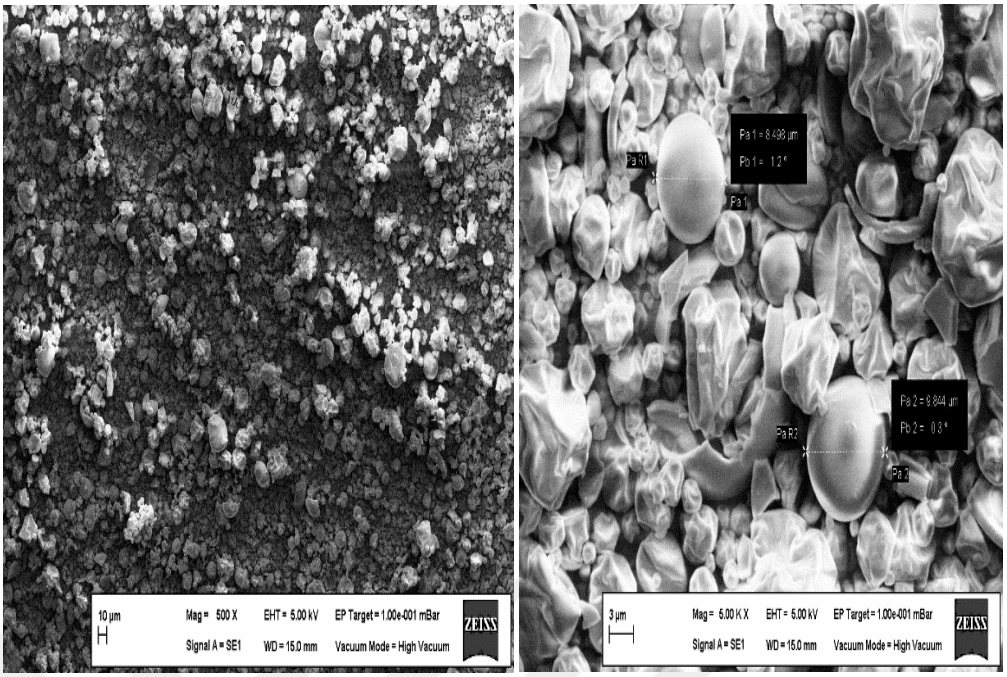
Şekil 4.23. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel Hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri



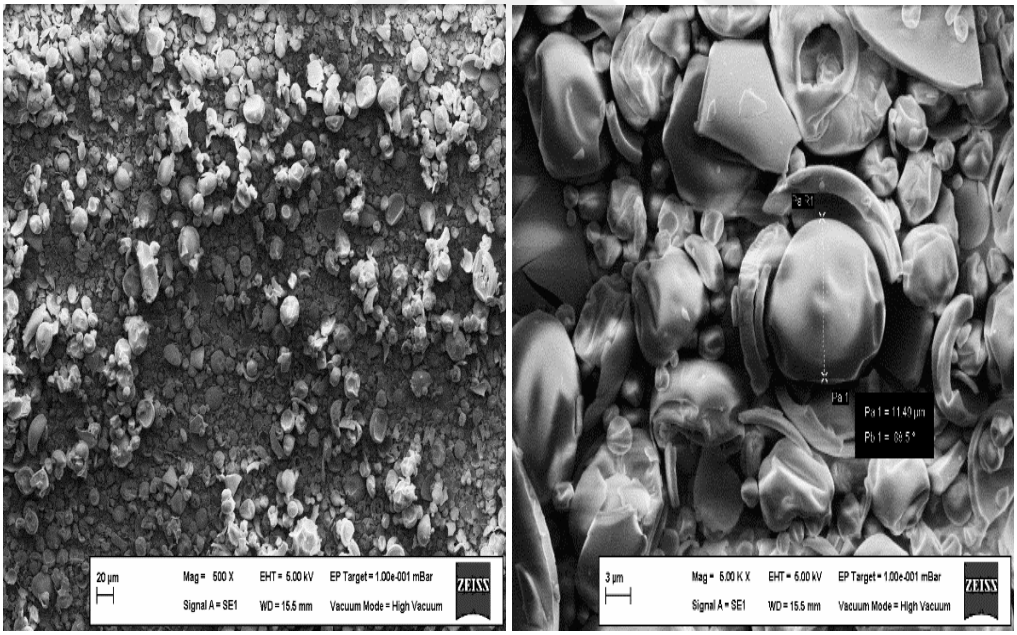
Şekil 4.24. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen Geleneksel uçucu yağ enkapüllerinin SEM görüntüleri



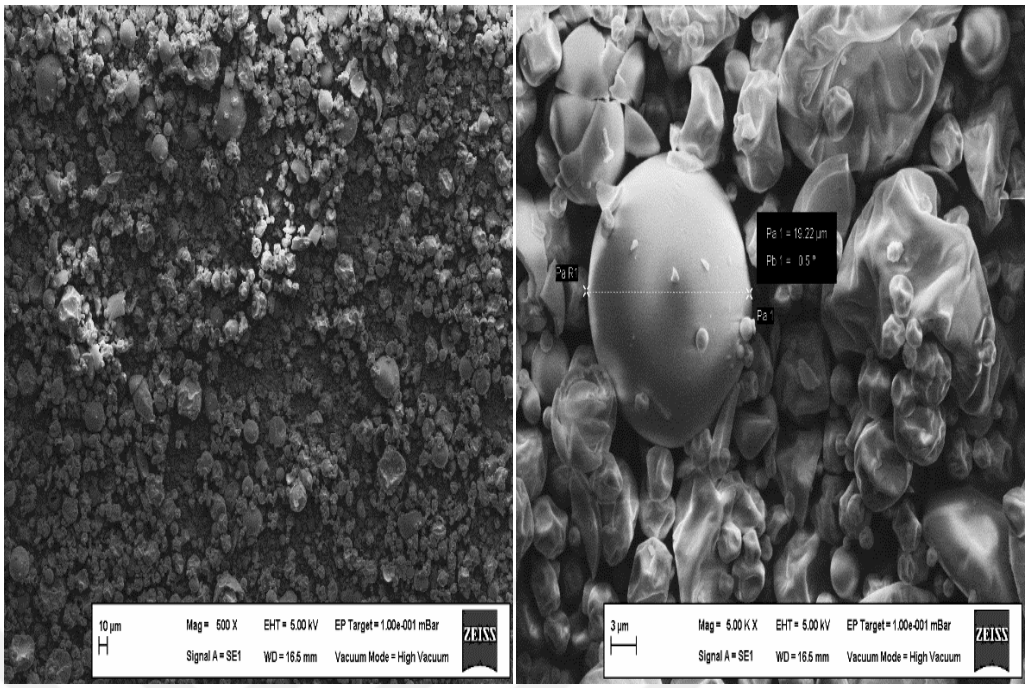
Şekil 4.25. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga safsu enkapüllerinin SEM görüntüleri



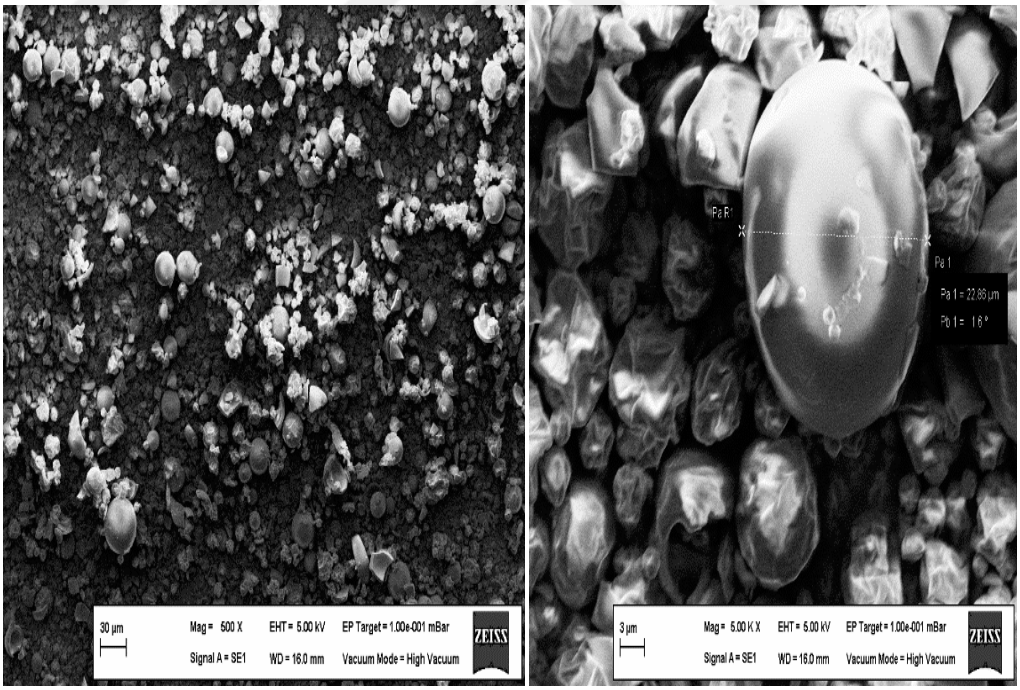
Şekil 4.26. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga etanol enkapüllerinin SEM görüntüler



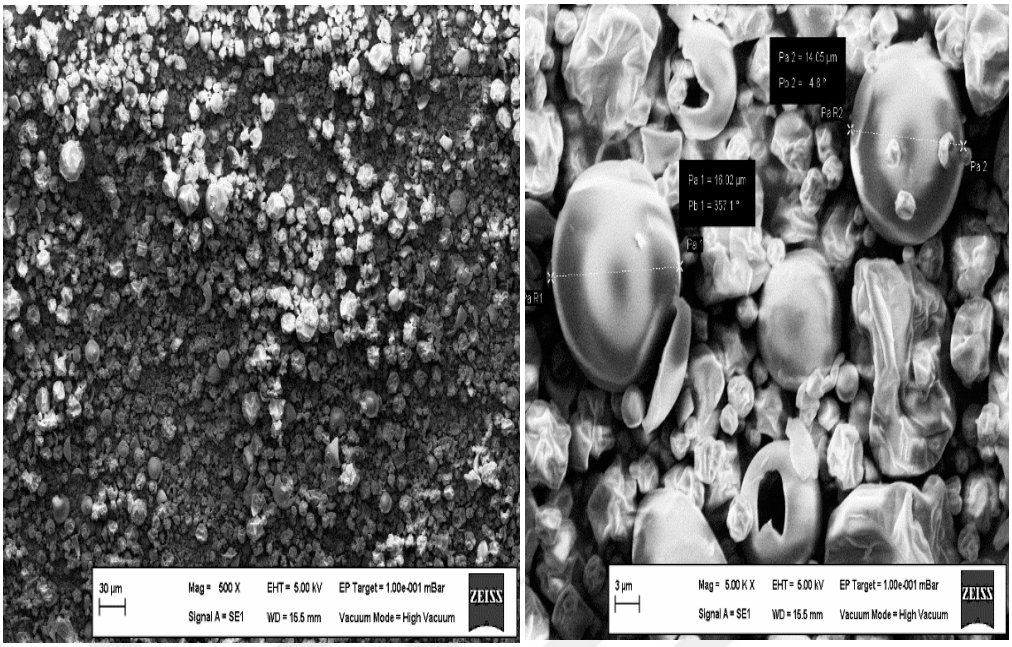
Şekil 4.27. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga Hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri



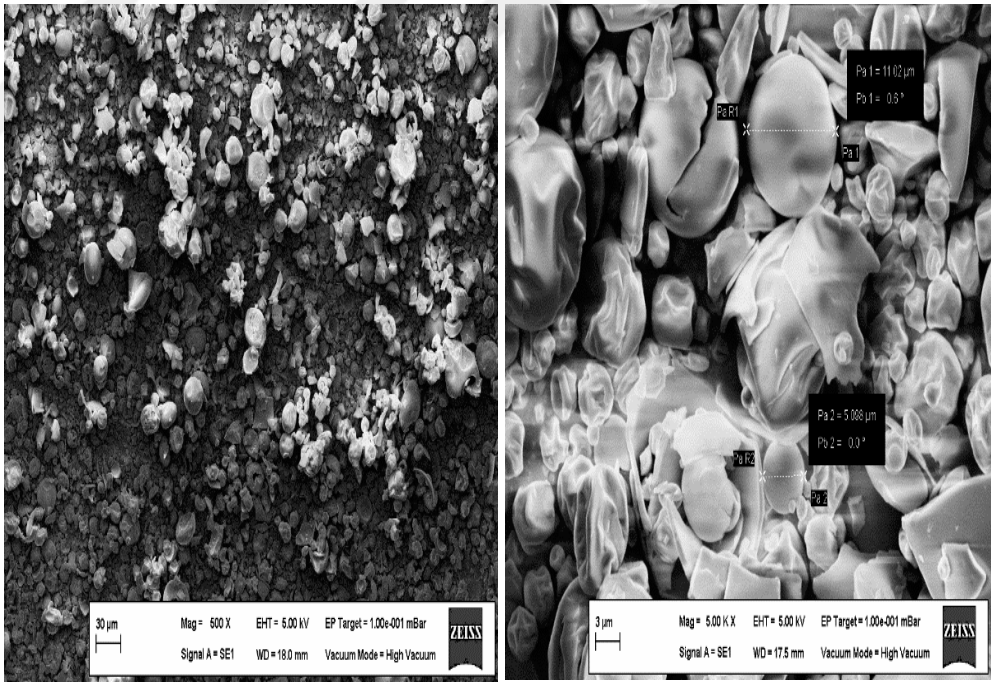
Şekil 4.28. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen mikrodalga uçucu yağ enkapüllerinin SEM görüntüleri



Şekil 4.29. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon safsu enkapüllerinin SEM görüntüleri



Şekil 4.30. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon etanol enkapüllerinin SEM görüntüleri



Şekil 4.31. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen maserasyon hekzan enkapüllerinin SEM görüntüleri

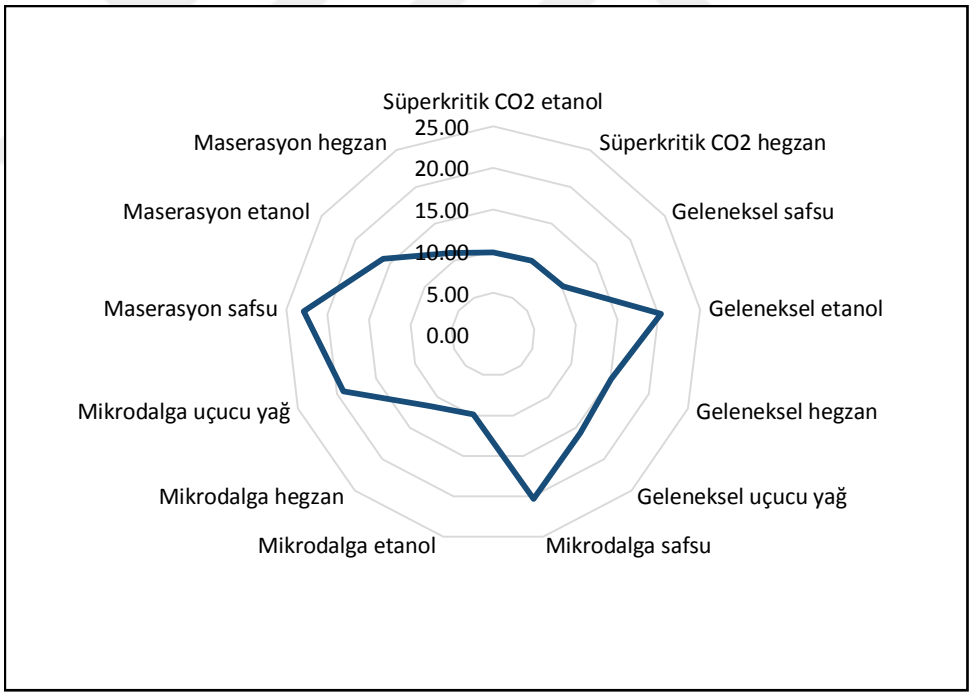
Lemon verbena bitkisinin ekstre ve uçucu yağlarının püskürtmeli kurutma ile elde edilen enkapsüllerinin 500 ve 5000 kat büyütülmüş taramalı elektron mikroskobu

görüntüleri Şekil 4.19., Şekil 4.20., Şekil 4.21., Şekil 4.22., Şekil 4.23., Şekil 4.24., Şekil 4.25., Şekil 4.26., Şekil 4.27., Şekil 4.28., Şekil 4.29., Şekil 4.30., Şekil 4.31.'de verilmiştir. 5000 kat büyütülmüş SEM görüntülerinde mikrobaloncuk formu belirlenmiştir. Görüntüler incelendiğinde enkapsüle ekstre ve uçucu yağların pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu tespit edilmiştir. Püskürtmeli kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı mikroenkapsüllerinde belirgin bir kopukluk ve çatlak olmayan mikropartiküller elde edildiği gözlemlenmiştir Bu görüntüler ile *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağının duvar materyali tarafından iyi kaplandığı sonucuna varılmıştır. Ancak 500 kat büyütülmüş görüntülerde yassı ve basık partiküller tespit edilmiştir. Bundan dolayı kapsüllemenin başarılı olduğu fakat maksimum seviyede olmadığı sonucuna varılmıştır. 5000 kat büyütülmüş görüntülerde mikrobaloncukların çapları da ölçülmüş olup Çizelge 4.48.'de verilmiştir.

Mikrobancuk çeperinde meydana gelen bir hasarın. kapsüllediği aktif bileşenlerin muhafazasını azaltacağı Porras-Saavedra ve ark. (2015) tarafından rapor edilmiştir. Bu sonuca göre ekstre ve uçucu yağı kapsülasyon işleminin aktif bileşenleri koruyucu şekilde gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Archania ve ark. (2019) *Hibiscus sabdariffa* L. (Kerkede) bitkisi ekstraktını gam arabik-maltodekstrin kaplama materyalleri ile enkapsüle etmişlerdir. Enkapsül çeperlerinin pürüzsüz olduğunu ve herhangi bir kopukluk olmadığını tespit etmişlerdir. Sonuçların benzer çıkması sebebiyle çalışmamızla paralellik göstermektedir.

Çizelge 4.48. *Lemon verbena* bitkisinin ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin çap boyutları

	Ekstraksiyon metodu	Çözcü türü	Kapsül çapı (µm)
Püskürtmeli Kurutma	Süperkritik CO_2	Etanol	9.84
		Hekzan	10.02
	Geleneksel	Safsu	10.14
		Etanol	20.28
		Hekzan	15.12
		Uçucu Yağ	15.73
	Mikrodalga	Safsu	20.34
		Etanol	9.84
		Hekzan	11.49
		Uçucu Yağ	19.22
	Maserasyon	Safsu	22.86
		Etanol	16.02
		Hekzan	11.02

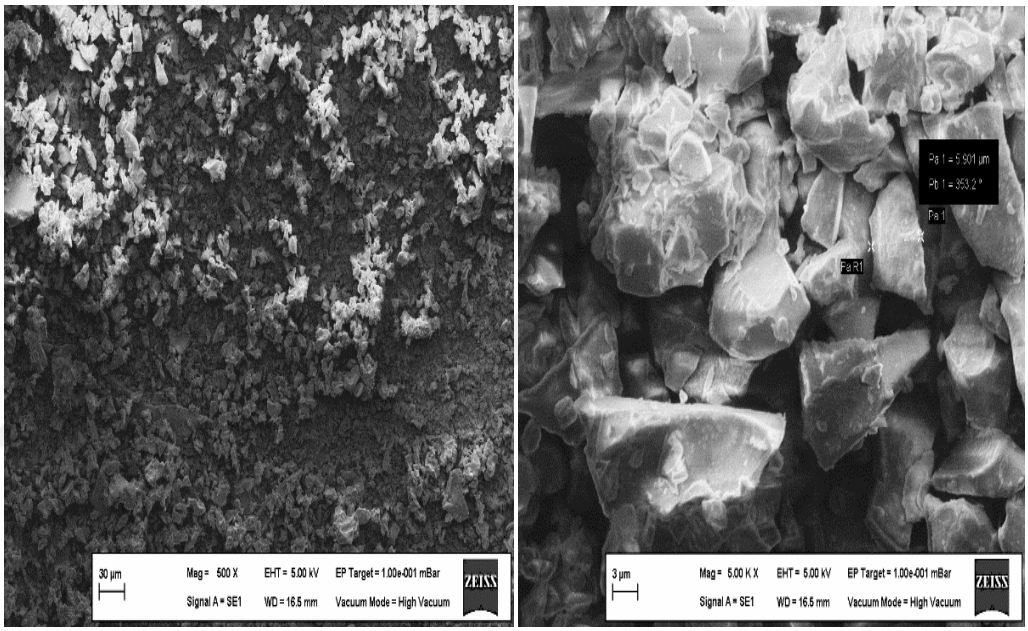


Şekil 4.32. *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin çap boyutarı grafiği

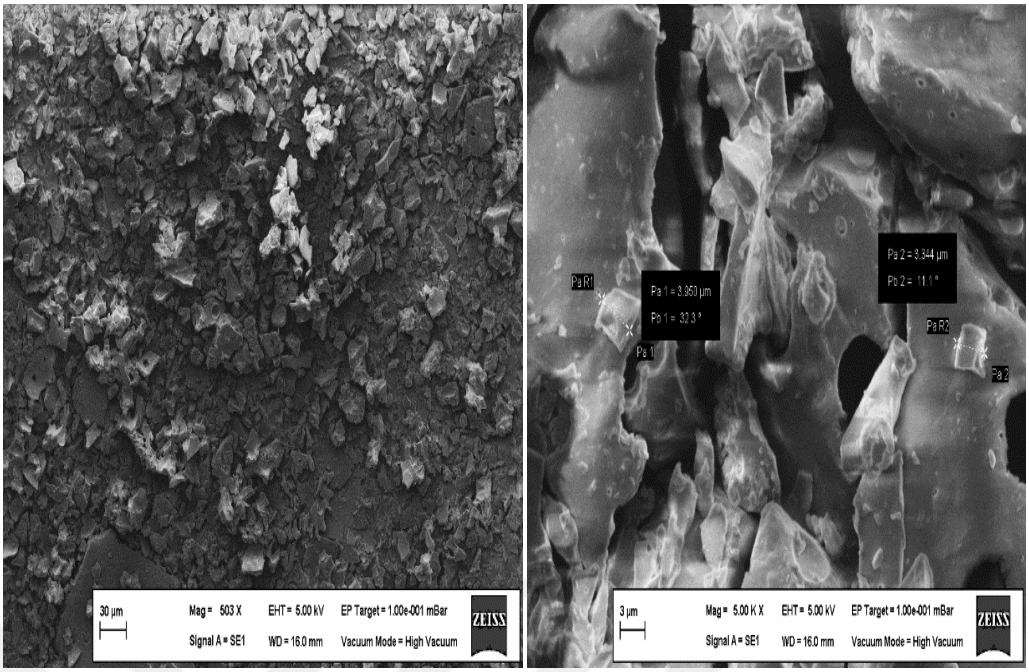
Çizelge 4.56. ve Şekil 4.32.'de *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin çap boyutları verilmiştir. Süperkritik CO_2 etanol ve hekzan enkapsüle çap boyutu sırasıyla 9.84 ve 10.02 nm dir. Geleneksel safsu, etanol, hekzan ve uçucu

yağı enkapsüle çap boyutları sırasıyla 10.14, 20.28, 15.12 ve 15.73 nm'dir. Mikrodalga safsu, etanol, hekzan ve uçucu yağı enkapsüle çap boyutları sırasıyla 20.34, 9.84, 11.49 ve 19.22 nm'dir. Maserasyon safsu, etanol ve hekzan enkapsüle çap boyutları sırasıyla 22.86, 16.02 ve 11.02 nm'dir. Süperkritik CO_2 ve mikrodalga ekstraksiyonların etanol ekstre enkapsüle tozlarının daha düşük seviyede kapsül çapına sahip olduğu gözlemlenmiştir.

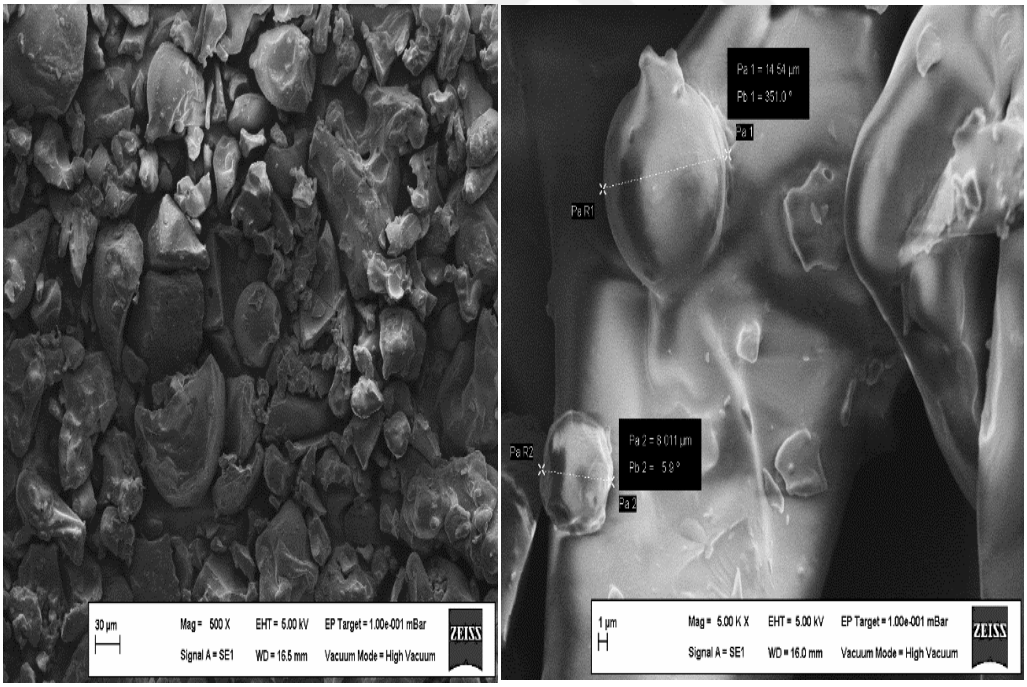
4.13.2. Dondurarak kurutma ile enkapsüle edilen tozların SEM görüntüleri



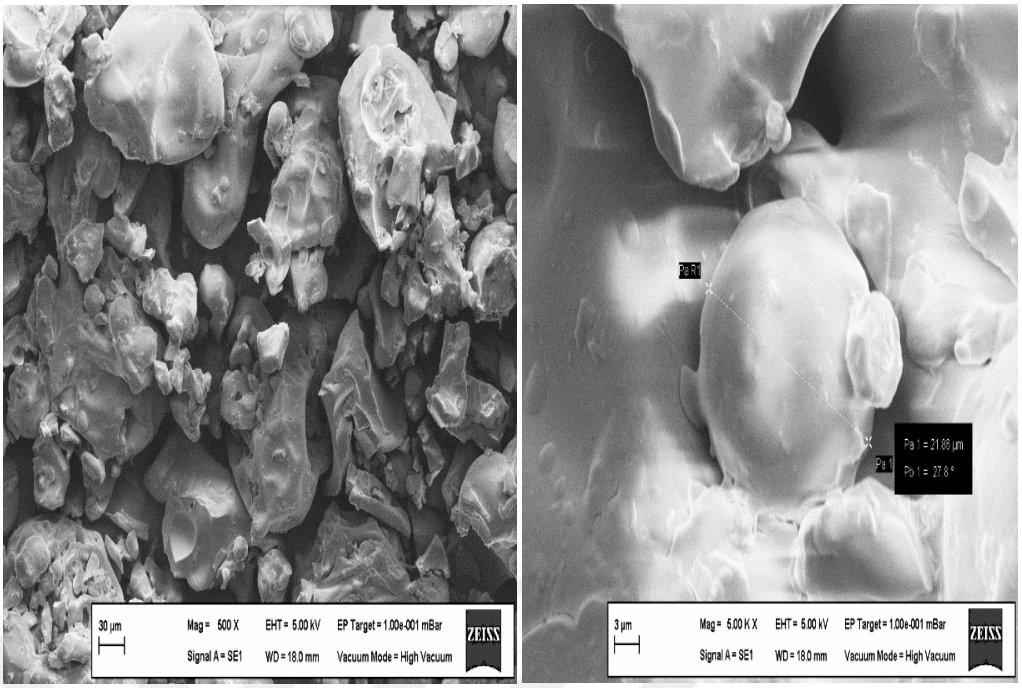
Şekil 4.33. Dondurark kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 etanol ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



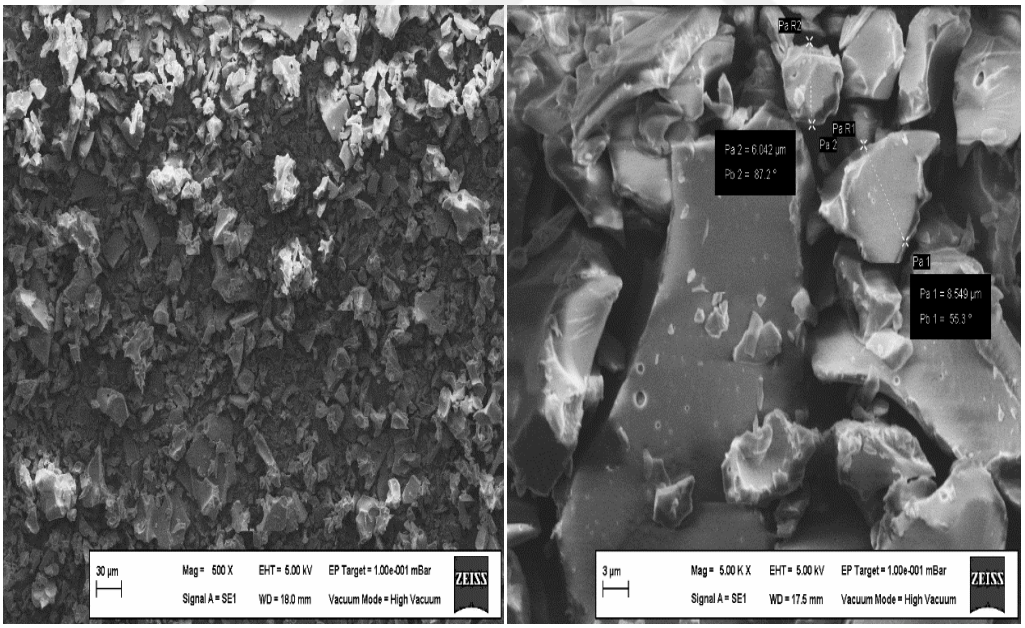
Şekil 4.34. Dondurark kurutma ile elde edilen Süperkritik CO_2 hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



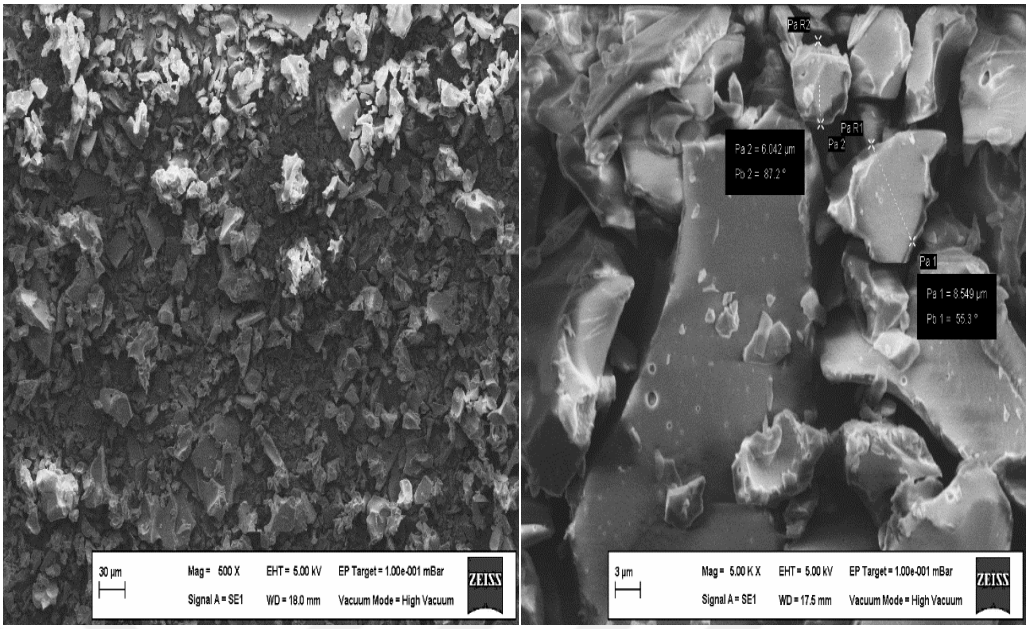
Şekil 4.35. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel safsu ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



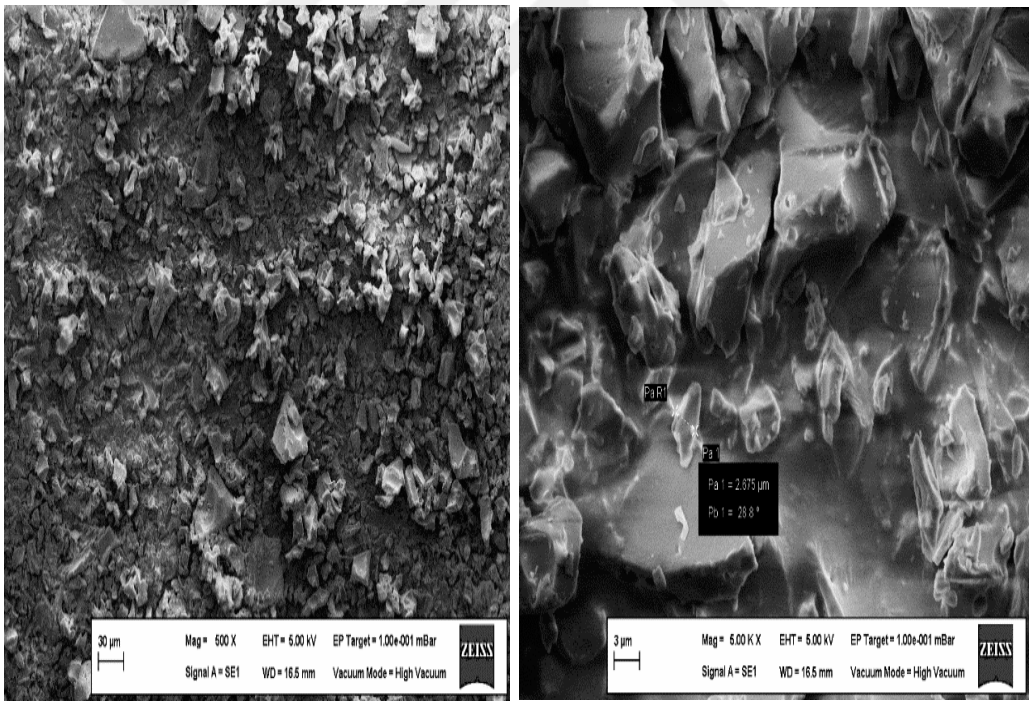
Şekil 4.36. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel etanol ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



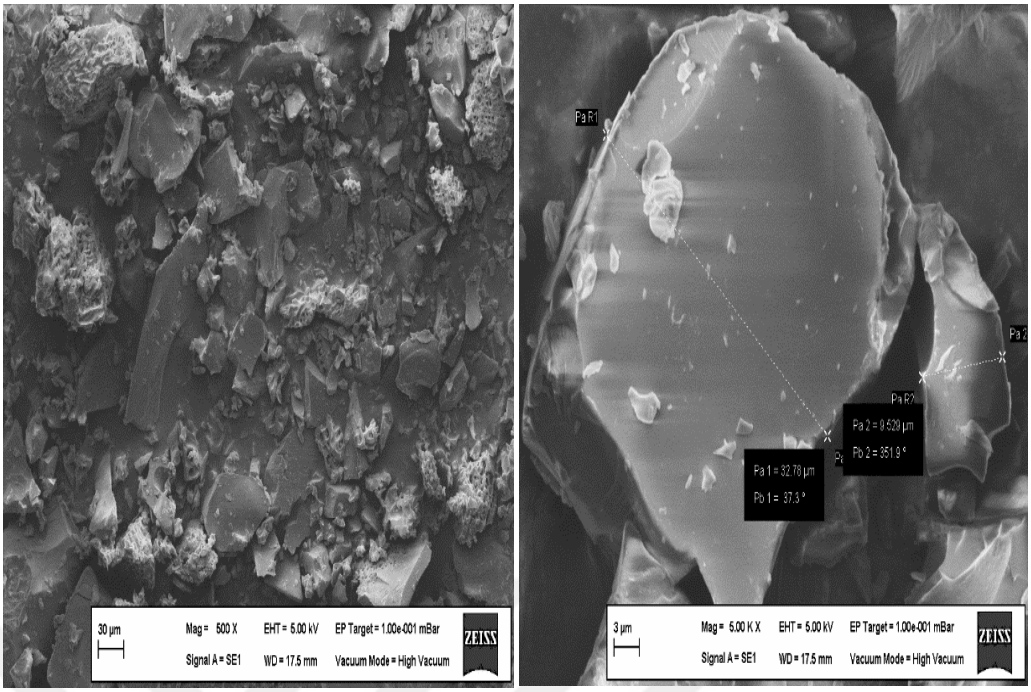
Şekil 4.37. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



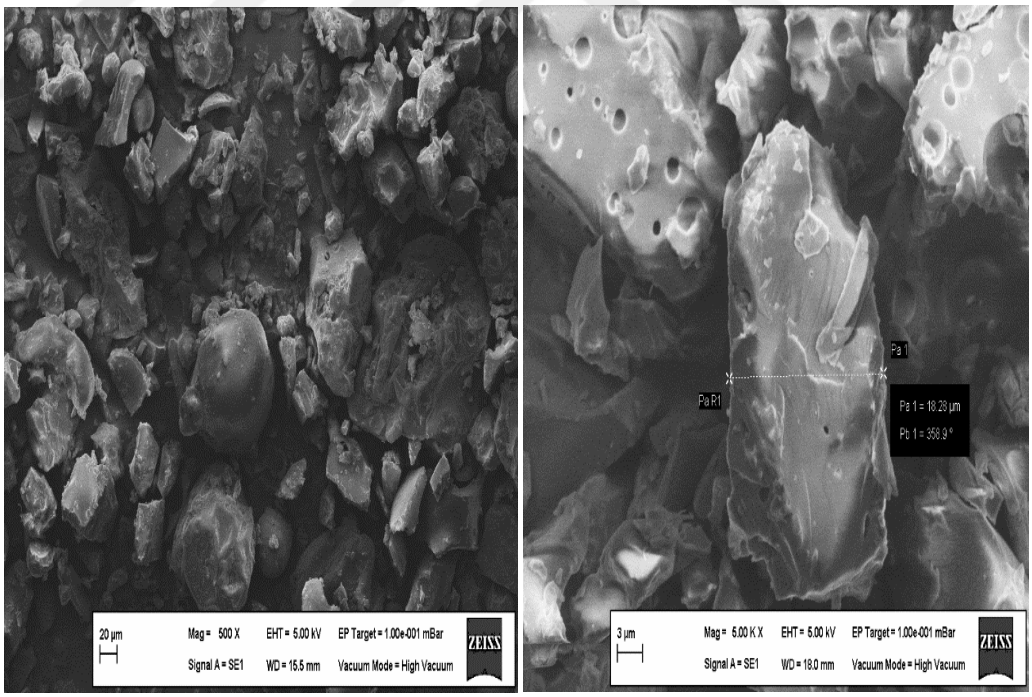
Şekil 4.38.Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



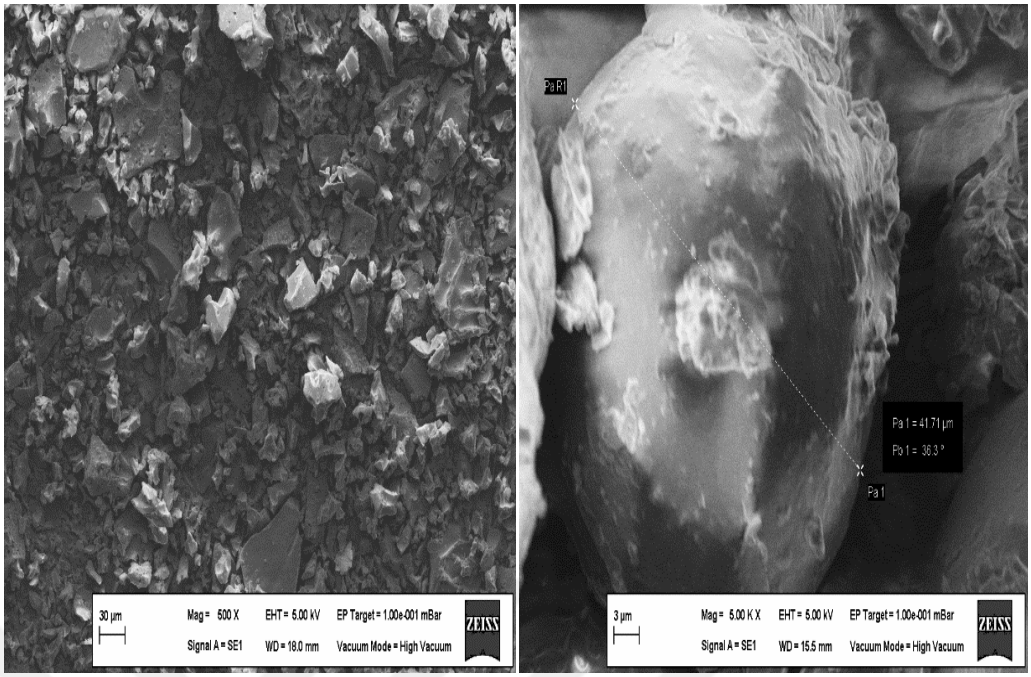
Şekil 4.39. Dondurark kurutma ile elde edilen geleneksel uçucu yağ enkapsüllerinin SEM görüntüsü



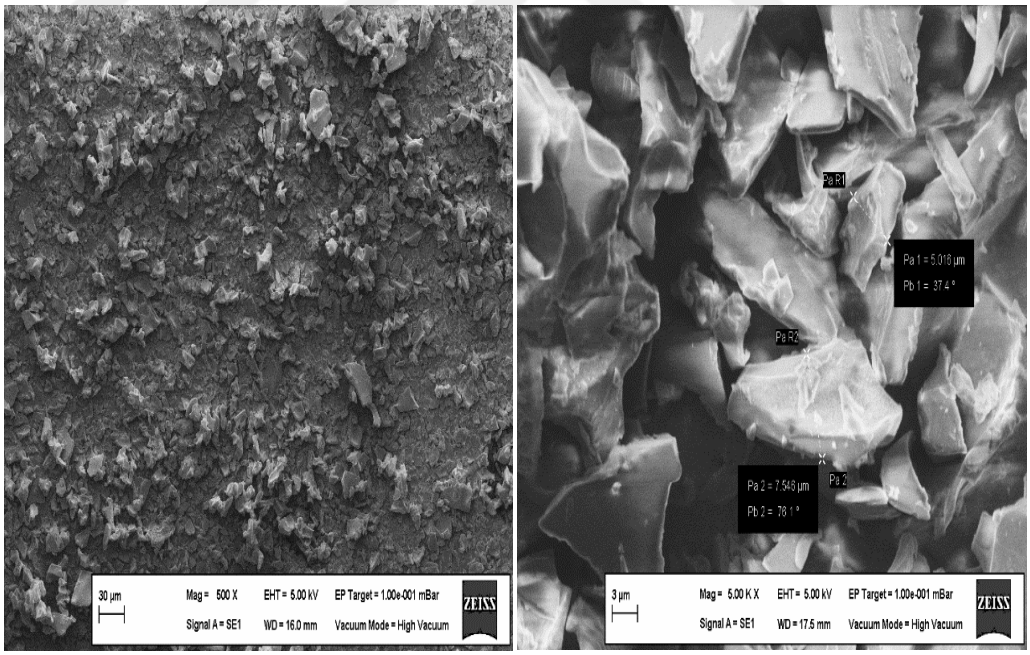
Şekil 4.40. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga safsu ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



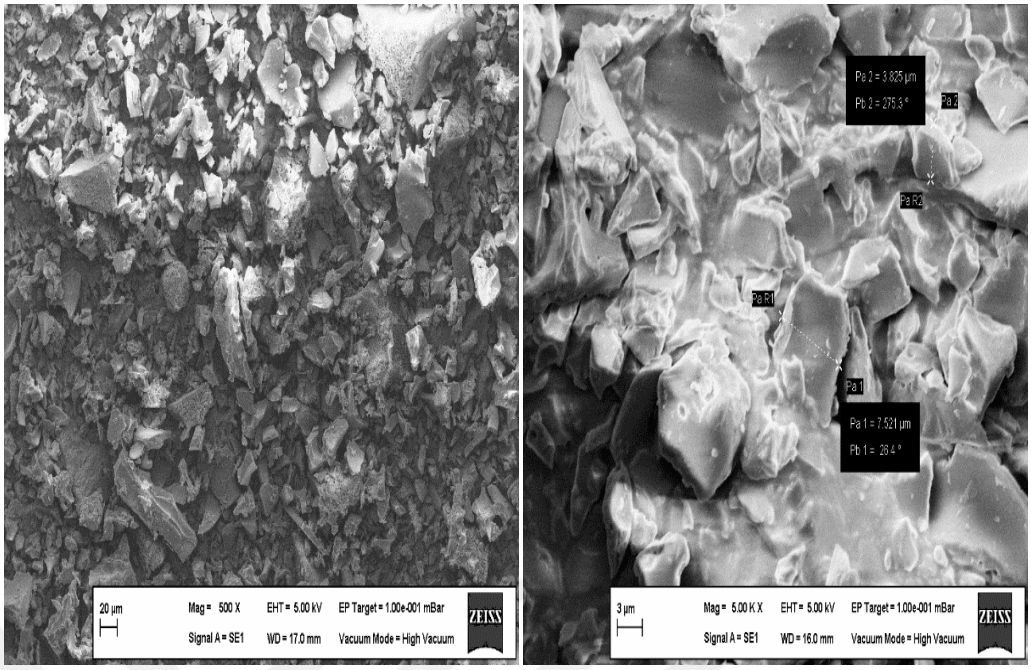
Şekil 4.41. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga etanol ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



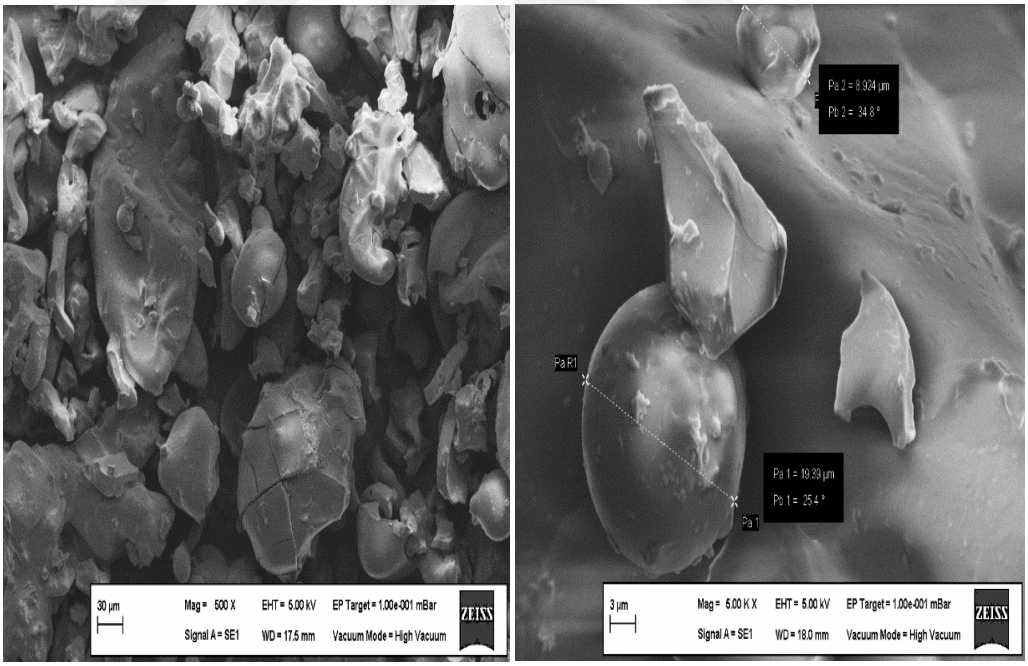
Şekil 4.42. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga hekzan ekstresi enkapsüllerinin SEM görüntüsü



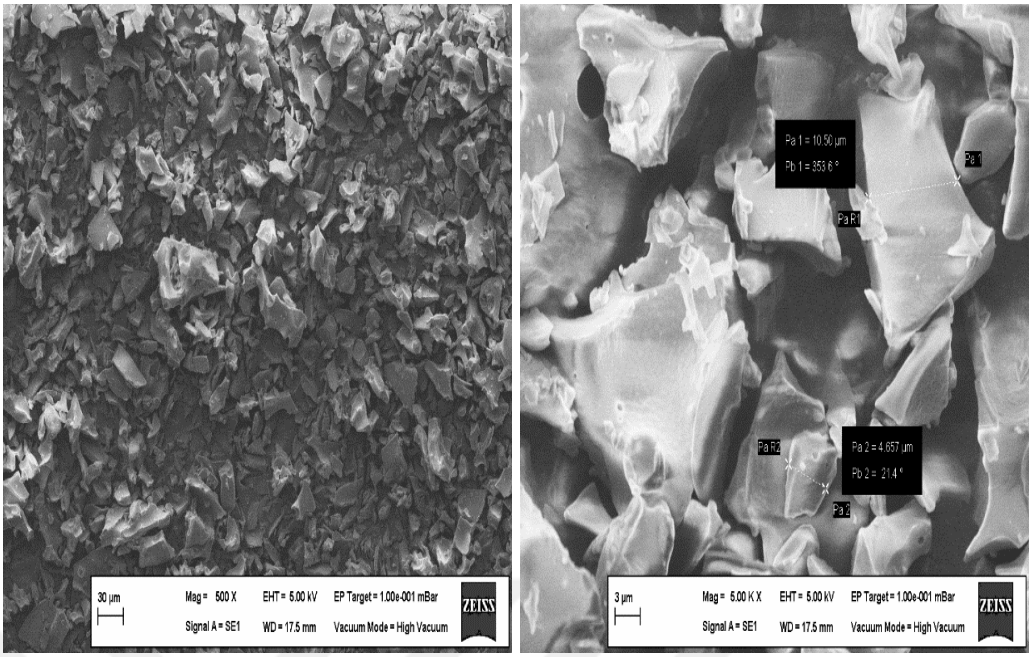
Şekil 4.43. Dondurark kurutma ile elde edilen mikrodalga uçucu yağ enkapsüllerinin SEM görüntüsü



Şekil 4.44. Dondurark kurutma ile elde edilen maserasyon safsu enkapsüllerinin SEM görüntüsü



Şekil 4.45. Dondurarak kurutma ile elde edilen maserasyon etanol enkapsüllerinin SEM görüntüsü



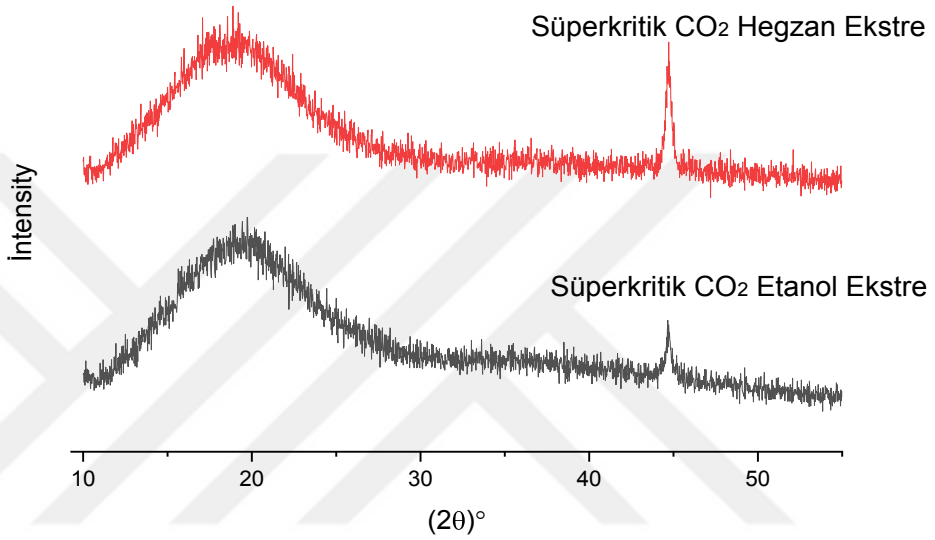
Şekil 4.46. Dondurarak kurutma ile elde edilen maserasyon hekzan enkapsüllerinin SEM görüntüsü

Lemon verbena bitki ekstre ve uçucu yağının MD/GA kullanılarak liyofilizasyon cihazında kurutma işlemi yapılmıştır. Enkpasüle edilen tozların SEM görüntüleri Şekil 4.32., Şekil 4.33., Şekil 4.34., Şekil 4.35., Şekil 4.37., Şekil 4.38., Şekil 4.39., Şekil 4.40., Şekil 4.41., Şekil 4.42., Şekil 4.43., Şekil 4.44., Şekil 4.45., ve Şekil 4.46.'de 500 ve 5000 kat yakınlaştırılmış şekilde verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozların SEM görüntülerinde olan mikrokürecik yapılar bazılarında gözlense de düzensiz olduğu tespit edilmiştir. Liyofilizasyondan üretilen kapsülasyon ürünlerinde düzlemsel yapıların ağırlıkta olduğu gözlemlenmiştir. Aynı zamanda dondurarak elde edilen enkapsüle tozların püskürtmeli kurutma yöntemine göre keskin şekilleri olan ve pürüzsüz eğim geçişleri olan ve kristal yapıda şekle sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuç ile dondurarak elde edilen enkapsüllerin nanoenkapaülasyon olduğu düşünülmektedir. SEM anaizi ile nanoenkapsülayson olduğu düşünülen numunelerin XRD analizi yapılarak boyut varsayımı kesinleştirilmiştir

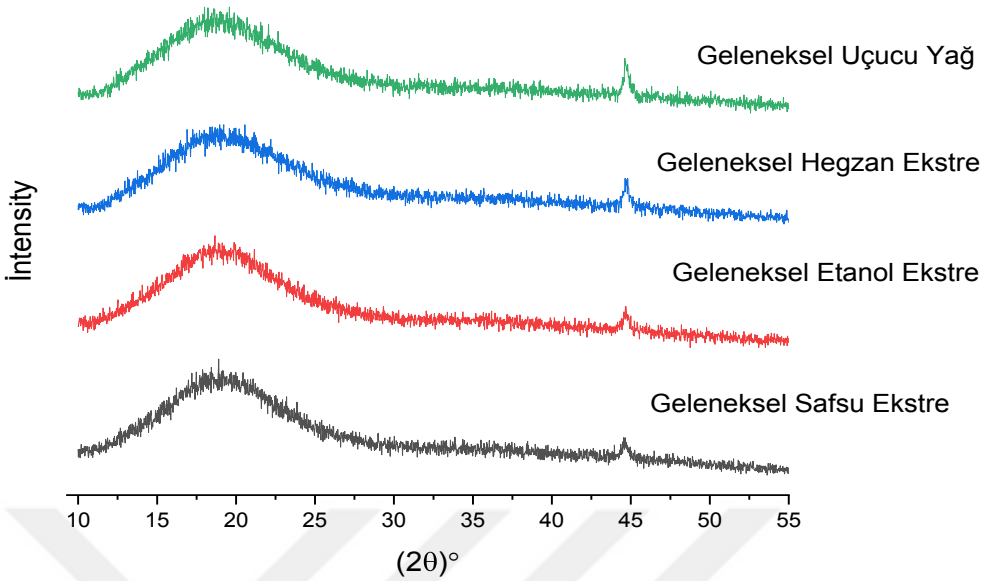
2013 yuılında Chen ve arkadaşları balık yağı fitosterol esterleri ve limonen bileşimine püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsülasyon işlemi uygulamışlardır. İşlem sonucunda kapsüllerin kırık cam benzeri bir yüzeye,

kristalimsi, düzensiz yapıya sahip olduğunu ve liyofilizasyon işleminden kaynaklanan kırılgan bir yapıya sahip olduğunu belirtmişlerdir.

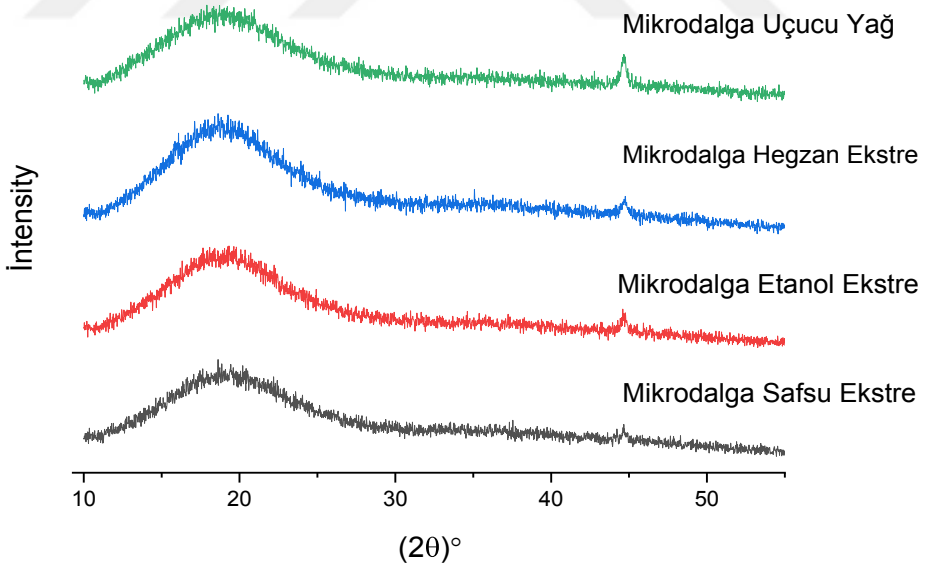
4.14. Dondurarak Kurutulan *Lemon verbena* Enkapsüllerinin XRD Analiz Sonuçları



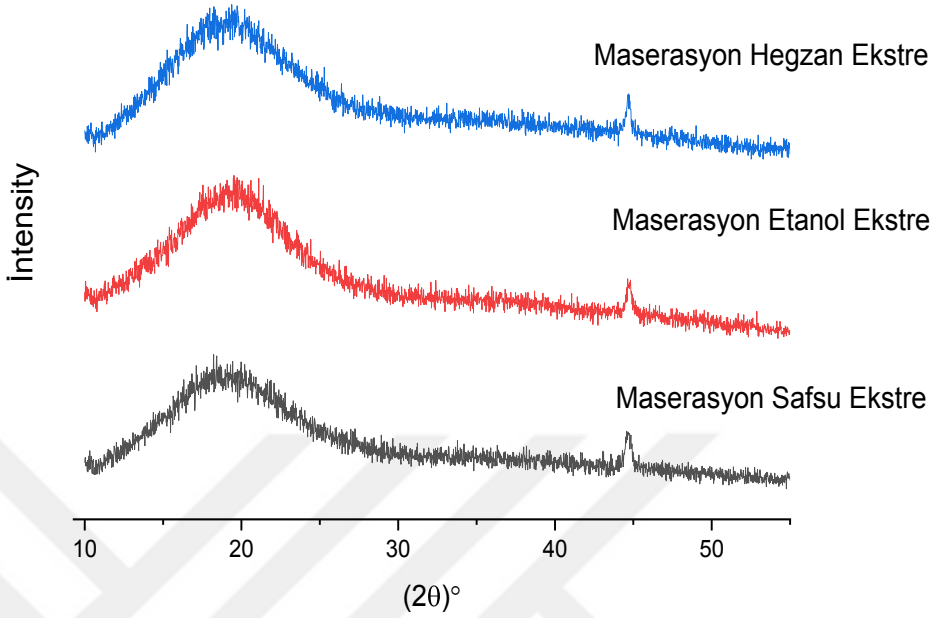
Şekil 4.47. Dondurarak kurutma ile elde edilen süperkritik etanol ve hekzan ekstrelerinin XRD diyagramı



Şekil 4.48. Dondurarak kurutma ile elde edilen geleneksel safsu, etanol hekzan ekstreleri ve uçucu yağının XRD diyagramı



Şekil 4.49. Dondurarak kurutma ile elde edilen mikrodalga safsu, etanol, hekzan ekstreleri ve uçucu yağının ekstrelerinin XRD diyagramı



Şekil 4.50. Dondurarak kurutularak elde edilen Maserasyon safsu, etanol ve hegzan ekstrelerinin XRD diyagramı

Çizelge 4.49. Dondurarak elde edilen *Lemon verbena* bitki ekstre ve uçucu yağı tozlarının boyutları

Kurtma Yöntemi	Ekstraksiyon Yöntemi	Çözücü	2θ	FWHM	Nano Boyut(nm)
Dondurarak Kurtma	Süperkritik CO_2	Etanol	19.90	1.40	2.40
		Hekzan	19.04	1.18	2.46
	Geleneksel	Safsu	18.86	1.49	1.95
		Etanol	18.69	1.44	2.02
		Hekzan	18.86	1.46	1.99
		Uçucu yağ	18.86	1.36	2.13
	Mikrodalga	Safsu	19.39	1.57	1.92
		Etanol	19.56	1.44	2.15
		Hekzan	18.69	1.40	2.08
		Uçucu yağ	18.69	1.40	2.08
	Maserasyon	Safsu	18.51	1.37	2.14
		Etanol	19.21	1.57	1.88
		Hekzan	19.74	1.41	2.28

Dondurarak kurutma ile elde edilen *Lemon verbena* esktre ve uçucu yağının enkapsüllerinin X-ray diyagramları Şekil 4.47., Şekil 4.48., Şekil 4.49. ve Şekil 4.49.'da verilmiştir. Numunelerde 18° ve 19° civarında 2θ açısında amorf yapı gözlemlenmiştir. Çalışmamıza paralel olan bir başka araştırmada Silva ve ark. (2012). zeytinyağı ve limon salatası sosunu kaplama materyali olarak maltodekstrin-gam arabik kullanarak dondurarak kurutmuşlardır. Uygulama sonrası enkapsülleri XRD analizi yaparak maltodekstrin ve gam arabiğin amorf özelliğe sahip olduğunu belirtmişlerdir. Yapıların amorf ve şekilsiz olması maltodekstrin ve gam arabiğin kristalli yapıda olmadığını göstermektedir (Alves ve ark.. 2014).

Dondurularak elde edilen numunelerin FWHM değerleri Çizelge 4.51.'de verilmiştir. Bu değerler ile kapsül boyutları hesaplanmıştır. Hesaplamalar sonucunda dondurarak kurutma yöntemi ile fonksiyonca daha yüksek nano boyutta kaplama yapıldığı tespit edilmiştir. Diğer örnekler ile karşılaştırıldığında maserasyon etanol ekstresinde daha küçük boyutta nanoenkapsülleme yapıldığı gözlemlenmiştir.

4.15. *Lemon verbena* Bitkisi ve Enkapsüle Tozların Elementel Analiz Değerleri

Lemon verbena bitki enkapsüllerinin elementel analiz sonuçları Çizelge 4.50.'da verilmiştir. Protein miktarı 6.25 çevirme faktörü ile çarpılarak belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde *Lemon verbena* bitkisinin protein, karbon, hidrojen ve azot miktarları sırasıyla % 16.73, % 38.29, % 5.26 ve azot miktarı %2.69 olduğu görülmüştür. Karbon miktarında en yüksek değerin %54.24 ile püskürtmeli kurutma ile elde edilen süperkritik CO_2 hegzan ekstresinde olduğu tespit edilmiştir. %7.51 ile hidrojen miktarının püskürtmeli kurutma ile elde edilen geleneksel hegzan ekstresinde olduğu gözlemlenmiştir. Azot miktarının ise % 0.35 ile püskürtmeli kurutma ile elde edilen geleneksel safsu ekstresinde olduğu görülmüştür. Genel olarak püskürtmeli ve dondurarak elde edilen enkapsüle tozların karbon ve hidrojen miktarlarının lemon verbena bitkisine göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.50. *Lemon verbena* bitkisi ve enkapsüe tozları elementel analiz sonuçları

Kurutma yöntemi	Ekstraksiyon yöntemi	Çözücü türü	Karbon (%)	Hidrojen (%)	Azot (%)	Protein
Püskürterek Kurtma	CO_2	Etanol	45.07	6.9	0	0
		Hekzan	54.24	5.24	0	0
	Mikrodalga	Safsu	41.86	5.98	0.33	2.07
		Etanol	43.98	6.64	0.056	0.37
		Hekzan	43.51	6.82	0	0
		Uçucu Yağ	42.11	6.43	0	0
	Geleneksel	Safsu	41.18	5.97	0.35	2.22
		Etanol	39.99	6.06	0	0
		Hekzan	48.47	7.51	0	0
		Uçucu Yağ	42.05	6.32	0	0
	Maserasyon	Safsu	42.37	6.1	0.31	1.95
		Etanol	42.7	6.49	0	0
		Hekzan	42.07	6.48		0
Dondurarak Kurtma	CO_2	Etanol	40.5	6.2	0.14	0.90
		Hekzan	43.56	6.44	0	0
	Mikrodalga	Safsu	41.32	6.23	0.2	1.29
		Etanol	41.55	6.8	0.09	0.61
		Hekzan	41.95	6.4	0.09	0.57
		Uçucu Yağ	47.61	7.29	0.07	0.47
	Geleneksel	Safsu	41.65	6.33	0.09	0.62
		Etanol	41.76	6.36	0.11	0.70
		Hekzan	41.85	6.46	0.07	0.48
		Uçucu Yağ	37.74	5.78	0.05	0.36
	Maserasyon	Safsu	39.83	6	0.16	1.00
		Etanol	40.41	6.14	0.1	0.63
		Hekzan	40.04	6.23	0.08	0.53
***Lemon verbena* bitkisi**			38.29	5.26	2.69	16.73

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Bu çalışmada süperkritik CO_2 ekstraksiyon, clavenger aparatı destekli geleneksel, mikrodalga ve maserasyon ekstraksiyon yöntemleri ile elde edilen *Lemon verbena* otu ekstre ve uçucu yağının antioksidan aktivitesi, toplam fenolik, flavanoid, antosiyanin, kondanse tanen miktarı ve enzim aktivitesi değerleri belirlenmiştir. Daha sonra bitki ekstre ve uçucu yağının, püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsülasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Kapsüllenen bitki ekstre ve uçucu yağının antioksidan aktivite, toplam fenolik, flavanoid, antosiyanin, kondanse tanen miktarları, enzim aktivitesi, fiziksel analizleri (Carr indeks, Hausner oranı, su aktivitesi, ıslanabilirlik, verim, kitle yoğunluğu, sıkıştırılmış kitle yoğunluğu) ve morfolojik analizleri (SEM, XRD analizleri) yapılmıştır.

Lemon verbena süperkritik ekstraksiyon yöntemi ile ektraksiyonu için öncelikle cihaza optimizasyon uygulanmış ve verimin en yüksek olduğu sıcaklık ve basınç değeri 40 °C ve 200 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu kapsamda süperkritik CO_2 yönteminde yüksek basınç düşük sıcaklık önerilmektedir.

Lemon verbena otu ekstre ve uçucu yağının fizikokimyasal içerikleri incelendiğinde; süperkritik CO_2 ve gelenesel yöntem ile elde edilen etanol ekstrelerin yüksek seviyede TFMM içerdiği gözlemlenmiştir. TFMM nin yüksek sonuçlarının elde edilmesinde süperkritik CO_2 yönteminde etanolün çözgen olarak kullanılması önerilmektedir. Flavonoid sonuçlarında ise en yüksekdeğer geleneksel etanol ekstresinde gözlemlenmiştir. TFM için geleneksel yöntemin kullanılmasının en yüksek sonuçların eldesinde uygun metot olduğu söylenebilir. Bu sonuçlara göre etanolün çözücü olarak kullanılması TFM ve TFMM analizlerinde maksimuma ulaşmak için önerilebilir.

DPPH, ABTS radikalleri ve CUPRAC bakır iyonu indirgeme yöntemi ile yapılan antioksidan aktivite analizleri sonucunda ekstrelerin sahip olduğu minimum antioksidant inhibisyon aktiviteleri tespit edilmiştir. Bu sonuçlar linner olarak

konsnatrasyon ile doğru orantılı olarak artmış ve doğru denklemi elde edilmiştir. doğruluk seviyesinin 1 e yakın olduğu sonuçların yarı inhibisyon faktörü olan IC50 değerleri hesaplanabilmiştir. Trolox sonuçlarının DPPH ve ABTS metotlarında ters orantılı olarak artması. troloxun antioksidantların inhibe ettiği miktarın ardından ortamda kalan ABTS ve DPPH miktarını temsil ettiği tespit edilmiştir.

Lemon verbena ekstrelerinin LC-MS analizi sonucu en yüksek miktarda olan madde mikrodalga yöntemi ile elde edilen safsu ekstresinde caffeic acid maddesi olduğu tespit edilmiştir. Onu takip eden madde ise geleneksel yöntem ile elde edilen etanole ekstresinde ellagic acid olduğu saptanmıştır. Farklı ekstraksiyon yöntemi ve çözücülerde farklı maddelerin değerlerindeki değişim. ekstraksiyon işlemlerinde yöntemin ve çözücünün önemli bir etken olduğunu ortaya koymaktadır.

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağ kapsüllerinin fiziksel analizleri sonucunda. püskürtmeli kurutucu ile elde edilen kapsüllerin Carr indeks. Hausner oranı ve ıslanabilirlik değerleri açısından daha iyi seviyede olduğu belirlenmiştir. Ancak dondurarak kurutma yönteminde. kapsülleme veriminin daha yüksek ve su aktivitesi değerlerinin daha kabul edilebilir olduğu tespit edilmiştir.

Lemon verbena ekstrelerinin iki farklı mikroenkapsülasyon yöntemi ile elde edilen enkapsüle tozların en yüksek TFMM değerleri. dondurarak kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarda tespit edilmiştir. Kurutma yönteminin TFMM muhafazasında kullanılması önerilmektedir. Ekstraksiyon yöntemlerinde ise. süperkritik CO_2 yönteminin en iyi TFMM değerlerine sahip ekstrakt üretiminde en iyi sonuları etanol çözgeni eşliğinde verdiği sonucuna varılmıştır. Yöntemin TFMM için en iyi yöntem olduğu belirlenmiştir. Enkapsüllerin TFM sonuçlarına göre en iyi sonuçlar püskürterek elde edilen enkapsüllerde tespit edilmiş yöntem falvonoid muhafazasında en iyi performansı göstermiş bu sebeple kullanımı önerilmektedir. Ekstraksiyon yöntemlerinden ise en iyi sonucu geleneksel safsu enkapsülleri göstermiştir. Ekstraksiyon yöntemi ve çözücü olarak geleneksel yöntem ile safsu kullanımı TFM için en iyi yöntem olması konusunda önerilmektedir.

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağının enkapsüllerinin ABTS. DPPH ve CUPRAK metodları ile antioksidant özellikleri tespit edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde DPPH analizinde dondurarak kurutulan hegzan mikrodalga. mikrodalga uçucu yağ ve geleneksel uçucu yağ enkapsüllerinin antioksidant aktiviteleri tespit edilememiştir. Bunlar haricinde tüm enkapsüllerin her üç yöntemde de antioksidatif aktiviteleri belirlenmiştir. Tüm bu sonuçlara göre *Lemon verbena* ekstrelerinin enkapsüllerinin önemli derecede antioksidatif özellik sergilediği bir ürün olduğu görülmektedir.

Lemon verben ekstre enkapsüllerinin kimyasal kompozisyon analizi sonucu belirlenen maddeler püskürtmeli kurutma ile elde edilen safsu ekstresi enkapsüllerinde caffeic acid maddesidir. Onu takip eden madde ise aynı numuneden elde edilen syringic acid maddesidir. Ayrıca püskürtmeli kurutma etanol ekstresinde Quercetin ve dondurarak kurutulan süperkritrik etanol ekstresi tozlarında ise naringenin maddeleri fazla çıkan maddeler arasında tespit edimiştir.

Lemon verbena ekstre ve uçucu yağı enkapsüllerinin. *Lemon verbena* çayı referans ile duyusal analizi yapılmıştır. Duyusal analiz için koku, tat-aroma, acılık, gecikmiş tat ve genel beğeni sorularına verilen yanıtlar kaplama materyallerinin tadım analizlerine etkisi açısından değerlendirilmiştir. Tüm değerlendirmelerde *Lemon verbena* uçucu yağı enkapsüllerinin genel olarak beğenildiği tespit edilmiştir. Bu sonuçlar *Lemon verbena* uçucu yağı enkapsüllerinin bitkiye daha yakın organoleptik özelliği taşıdığı sonucuna varılmıştır.

Püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüllerin morfolojik yapılarını incelemek amacıyla SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüllerin yapılarının pürüzsüz ve mikrokürecik yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Dondurarak kurutulan kapsüllerin ise şekilsiz ve kırılgan yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Bu sebepten dolayı; dondurarak kurutulan tozların nana boyutta kaplandığı tahmin edilmiştir.

Dondurarak kurutma ile kapsüllenen *Lemon verbena* ekstre ve uçucu yağlarının nano boyuta sahip olduğu varsayımı XRD analizleri yapılarak kesinleştirilmiştir. X-ray diyagramında kapsüllerin 19° açısında pik verdiği ve bu pik bölgesinin amorf yapıya ait olduğu belirlenmiştir. Maltodekstrin ve gam arabiğin amorf karaktere sahip olduğundan dolayı kristal bölge bulunamadığı tespit edilmiştir. X-ray diyagramında elde edilen 2θ açısı ve FWHM değerleriyle dondurarak kurutulan kapsüllerin nano boyutları ölçülmüştür.

Sonuç olarak. dünya çapında çeşitli şekilerde tüketilen *Lemon verbena* bitkisinin süperkritik CO_2 ekstraksiyonu yanında geleneksel, mikrodalga, maserasyon yöntemleri ile ekstrakte edilmiş olup uçucu yağı da geleneksel ve mikrodalga yöntemleri ile elde edilmiştir. Bu ekstre ve uçucu yağlardan üretilen enkapsüle tozların fenolik. flavonoid ve antioksidan gibi bitkinin ikincil metabolitlerini içerdiği tespit edilmiş olup kullanıma hazır çok yönlü mühendislik ürünü ortaya çıkmıştır. Ayrıca *Lemon verbena* ekstre ve aromasının katma değeri yüksek yeni bir ürüne dönüştürüldüğü için ekonomiye olumlu yönde katkıda bulunacağı düşünülmektedir. Bu ürünün gerek bilimsel gerek günlük alanda kullanımı mümkün olmaktadır.

Lemon verbena ekstresinin süperkritik CO_2 ekstraksiyonu ile uçucu yağının ise clavenger aparatı ile geleneksel ve mikrodalga yöntemi ile üretilmesi önerilmektedir. *Lmon verbena* ekstre ve uçucu yağının enkapsülasyon işleminde püskürtmeli ve dondurarak kurutma yöntemlerinin her ikisinin de iyi sonuçlar vermesi sebebiyle iki yönteminde kullanabileceği önerilmektedir.

6. KAYNAKLAR

ABUHAMDAH, S., 2018. Screening of commonly used Jordanian spices for inhibitory activity against acetylcholinesterase and butyrylcholinesterase in Alzheimer's disease. Screening, 3: 354-362.

ABUHAMDAH, S., ABUHAMDAH, R., HOWES. M. J. R., AL-OLIMAT, S., ENNACEUR, A., and CHAZOT, P. L., 2015. Pharmacological and neuroprotective profile of an essential oil derived from leaves of A loysia citrodora P alau. Journal of Pharmacy and Pharmacology, 67(9): 1306-1315.

ALMA, M. H., KARAOĞUL, E., DENIZ, İ., ERTAŞ, M., & ALTUNTAŞ, E., 2011. Analaysis and Comparison of Some Thyme Kinds Growing Natural Habitat and Culture Habitat. In 2nd International Non-Wood Products Symposium (p. 68).

AL-RAWI, S. S., IBRAHIM. A. H., MAJID, A. S. A., MAJID, A. M. S. A., and AB KADIR, M. O., 2013. Comparison of yields and quality of nutmeg butter obtained by extraction of nutmeg rind by soxhlet and supercritical carbon dioxide (SC-CO2). Journal of Food Engineering, 119(3) :595-601.

ALVES, S. F., BORGES, L. L., DOS SANTOS, T. O., DE PAULA, J. R., CONCEIÇÃO, E. C., and BARA, M. T., 2014. Microencapsulation of essential oil from fruits of Pterodon emarginatus using gum arabic and maltodextrin as wall materials: composition and stability. Drying Technology, 32(1): 96-105.

APAK, R., GÜÇLÜ, K., ÖZYÜREK. M., and KARADEMIR, S. E., 2004. Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E. using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC method. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 52(26): 7970-7981.

BAHRAMSOLTANI, R,. ROSTAMIASRABADI, P., SHAHPIRI, Z., MARQUES, A. M., RAHIMI, R., and FARZAEI, M. H., 2018. Aloysia citrodora Palau (Lemon verbena): A review of phytochemistry and pharmacology. Journal of Ethnopharmacology, 222:34-51.

BARBOSA-CÁNOVAS, G. V., ORTEGA-RIVAS, E., JULIANO, P., and YAN, H., 2005. Food powders: physical properties, processing, and functionality, Springer, Vol. 86.

BAZZAZ, B. S. F., KHAMENEH, B., OSTAD, M. R. Z., and HOSSEINZADEH, H., 2018. In vitro evaluation of antibacterial activity of verbascoside, *Lemon verbena* extract and caffeine in combination with gentamicin against drug-resistant Staphylococcus aureus and Escherichia coli clinical isolates. Avicenna Journal of Phytomedicine, 8(3): 246.

BEKTAŞ, D., 2014. Limon otu (lippia citriodora) ekstraktı ve sitralin escherichia coli üzerine antimikrobiyel etkisinin araştırılması. Uludağ Üniversitesi.

BENELLI, P., RIEHL, C. A., SMÂNIA JR, A., SMÂNIA, E. F., and FERREIRA, S. R. 2010. Bioactive extracts of orange (*Citrus sinensis L. Osbeck*) pomace obtained by SFE and low pressure techniques: Mathematical modeling and extract composition. The Journal of Supercritical Fluids, 55(1): 132-141.

BEZERRA, D. G., DE ANDRADE, I. R., SANTOS, H. L. V., DA SILVA XAVIER, M. D., FERNANDES, P. Í., DEVILLA, I. A., DE PAULA, J. A. M., 2020. Azadirachta indica A. Juss (Meliaceae) microencapsulated bioinsecticide: Spray drying technique optimization. characterization, in vitro release, and degsradation kinetics. Powder Technology.

BILIA, A. R., GIOMI, M., INNOCENTI, M., GALLORI, S., and VINCIERI, F. F., 2008, HPLC-DAD-ESI-MS analysis of the constituents of aqueous preparations of verbena and *Lemon verbena* and evaluation of the antioxidant activity, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 46(3): 463-470.

BOCEVSKA, M., and SOVOVÁ, H., 2007. Supercritical CO_2 extraction of essential oil from yarrow. The Journal of supercritical fluids, 40(3): 360-367.

BOIX-CASTEJÓN, M., HERRANZ-LÓPEZ, M., CATURLA, N., ROCHE, E., BARRAJÓN-CATALÁN, E., and MICOL, V., 2017. Hibiscus and lemon verbena polyphenols: Assessment for weight management in overweight volunteers, Appetite control and satiety. Free Radical Biology and Medicine, 108: S96.

BRAND-WILLIAMS, W., CUVELIER, M. E., and BERSET, C., 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. LWT-Food Science and Technology, 28(1): 25-30.

BUCHWALD-WERNER, S., NAKA. I., WILHELM, M., SCHÜTZ, E., SCHOEN, C., and REULE, C. 2018. Effects of *Lemon verbena* extract (Recoverben®) supplementation on muscle strength and recovery after exhaustive exercise: a randomized, placebo-controlled trial. Journal of the International Society of Sports Nutrition, 15(1): 5.

CARNAT, A., CARNAT, A., FRAISSE, D., AND LAMAISON, J., 1999. The aromatic and polyphenolic composition of lemon verbena tea. Fitoterapia, 70(1): 44-49.

CATURLA. N., FUNES. L., PÉREZ-FONS, L., and MICOL, V., 2011. A randomized, double-blinded, placebo-controlled study of the effect of a combination of lemon verbena extract and fish oil omega-3 fatty acid on joint management. *The J*ournal of Alternative and Complementary Medicine, 17(11): 1051-1063.

CEVALLOS-CASALS, B. A., BYRNE, D., OKIE, W. R., and CISNEROS-ZEVALLOS, L., 2006. Selecting new peach and plum genotypes rich in phenolic compounds and enhanced functional properties. Food chemistry, 96(2): 273-280.

CHEN, Q., ZHONG, F., WEN, J., MCGILLIVRAY, D., and QUEK, S. Y., 2013. Properties and stability of spray-dried and freeze-dried microcapsules co-encapsulated with fish oil, phytosterol esters, and limonene. Drying Technology, 31(6): 707-716.

CHENG, A. W., XIE, H. X., QI, Y., LIU, C., GUO, X., SUN, J. Y., and LIU, L. N., 2017. Effects of storage time and temperature on polyphenolic content and qualitative characteristics of freeze-dried and spray-dried bayberry powder. LWT, 78: 235-240.

CHOUPANI, M., DELOUEE, S. A., and ALAMI, M., 2014. Antioxidant properties of various solvent extracts of lemon verbena (Lippia Citriodora) leaves. Int J Adv Biol Biomed Res, 2: 1340-1346.

ÇAM, M., İÇYER, N. C., and ERDOĞAN, F., 2014. Pomegranate peel phenolics: Microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development. LWT-Food Science and Technology, 55(1): 117-123.

ÇOKSARI, G., 2012. Farklı azotlu gübre dozlarında yetiştirilen Ekinezya türlerinde (Echinacea pallida (Nutt) Nutt, Echinacea purpurea (l,) Moench) u ygulanan farklı kurutma yöntemlerinin ekstrakt kalitesi üzerine etkileri .Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, doktora tezi, Konya, 106s.

ÇOLAK, N., AND TÜLEK, Y., 2003. Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu. Gıda, 28(3).

DADI, D. W., EMIRE, S. A., HAGOS. A. D., AND EUN. J. B., 2020. Physical and Functional Properties, Digestibility, and Storage Stability of Spray-and Freeze-Dried Microencapsulated Bioactive Products from Moringa stenopetala Leaves Extract. Industrial Crops and Products, 156: 112-891.

EL-GHORAB, A. H., MANSOUR, A. F., AND EL-MASSRY, K. F., 2004, Effect of extraction methods on the chemical composition and antioxidant activity of Egyptian marjoram (Majorana hortensis Moench), Flavour and Fragrance Journal, 19(1): 54-61.

EL ASBAHANI, A., MILADI, K., BADRI, W., SALA, M., ADDI, E. A., CASABIANCA, H., RENAUD, F., 2015, Essential oils: from extraction to encapsulation, International Journal of Pharmaceutics, 483(1-2): 220-243.

ESMAEILZADEH, F., LASHKARBOLUKI, R., LASHKARBOLOOKI, M., and ZEINOLABEDINI, HEZAVE, A., 2014. Modeling of spearmint oil extraction in a packed bed using SC-CO2, Chemical Engineering Communications, 201(3): 300-322.

FACHRI, B, A., SARI, P., YUWANTI, S., and SUBROTO, E., 2020. Experimental study and modeling on supercritical CO2 extraction of Indonesian raw propolis using response surface method: Influence of pressure, temperature and CO2 mass flowrate on extraction yield, Chemical Engineering Research and Design, 153: 452-462.

FAIETA, M., CORRADINI, M. G., DI MICHELE, A., LUDESCHER, R. D., and PITTIA, P., 2020. Effect of Encapsulation Process on Technological Functionality and Stability of Spirulina Platensis Extract, Food Biophysics , 15(1) : 50-63.

FANG, Z., and BHANDARI, B., 2010, Encapsulation of polyphenols–a review, Trends in Food Science and Technology, 21(10) : 510-523.

FARAHMANDFAR, R., ASNAASHARI, M., POURSHAYEGAN, M., MAGHSOUDI, S., and MONIRI, H., 2018. Evaluation of antioxidant

properties of *Lemon verbena* (*Lippia citriodora*) essential oil and its capacity in sunflower oil stabilization during storage time, Food science & nutrition, 6(4): 983-990.

GATTUSO, S., VAN BAREN, C. M., GIL, A., BANDONI, A., FERRARO, G., and GATTUSO, M., 2008. Morpho-histological and quantitative parameters in the characterization of *Lemon verbena* (*Aloysia citriodora Palau*) from Argentina, Boletin Latinoamericano Y Del Caribe De Plantas Medicinales Y Aromaticas, 7(4): 190-198.

GHAEMI, E. O., KHORSHIDI, D., MORADI, A., SEIFI, A., MAZENDRANI, M,, BAZOURI, M,, AND MANSOURIAN, A, R,, 2007, The efficacy of ethanolic extract of Lemon verbena on the skin infection due to Staphylococcus aureus in an animal model, Pakistan journal of biological sciences: PJBS, 10(22): 4132-4135.

GOMES, W. F., FRANÇA, F. R. M., DENADAI, M., ANDRADE, J, K, S,, DA SILVA OLIVEIRA, E. M., DE BRITO, E. S., NARAIN, N., 2018. Effect of freeze-and spray-drying on physico-chemical characteristics, phenolic compounds and antioxidant activity of papaya pulp, Journal of food science and technology, 55(6): 2095-2102.

HOYOS-LEYVA, J. D., BELLO-PÉREZ, L. A., ALVAREZ-RAMIREZ, J., and GARCIA, H. S., 2018. Microencapsulation using starch as wall material: A review, Food reviews international, 34(2): 148-161.

ISHKEH, S. R., ASGHARI, M., SHIRZAD, H., ALIREZALU, A., and GHASEMI, G., 2019. *Lemon verbena (Lippia citrodora*) essential oil effects on antioxidant capacity and phytochemical content of raspberry (Rubus ulmifolius subsp, sanctus), Scientia Horticulturae, 248: 297-304.

JALALI, M., FEYZIAN, M., ZARE, A. A., and MIRZAE, NAJAFGHOLI, H., 2019. Comparison the efficiency of some different Zn source on quantitative and qualitative yield of Lemon verbena, ا ن م ج ن ف ی ز ی و ل و ژ ی گ ه ا ی ا ر ا ن , 8(31): 45-55.

KARAOĞUL, E,, 2019, Properties of bio-hybrid films, Bioresources, 14(2): 4473-4488

KARAOGUL, E., ALTUNTAŞ, E., and ALMA, M. H., 2017. Tanenlerin quercus türlerinde sınıflandırılması ve kantitatif analizi, Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi, 2(3) : 17-24.

KARAOĞUL, E., PARLAR, P., PARLAR, H., and ALMA, M. H., 2016. Enrichment of the glycyrrhizic acid from licorice roots (*Glycyrrhiza glabra L.*) by isoelectric focused adsorptive bubble chromatography. Journal of analytical methods in chemistry, 2016.

KARİK, Ü., and AZKAN, N., 2011. farkli dikim araliklarinin limonotu (*lippia citriodora l,)* bitkisinde herba ve uçucu yağ verimi ile uçucu yağin kalite özelliklerine etkisi, Bahçe, 40(1):23-34.

KASAPOĞLU, K. N., DEMIRCAN, E., ÖZGÜVEN, M., and ÖZÇELIK, B. 2020. Siyah Kuşburnu Meyvesinden Süperkritik CO2 Ekstraksiyonu ile Doğal

Pigment Eldesinin Yüzey Yanıt Yöntemi Kullanılarak Modellenmesi ve Optimizasyonu, Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi, (20): 16-23.

KOÇ, M,. SAKIN, M,. and ERTEKIN, F. K., 2010. Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 16(1): 77-86.

KÖROĞLU, A., ALTANLAR, N., KENDİR, G., and ŞİMŞEK, D., 2015. Piyasada satışa sunulan Aloysia citriodora Palau örneklerinin antioksidan kapasite ve mikrobiyolojik kontaminasyon yönünden incelenmesi, Türk Mikrobiyoloji Cemiyeti Dergisi, 45(3): 136-144.

KURT, P., and KARAOĞUL, E., 2018. Medicinal and aromatic plants sold in the herbalists in Bartın and their export and import situations in Turkey, Bartın Orman Fakültesi Dergisi, 20(1): 73-80.

LARSDOTTER-MELLSTRÖM, H., ERIKSSON, K., LIBLIKAS I. I., WIKLUND, C., BORG-KARLSON, A. K., NYLIN, S., CARLSSON, M. A., 2016. It's all in the mix: blend-specific behavioral response to a sexual pheromone in a butterfly, Frontiers in Physiology, 7 : 68.

LIRA, P. D. L., VAN BAREN, C. M., RETTA, D., BANDONI, A. L., GIL, A., GATTUSO, M., and GATTUSO, S., 2008. Characterization of lemon verbena (*Aloysia citriodora Palau*) from Argentina by the essential oil, Journal of Essential Oil Research, 20(4): 350-353.

MASHAYEKHI-SARDOO, H., RAZAVI, B. M., EKHTIARI, M., KHERADMAND, N., and IMENSHAHIDI, M., 2020. Gastroprotective effects of both aqueous and ethanolic extracts of Lemon verbena leaves against indomethacin-induced gastric ulcer in rats, Iranian Journal of Basic Medical Sciences, 23(12): 1639-1646.

MCDOUGALL, G. J., SHPIRO, F., DOBSON, P., SMITH, P., BLAKE, A., and STEWART, D., 2005. Different polyphenolic components of soft fruits inhibit α-amylase and α-glucosidase, Journal of agricultural and food chemistry, 53(7):2760-2766.

MUHOZA, B., XIA, S., WANG, X., ZHANG, X., LI, Y., and ZHANG, S., 2020. Microencapsulation of essential oils by complex coacervation method: preparation, thermal stability, release properties and applications, Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 1-20.

NURALIN, L,. TOSUN, A., EROL, F., AKGÜN, F., ve GÜRÜ, M., 2017. Süper kritik CO2 özütlemesi ile iğde çekirdeklerinden quercetin miktarının yüzey cevap metodu ile optimizasyonu , Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi , 32 (4) : 1233-1242.

OZCAN, T., AKPINAR-BAYIZIT, A., YILMAZ-ERSAN, L., and DELIKANLI, B., 2014. Phenolics in human health, International Journal of chemical engineering and applications, 5(5): 393.

PORRAS-SAAVEDRA, J., PALACIOS-GONZÁLEZ, E., LARTUNDO-ROJAS, L., GARIBAY-FEBLES, V., YÁÑEZ-FERNÁNDEZ, J., HERNANDEZ-SANCHEZ, H., ALAMILLA-BELTRAN, L., 2015. Microstructural properties

and distribution of components in microparticles obtained by spray-drying, Journal of food engineering, 152: 105-112.

PRADO, J. M., VEGGI, P. C., and MEIRELES, M, A. A., 2014. Supercritical Fluid Extraction Of Lemon Verbena (sf *Aloysia triphylla*): Process Kinetics and Scale-Up, Extract Chemical Composition and Antioxidant Activity, and Economic Evaluation, Separation Science and Technology, 49(4): 569-579.

PROCHÁZKOVÁ, D., BOUŠOVÁ, I., and WILHELMOVÁ, N., 2011. Antioxidant and prooxidant properties of flavonoids, Fitoterapia, 82(4): 513-523.

PROESTOS, C., and KOMAITIS, M., 2008, Application of microwave-assisted extraction to the fast extraction of plant phenolic compounds, LWT-Food Science and Technology, 41(4): 652-659.

QUISPE-CONDORI, S., SALDAÑA, M. D., and TEMELLI, F., 2011. Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying, LWT-Food Science and Technology, 44(9): 1880-1887.

RAVENTÓS, M., DUARTE, S., and ALARCÓN, R., 2002. Application and possibilities of supercritical CO_2 extraction in food processing industry: an overview, Food Science and Technology International, 8(5): 269-284.

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(9-10): 1231-1237,

REZENDE, Y. R. R. S., NOGUEIRA, J. P., and NARAIN, N., 2018. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata DC*) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization, Food chemistry, 254: 281-291.

ROIDAKI, A., ZOUMPOULAKIS, P. G., and PROESTOS, C., 2015. Comparison of extraction methods for the determination of antioxidant activity in extracts of *Hippophae rhamnoides L*, and *Lippia citriodora*, The effect of seasonal collection, Austin Journal of Nutrition and Food Sciences, 3(1): 1057.

SAIKIA, S., MAHNOT, N. K., and MAHANTA, C. L., 2015. Optimisation of phenolic extraction from Averrhoa carambola pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying, Food chemistry, 171: 144-152.

SANTOS-GOMES, P. C., FERNANDES-FERREIRA, M., and VICENTE, A. M., 2005.Composition of the essential oils from flowers and leaves of vervain [*Aloysia triphylla (L'Herit,) Britton*] grown in Portugal, Journal of Essential Oil Research, 17(1): 73-78.

SILVA, K. A., COELHO, M. A. Z., CALADO, V. M., and ROCHA-LEÃO, M. H., 2013. Olive oil and lemon salad dressing microencapsulated by freeze-drying, LWT-Food Science and Technology, 50(2): 569-574.

SINGLETON, V. L., and ROSSI, J. A., 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents, American journal of Enology and Viticulture, 16(3): 144-158.

SOLOMOU, A. D., SKOUFOGIANNI, E., and KAMPERLLARI, F., 2017. Patterns of herbaceous plant species richness, composition and soil properties in an organic cultivation" *Lemon verbena*" and abandoned agroecosystems of Greece, Poljoprivreda i Sumarstvo, 63(4): 35-42.

SOUZA, M. A., GUZATTI, J. G., MARTELLO, R. H., SCHINDLER, M. S., CALISTO, J. F., MORGAN, L, V,, MÜLLER, L. G., 2020. Supercritical CO_2 extraction of *Aloysia gratissima* leaves and evaluation of anti-inflammatory activity, The Journal of Supercritical Fluids, 159: 104-753.

SUNA, S. B. INCEDAYI, C. E. TAMER, G. OZCAN-SINIR, Ö. U. ÇOPUR, 2019. *Lemon verbena* (*Lippia citriodora Kunth*) beverages: physicochemical properties, contents of total phenolics and minerals, and bioaccessibility of antioxidants, Italian Journal of Food Science, 31(1).

SPIRIDON, I., PADURARU, O. M., RUDOWSKI, M., KOZLOWSKI, M., DARIE, R. N., 2012. Assessment of Changes Due to Accelerated Weathering of Low-Density Polyethylene/Feather Composites, Industrial & Engineering Chemistry Research 51: 7279-86.

STATION, O. S. U. A. E., and WROLSTAD, R. E. Color and pigment analyses in fruit products: Corvallis Or : Agricultural Experiment Station, Oregon State University.

TATAR, F., TUNÇ, M. T., DERVISOGLU, M., CEKMECELIOGLU, D., and KAHYAOGLU, T., 2014. Evaluation of hemicellulose as a coating material with gum arabic for food microencapsulation, Food Research International, 57: 168-175.

TEMEL, M., TİNMAZ, A. B., ÖZTÜRK M., and GÜNDÜZ, O., 2018. Dünyada ve Türkiye'de tıbbi-aromatik bitkilerin üretimi ve ticareti, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi, 21: 198-214.

TROLLER, J. A., (980, Influence of water activity on microorganisms in foods, Food Technology (USA).

TURCHIULI, C., FUCHS, M., BOHIN, M., CUVELIER, M. E., ORDONNAUD, C., PEYRAT-MAILLARD, M., and DUMOULIN, E., 2005. Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration, Innovative Food Science and Emerging Technologies: 6(1): 29-35.

TYAGI, V., KAUSHIK, S., TYAGI, S., and AKIYAMA, T., 2011. Development of phase change materials based microencapsulated technology for buildings: a review, Renewable and sustainable energy reviews, 15(2): 1373-1391,.

WADA, L., and OU, B., 2002. Antioxidant activity and phenolic content of Oregon caneberries, Journal of Agricultural and Food Chemistry, 50(12): 3495-3500.

YAMAN, T., and KULEAŞAN, Ş. 2016. Uçucu Yağ Elde Etmede Gelişmiş Ekstraksiyon Yöntemleri, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 7(Özel Sayı 1): 78-83.

ZHISHEN, J., MENGCHENG, T., and JIANMING, W., 1999. The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals, Food chemistry, 64(4): 555-559.

YAYINLAR

1- **SALİHA ÖZER**, SÜMEYRA AL, ABDULHALIK UĞURTAY, EYYÜP KARAOĞUL (2019), Anadolu Sığla *(Liquidambar orientalis* Miller*)* Yağının Çeşitli Alanlarda Kullanım Olanaklarının Araştırılması, 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s,352-360.

2- ABDULHALIK UĞURTAY, **SALİHA ÖZER**, SÜMEYRA AL, EYYÜP KARAOĞUL (2019), Mısır Nişastasının Asetillendirilmesi ve FT-IR ile Yapısal Özelliklerinin Belirlenmesi. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s.329-340.

3- EYYÜP KARAOĞUL, SÜMEYRA AL, **SALİHA ÖZER**, ABDULHALIK UĞURTAY (2019). *Sinapis alba* (Akhardal) Bitkisinin Farklı Polaritedeki Çözücülerle Ekstraksiyonu ve Karakterizasyonu. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi. 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s,316-328.

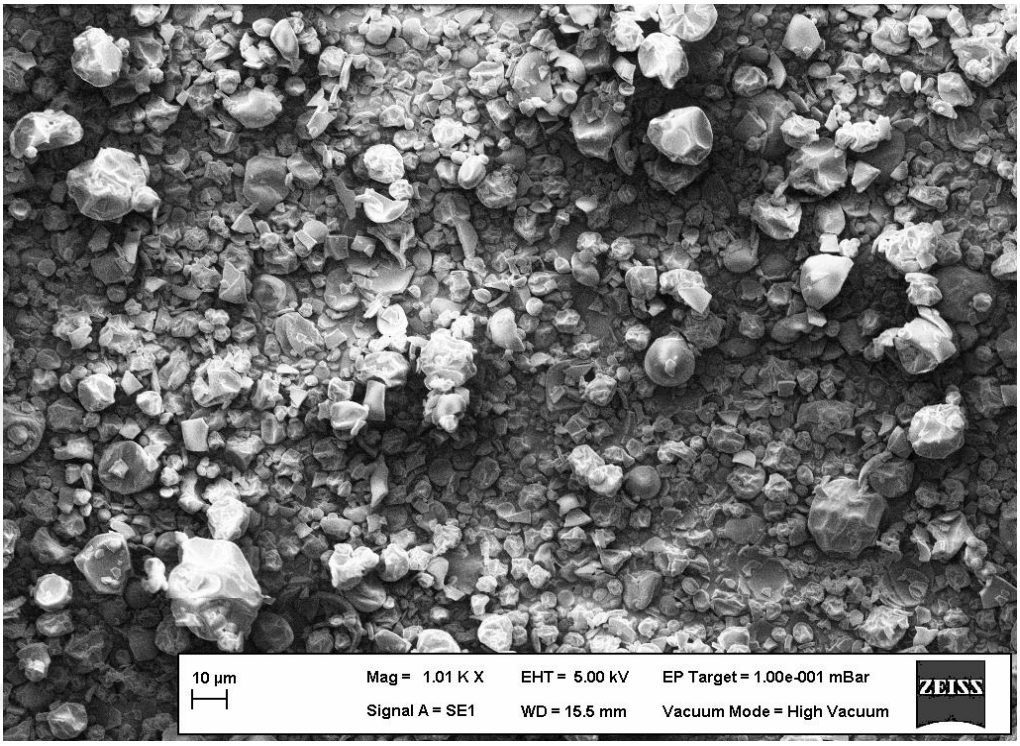
4- SÜMEYRA AL, ABDULHALIK UĞURTAY, **SALİHA ÖZER**, EYYÜP KARAOĞUL (2019). Mikrodalga, Geleneksel ve Maserasyon Ekstraksiyon Yöntemleri ile Trüf mantarı (*Tuber aestivum*) Ekstrelerinin Fizikokimyasal Özellikleri. 1. Uluslararası GAP Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi, 29 Kasım-1 Aralık, Şanlıurfa, s.341-351.

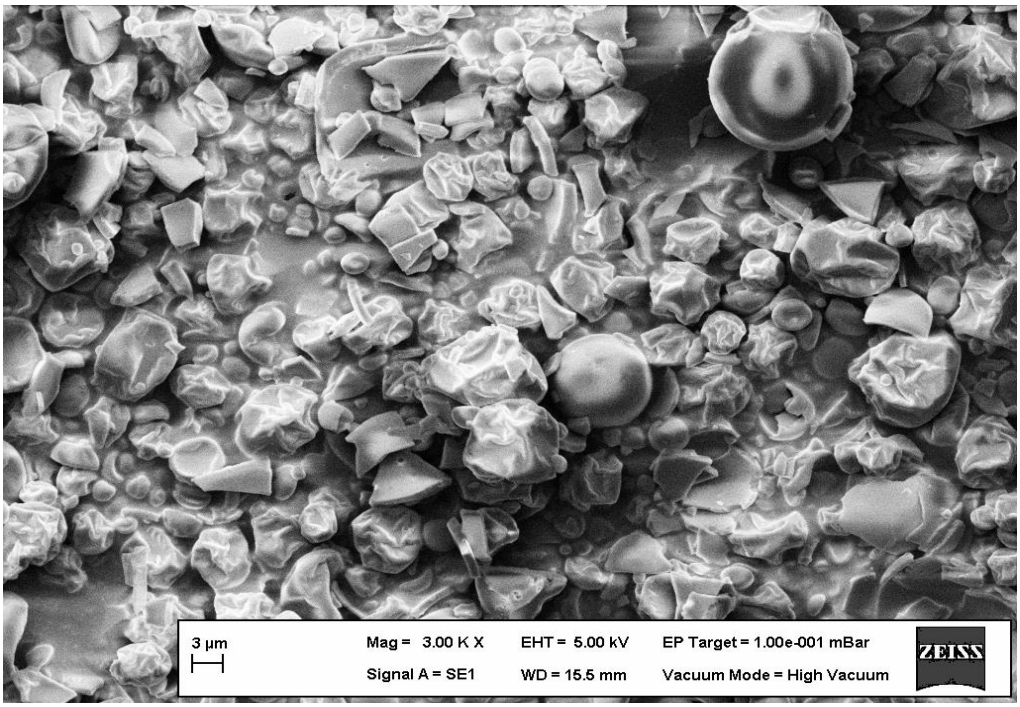
5- **SALİHA ÖZER**, EYYÜP KARAOĞUL (2020). *Lemon verbena* Otu ile Süperkritik CO_2 Ekstraksiyon Cihazı Optimizasyonu. International Marmara Sciences Congress, 4-5 December, Kocaeli, s.553-559.

6- ZEYNEP RUKSAN ÇAVUŞ, EYYÜP KARAOĞUL, **SALİHA ÖZER** (2020). Bulgur Kaynatma Suyu ile Yapılan Şalgam Duyusal Özelliklerinin Araştırılması. International Marmara Sciences Congress, 4-5 December, Kocaeli, s.559-564.

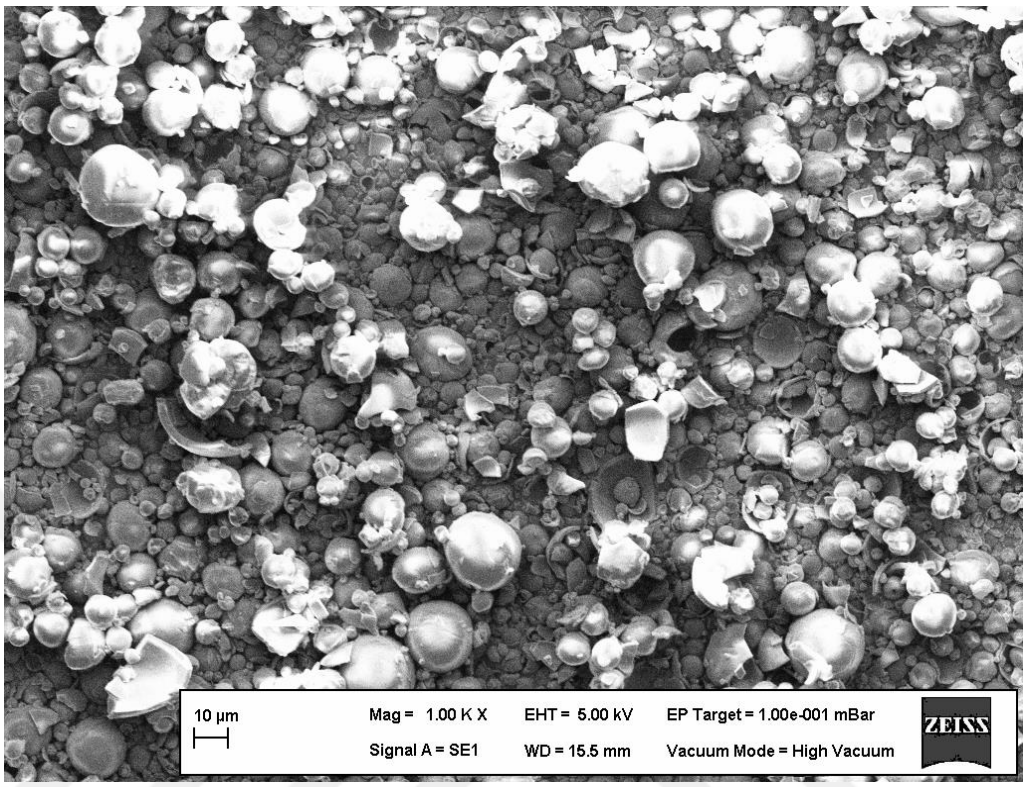
EKLER

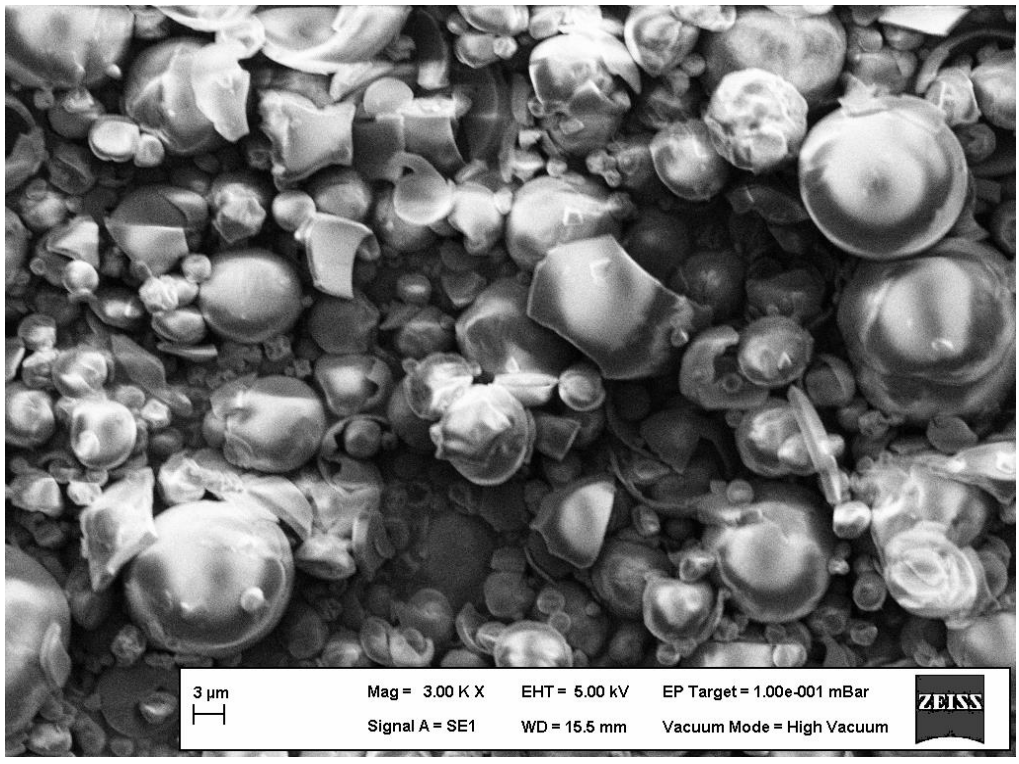
EK 1. Süperkritik CO_2 etanol ekstresinin püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlarının SEM görüntüleri



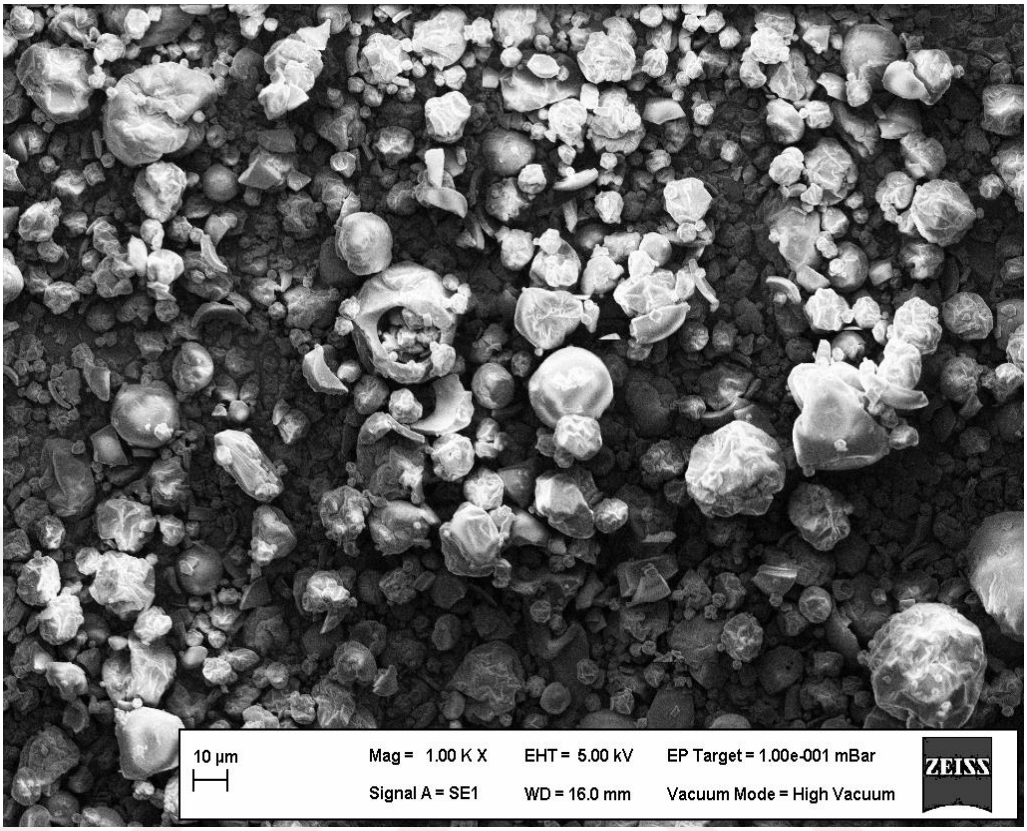


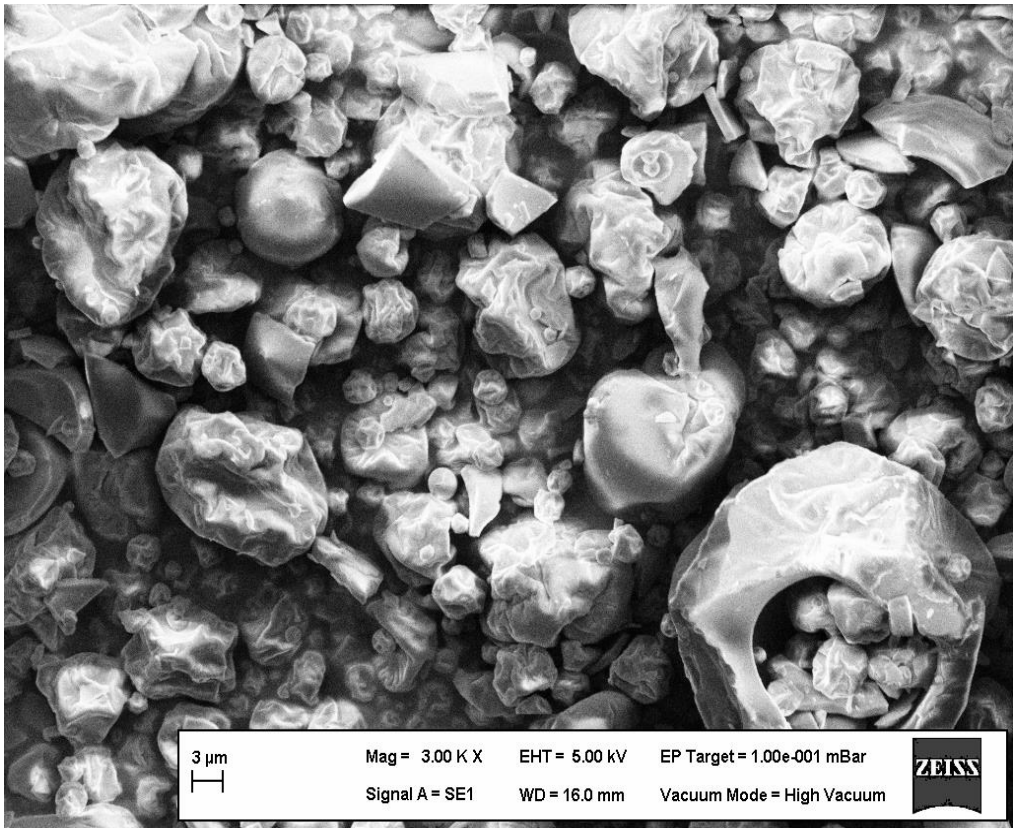
EK 2. Süperkritik CO_2 hegzan ekstresinin püskürtmeli kurutma ile elde edilen tozlarının SEM görüntüleri



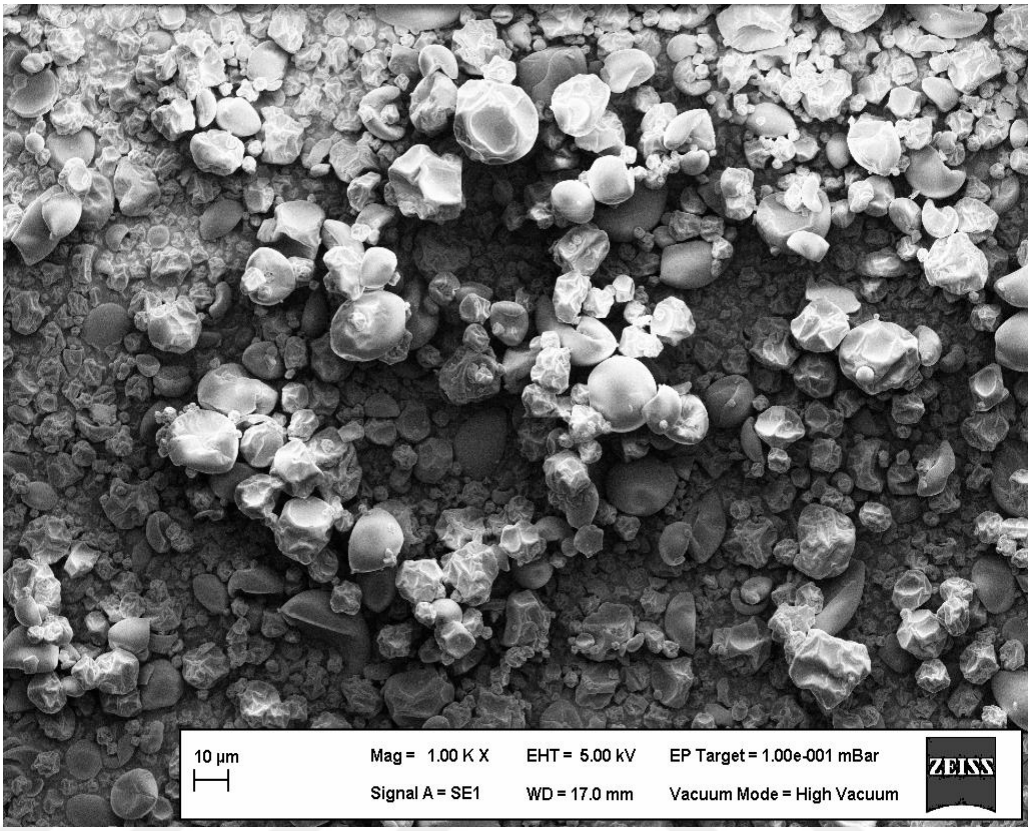


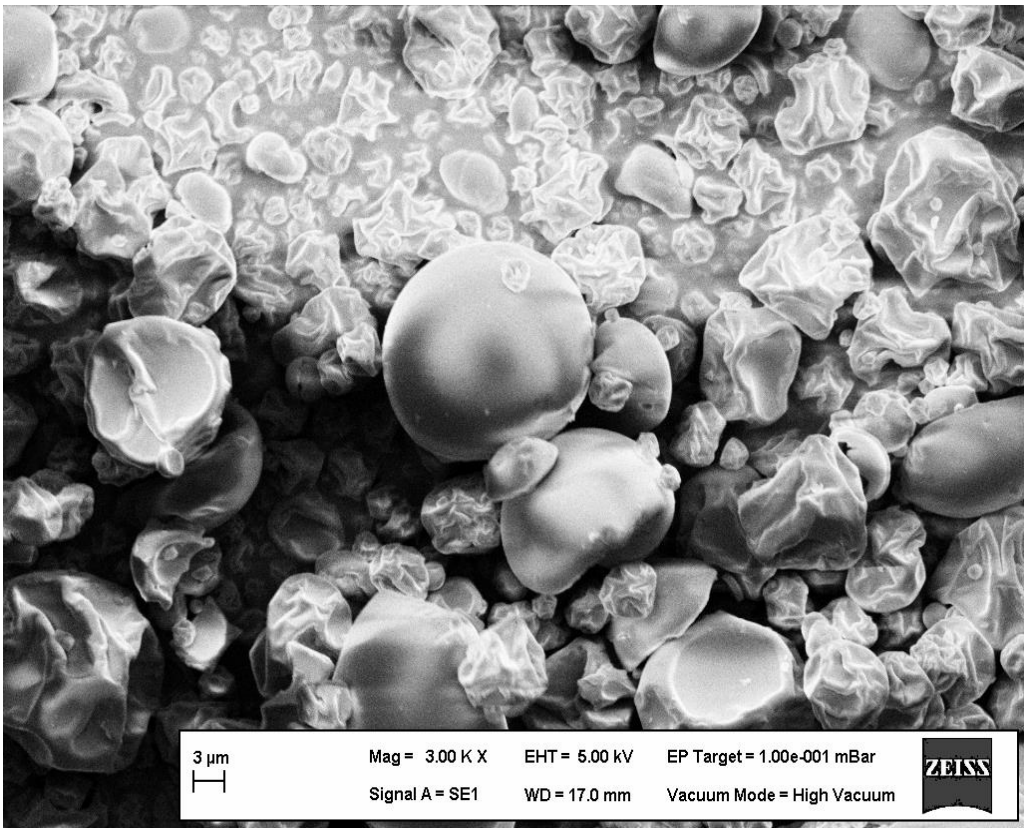
EK 3. Geleneksel safsu ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



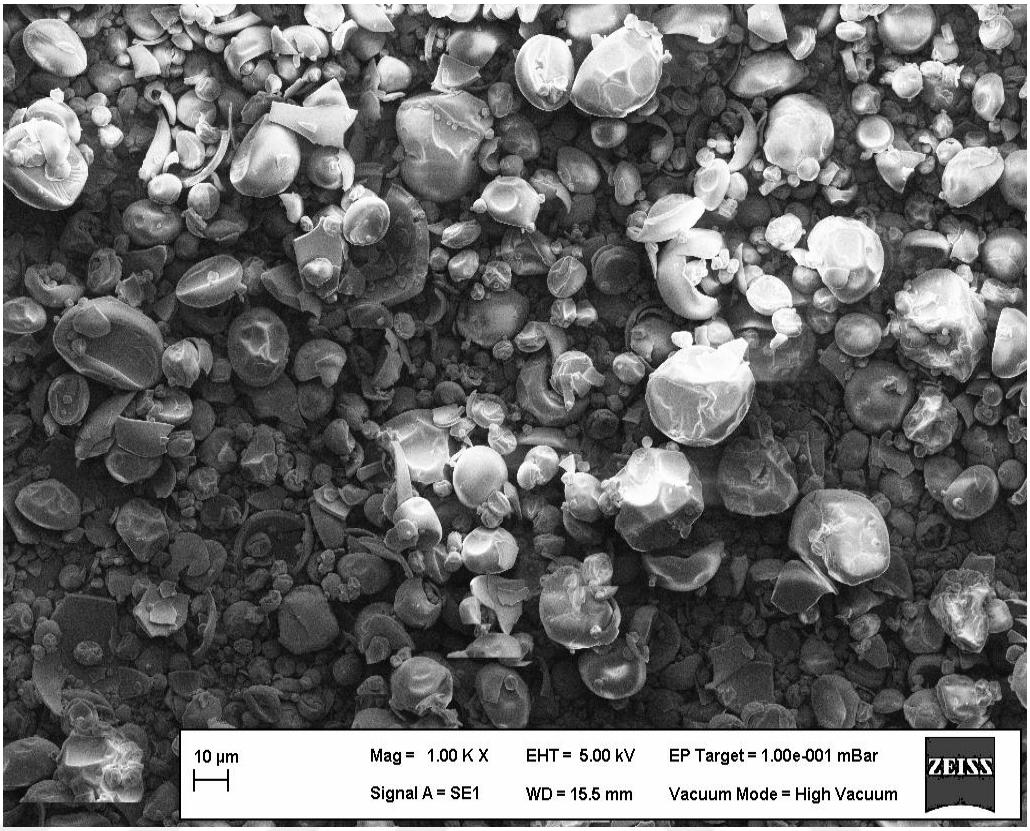


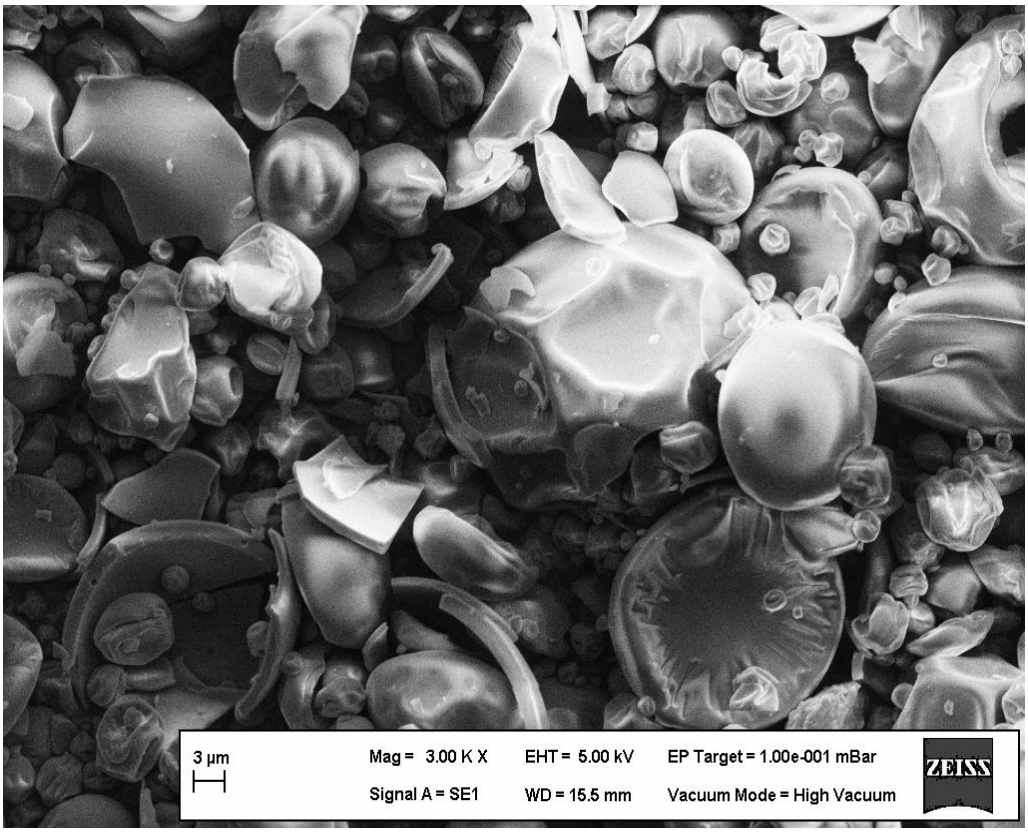
EK 4. Geleneksel etanol ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



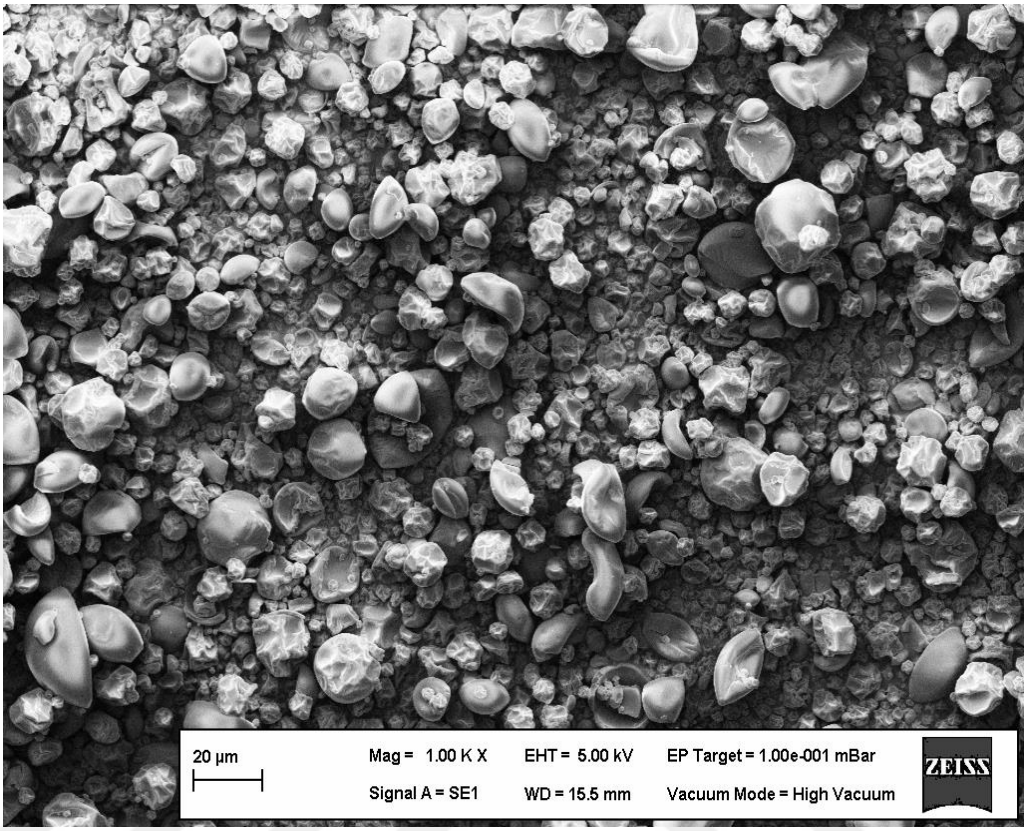


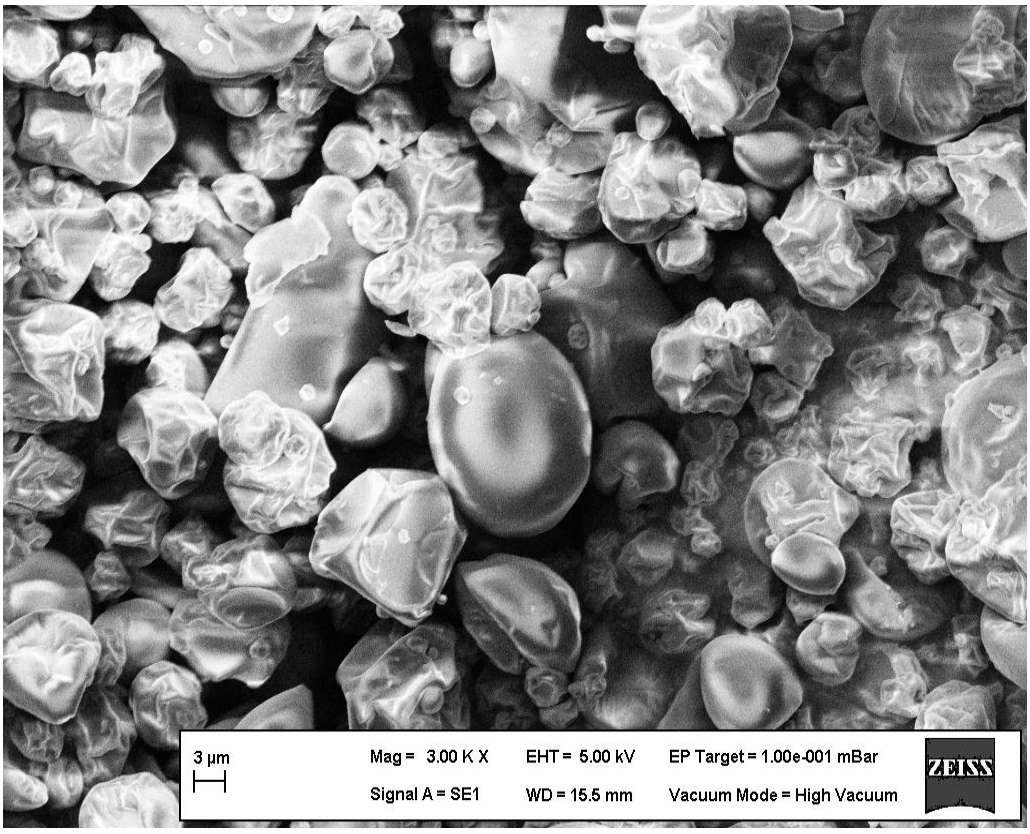
EK 5. Geleneksel hekzan ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



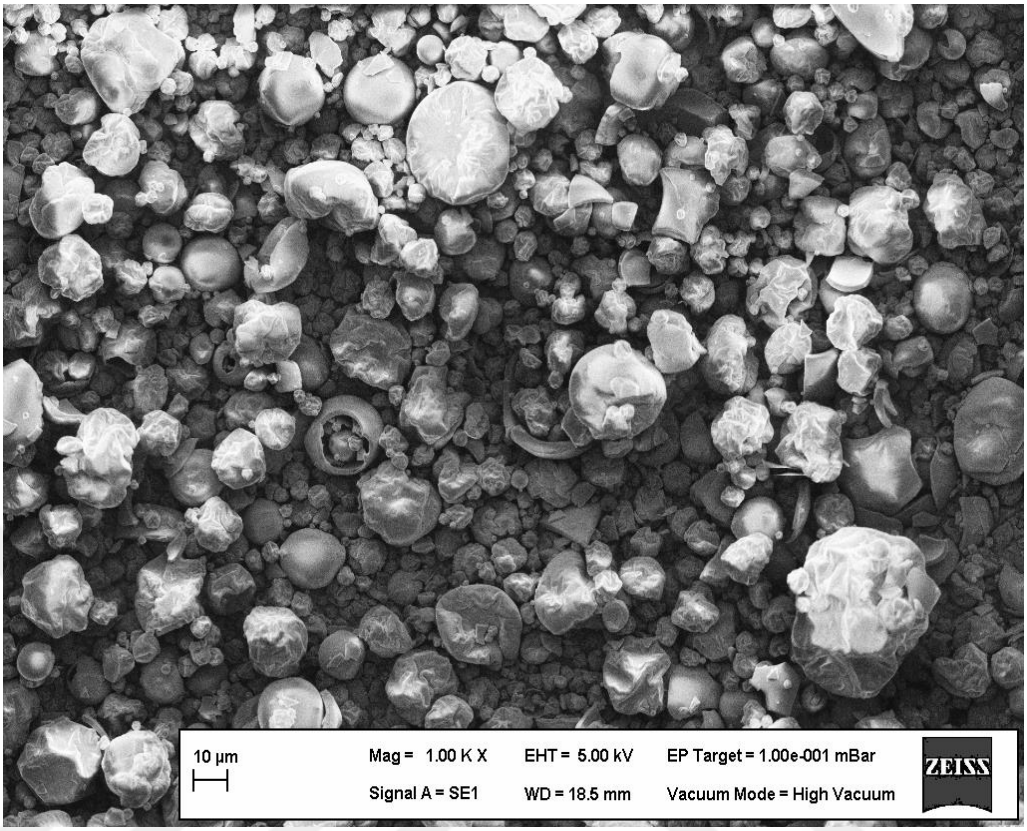


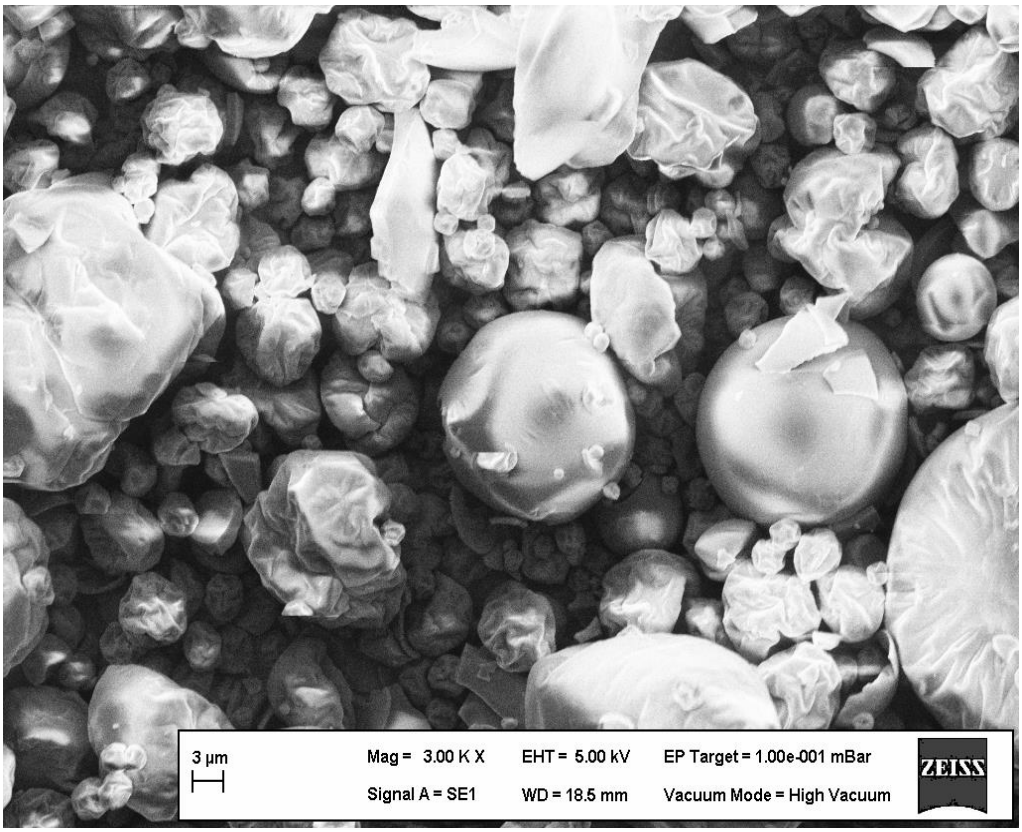
EK 6. Geleneksel uçucu yağının Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



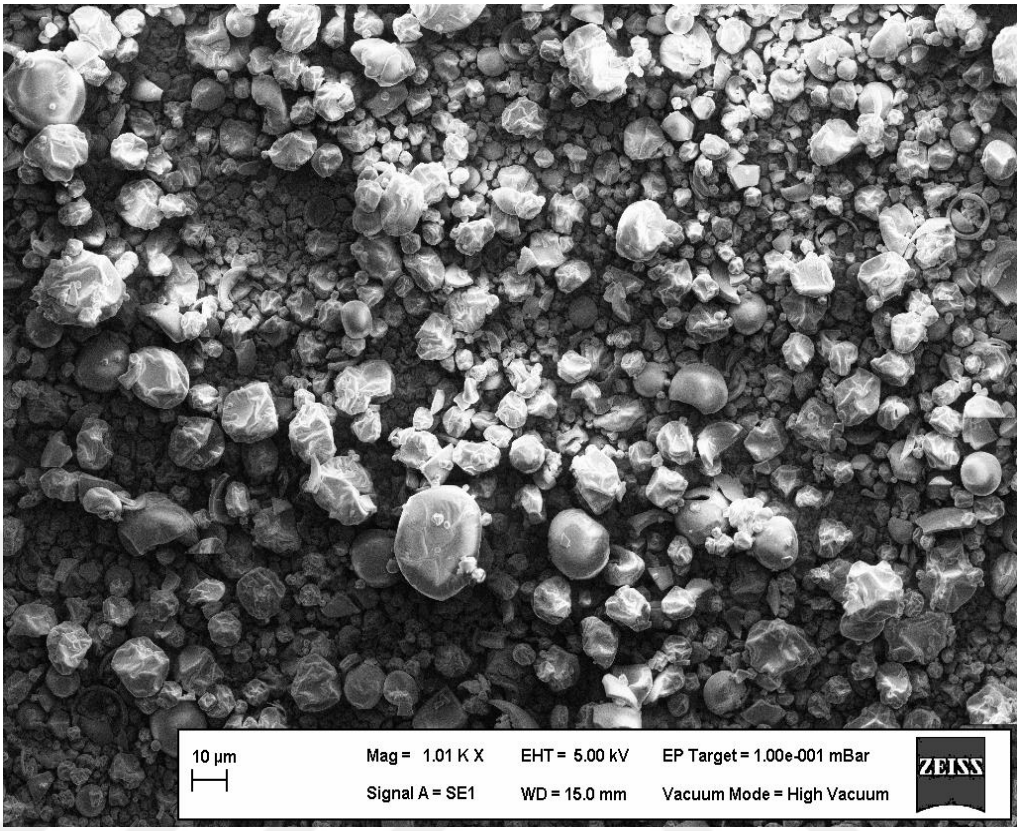


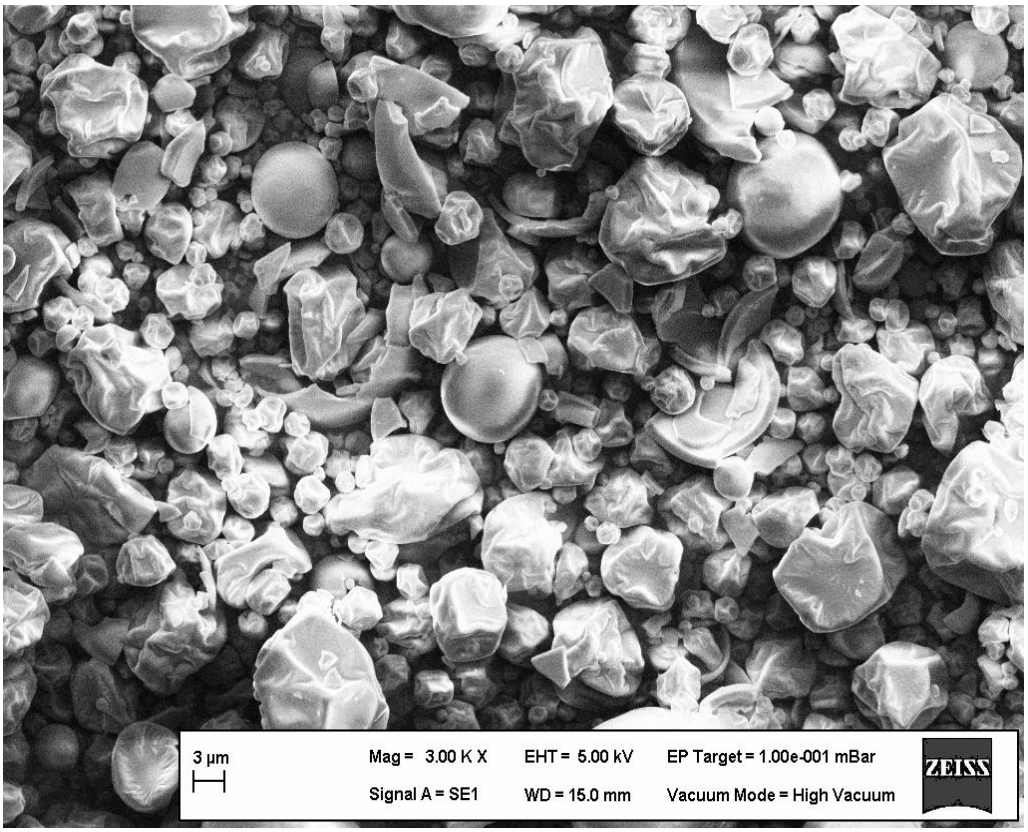
EK 7. Mikrodalga safsu ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



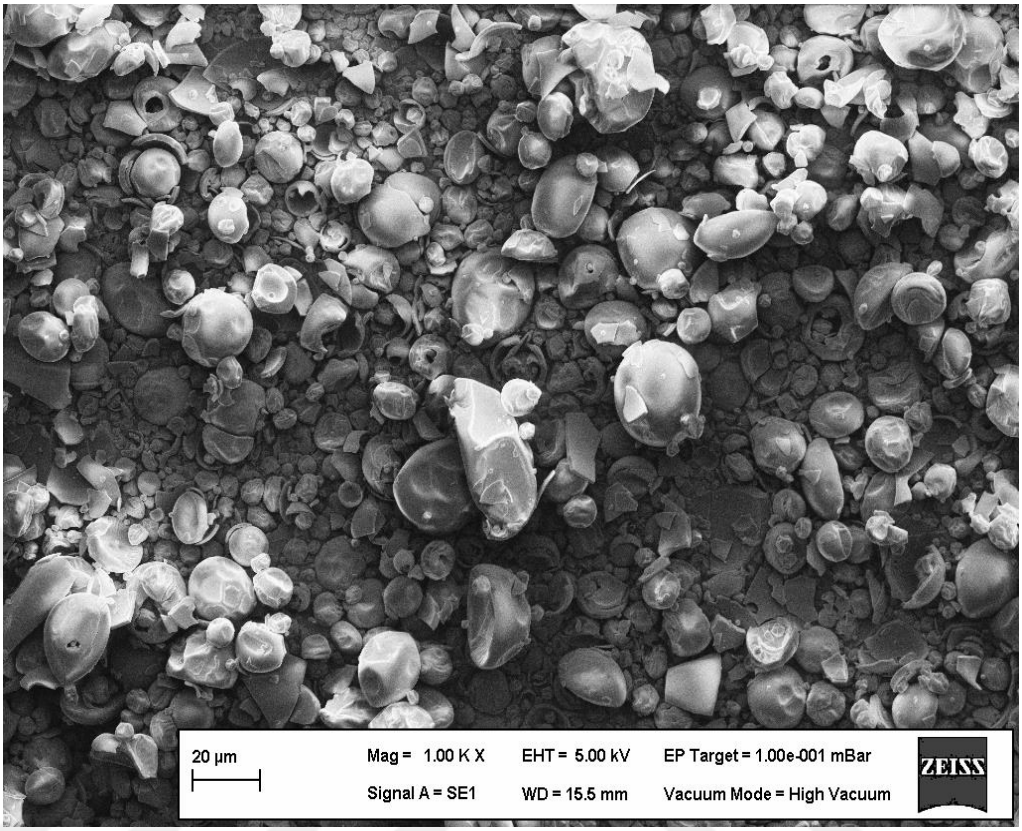


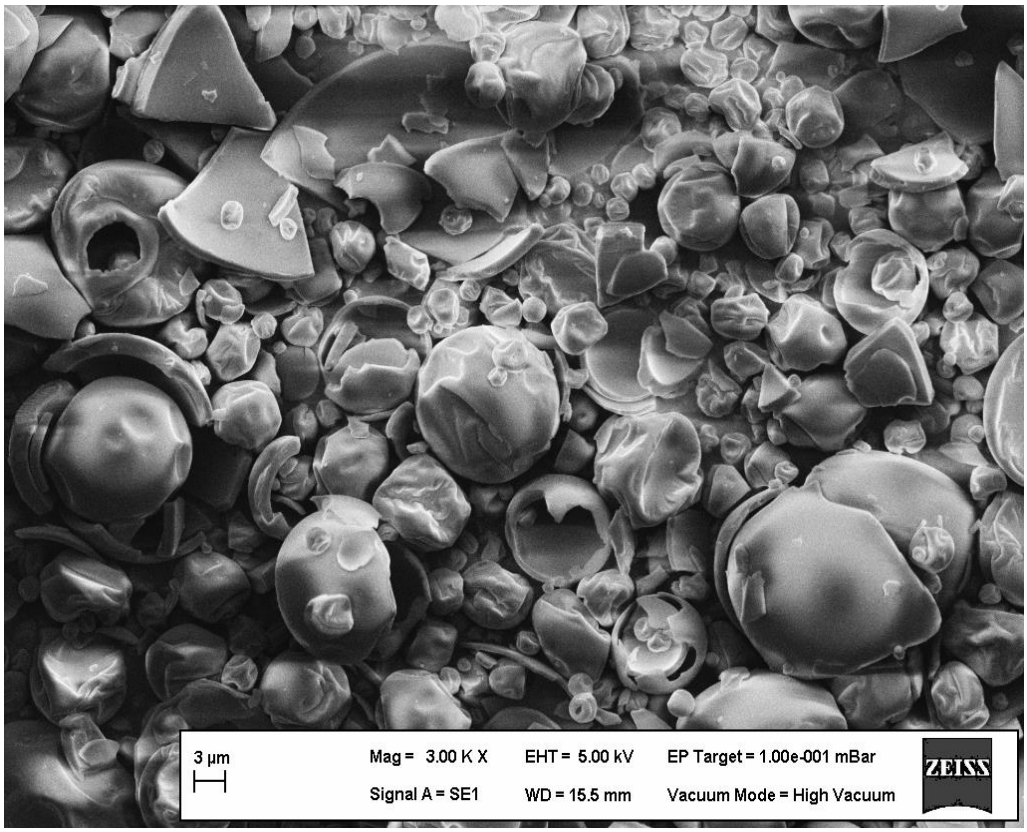
EK 8. Mikrodalga etanol ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



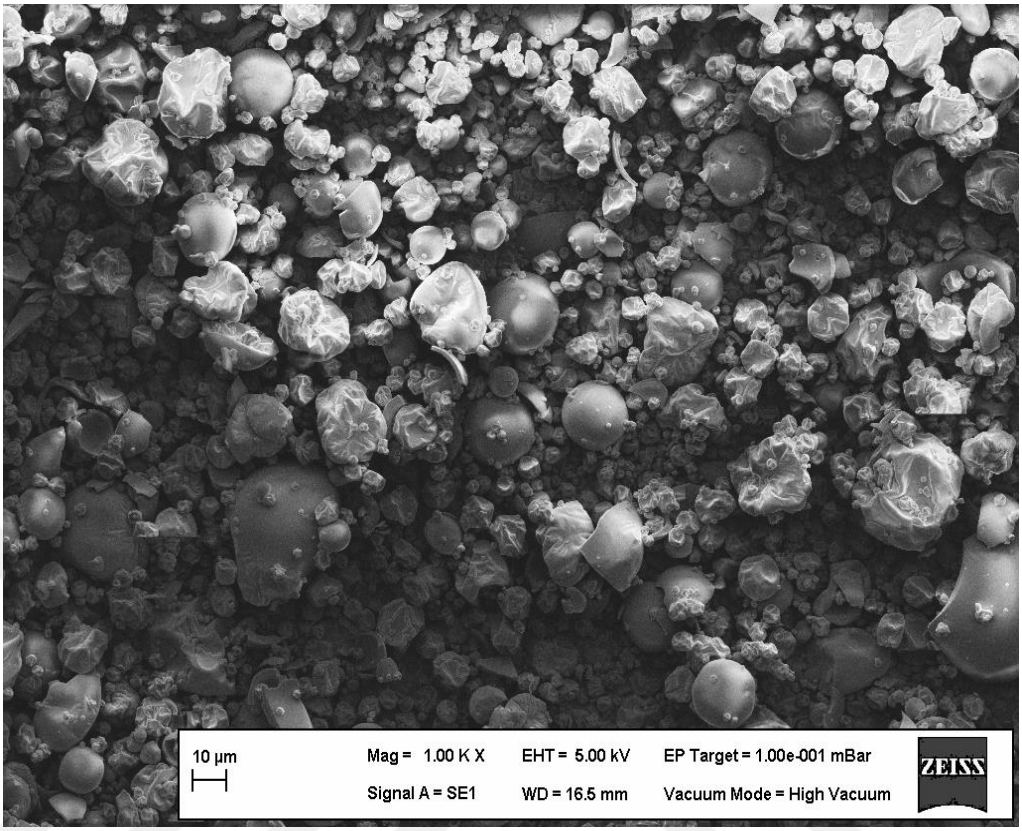


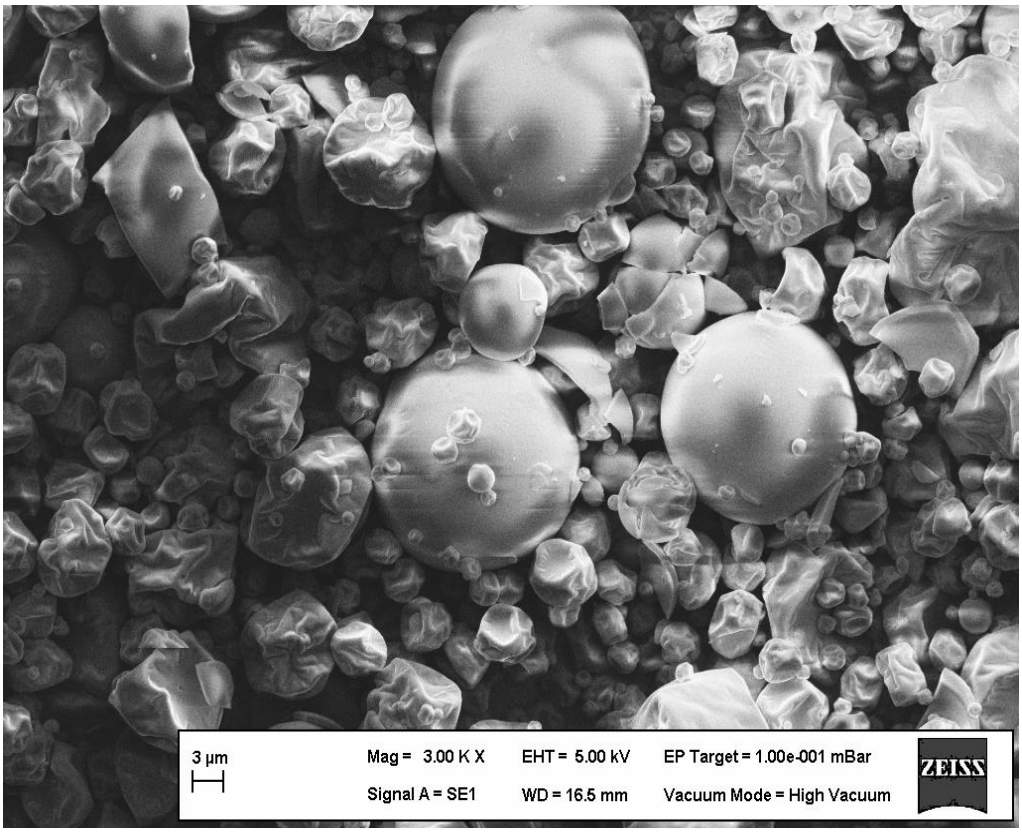
EK 8. Mikrodalga hekzan ekstresinin Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



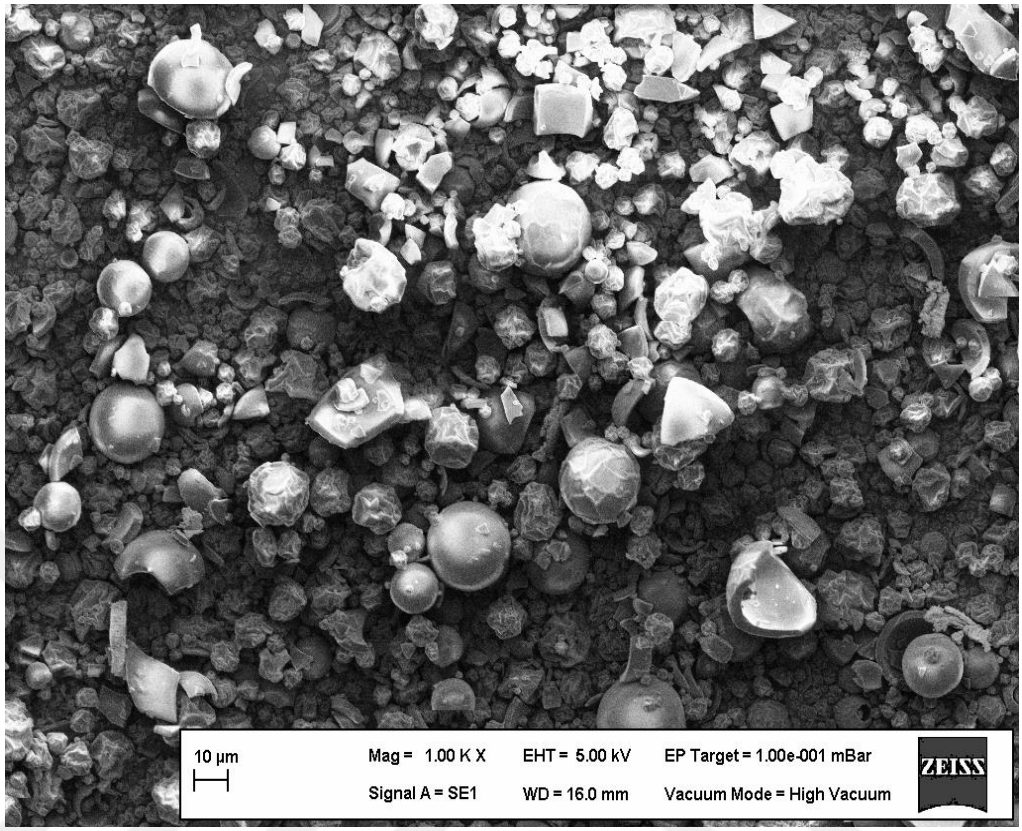


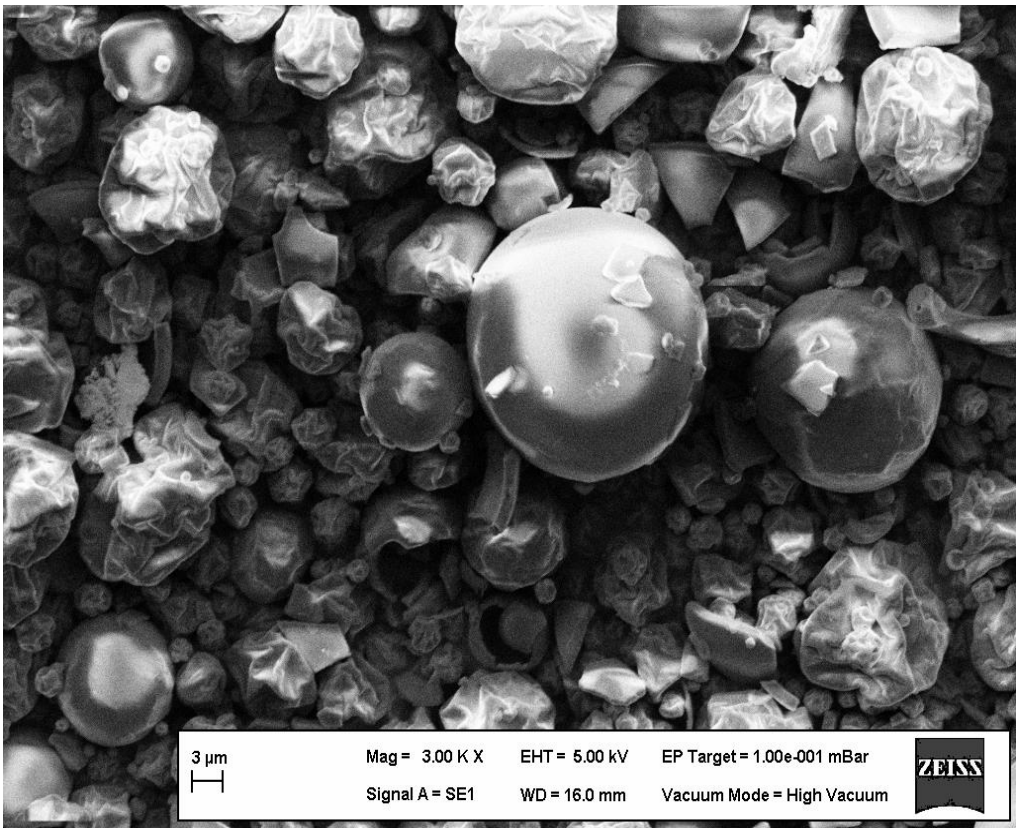
EK 9. Mikrodalga uçucu yağının Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



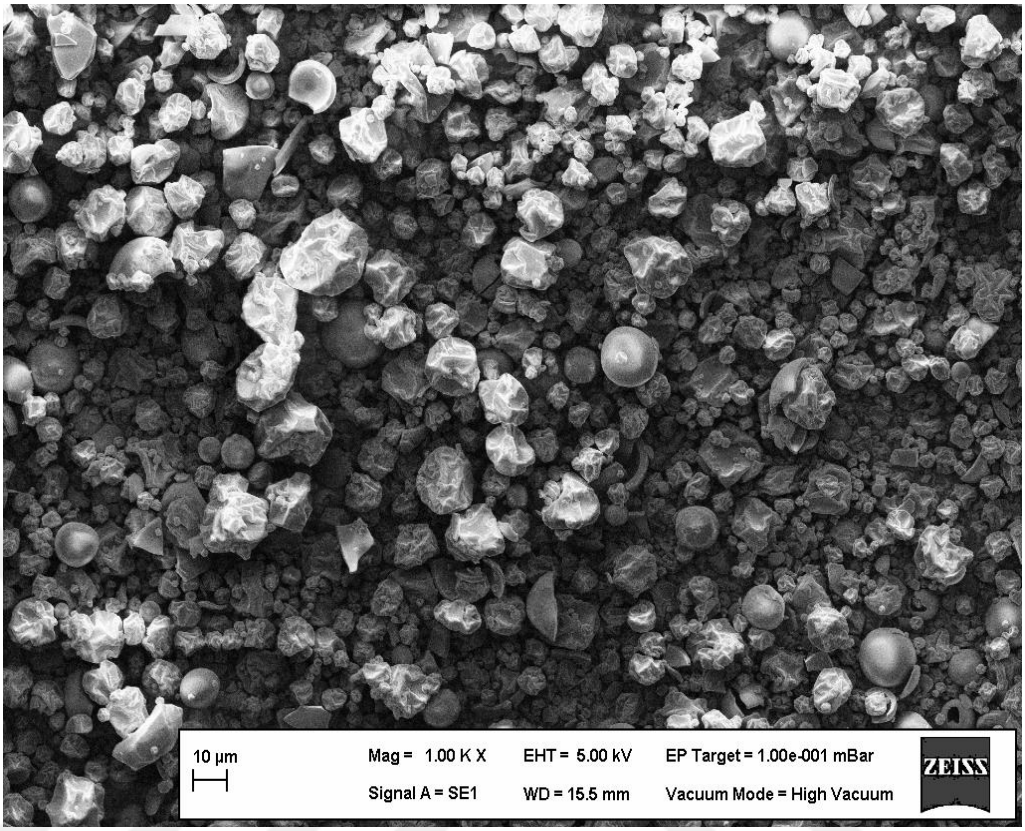


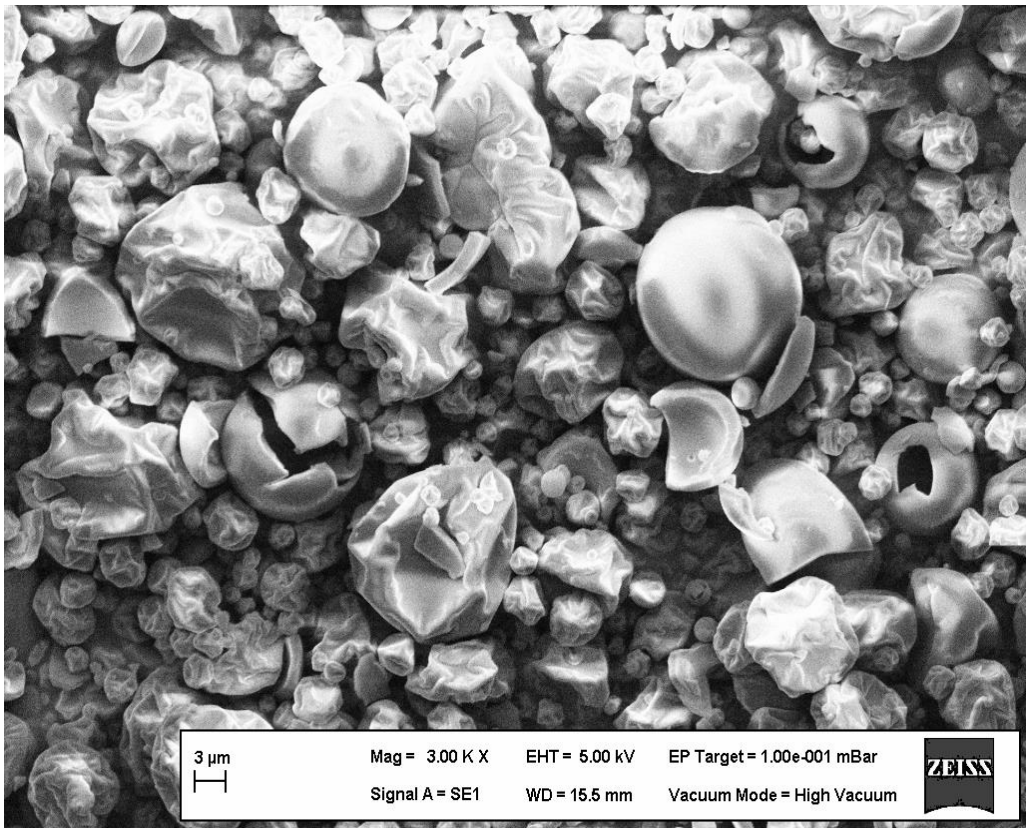
EK 10. Maserasyon safsu Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri





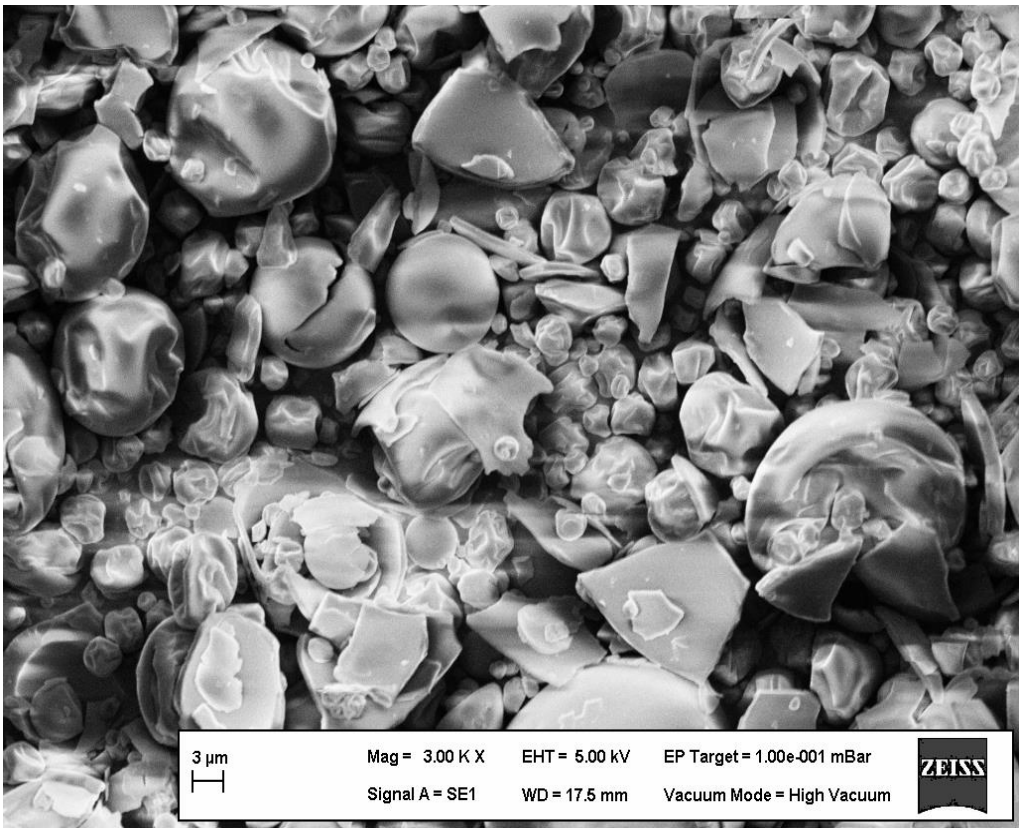
EK 11. Maserasyon etanol Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



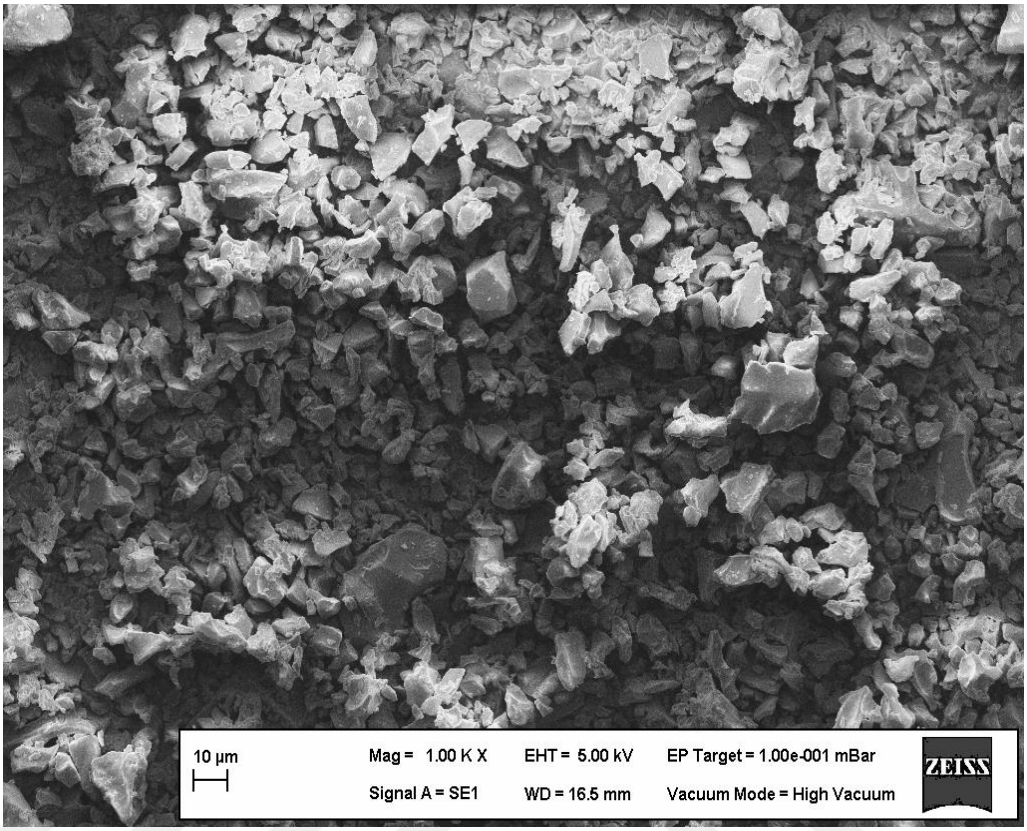


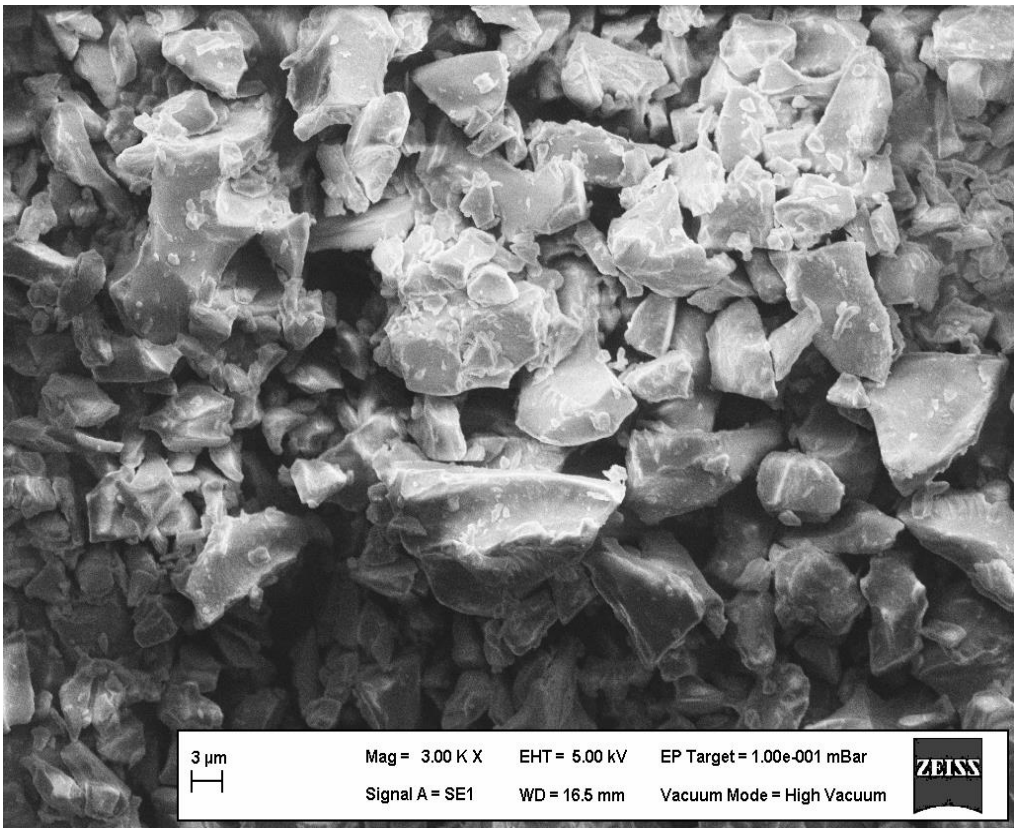
EK 12. Maserasyon hekzan Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



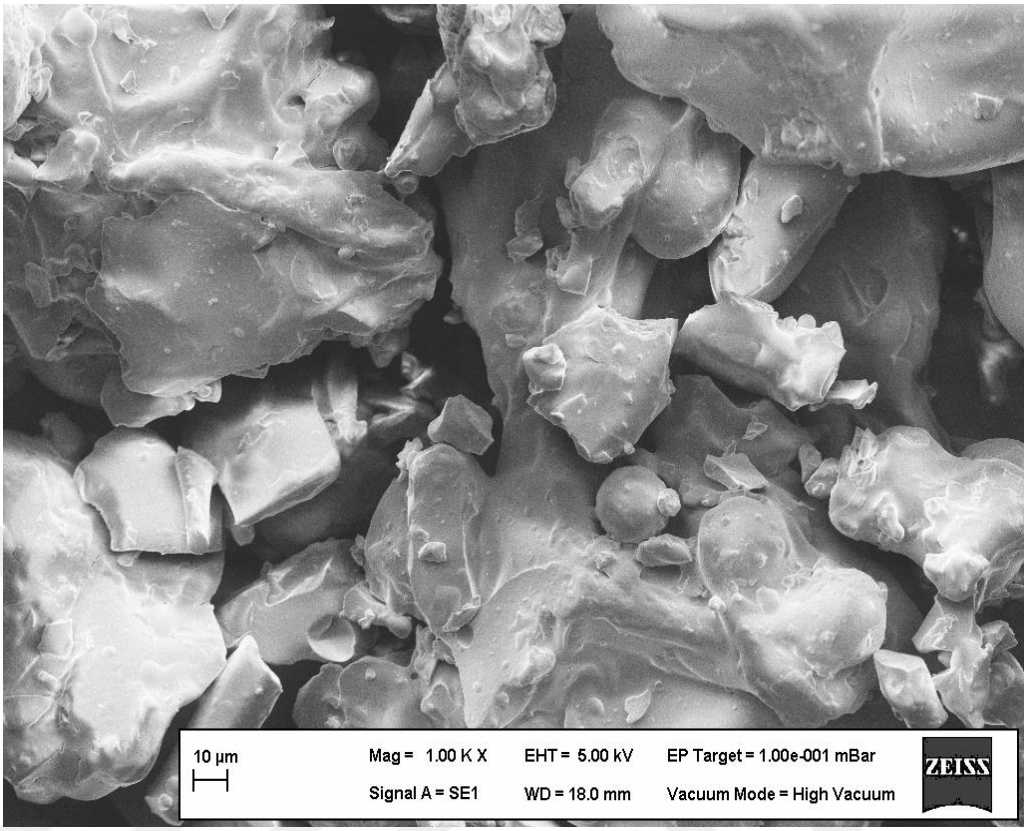


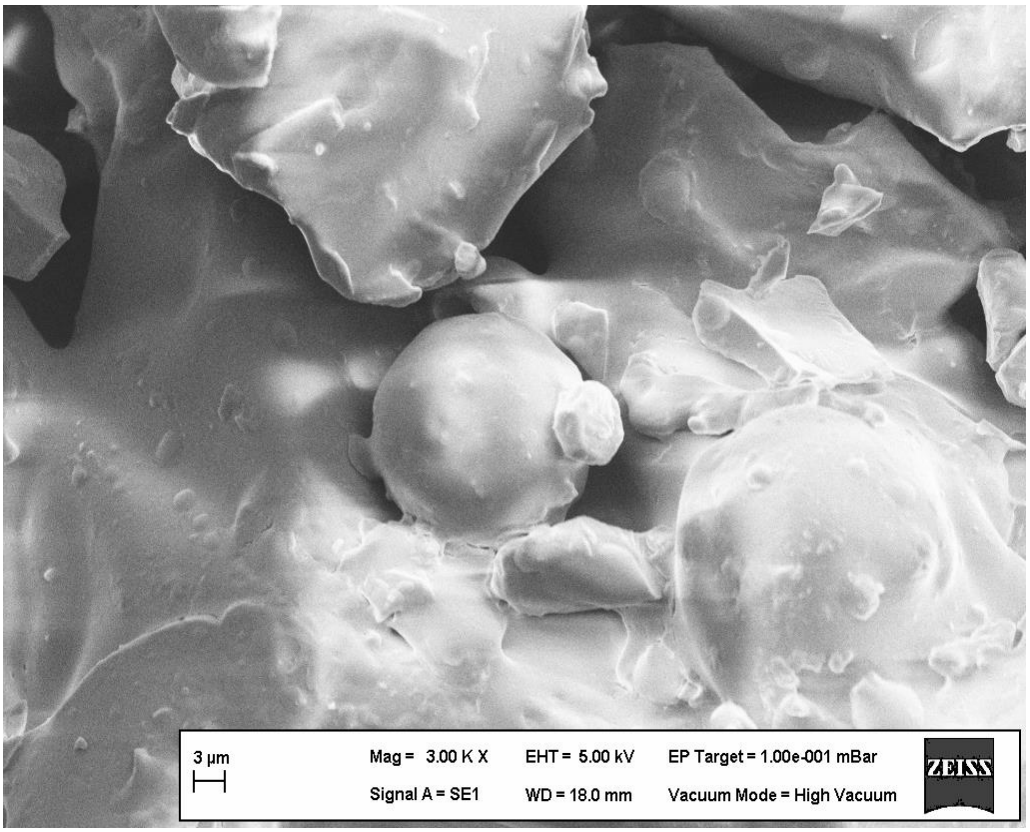
EK 13. Geleneksel safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



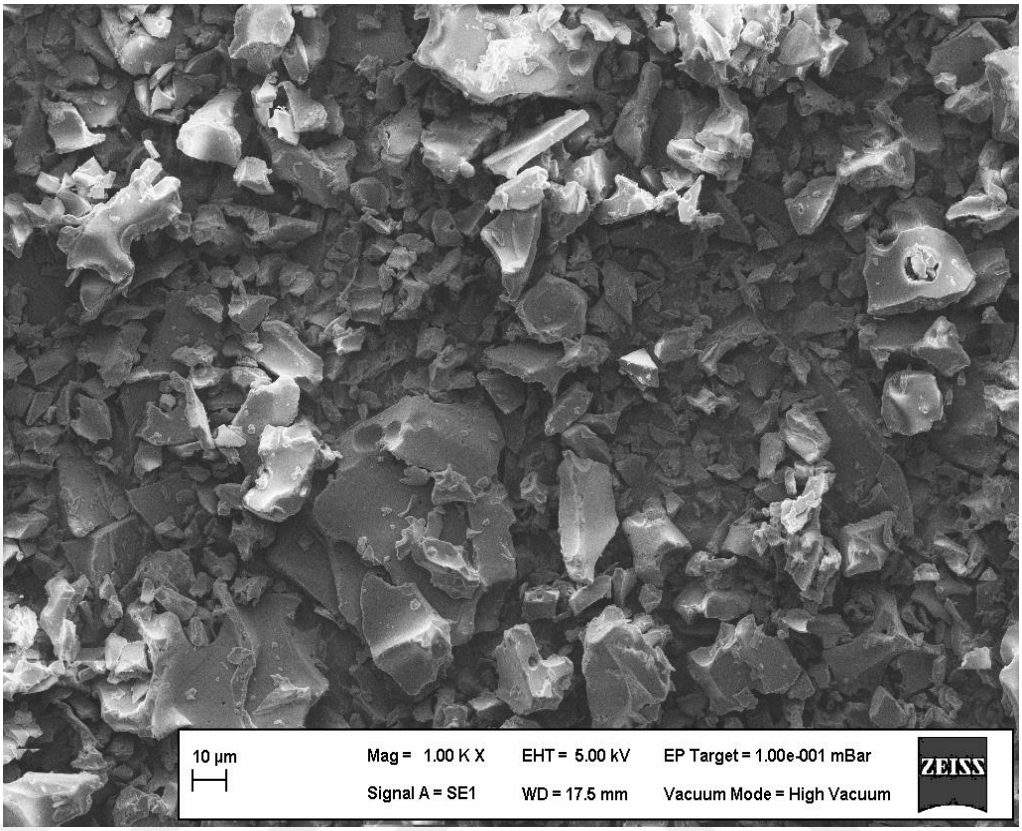


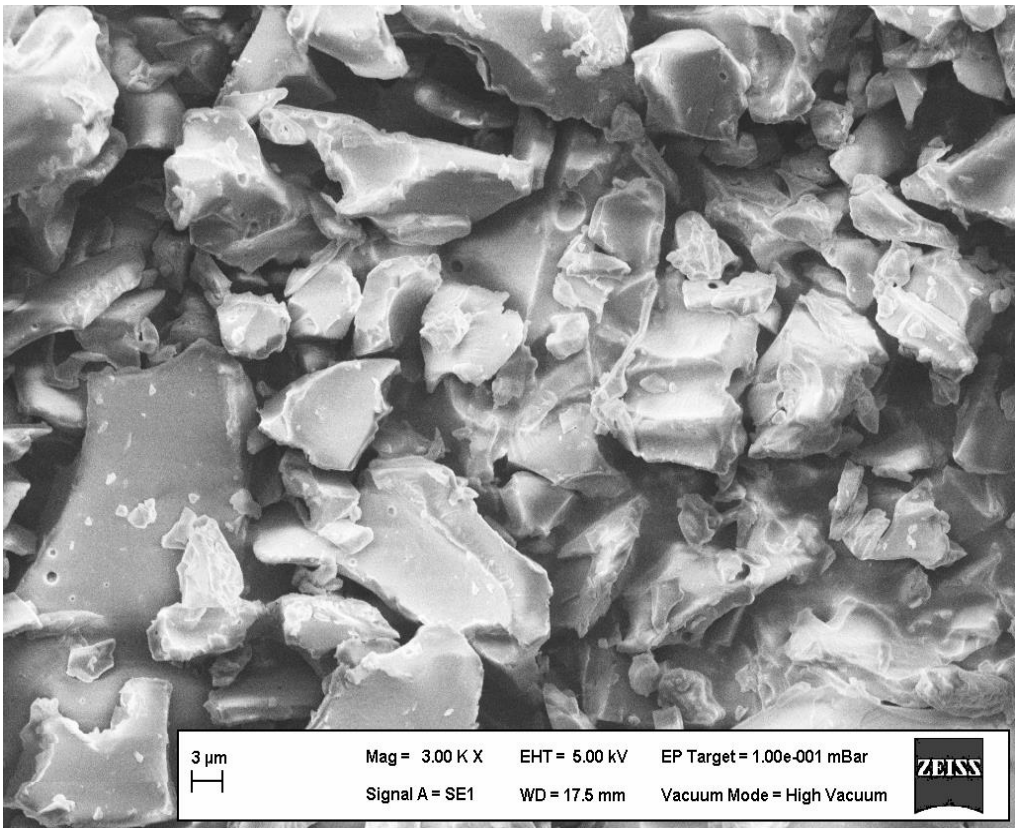
EK 14. Geleneksel etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



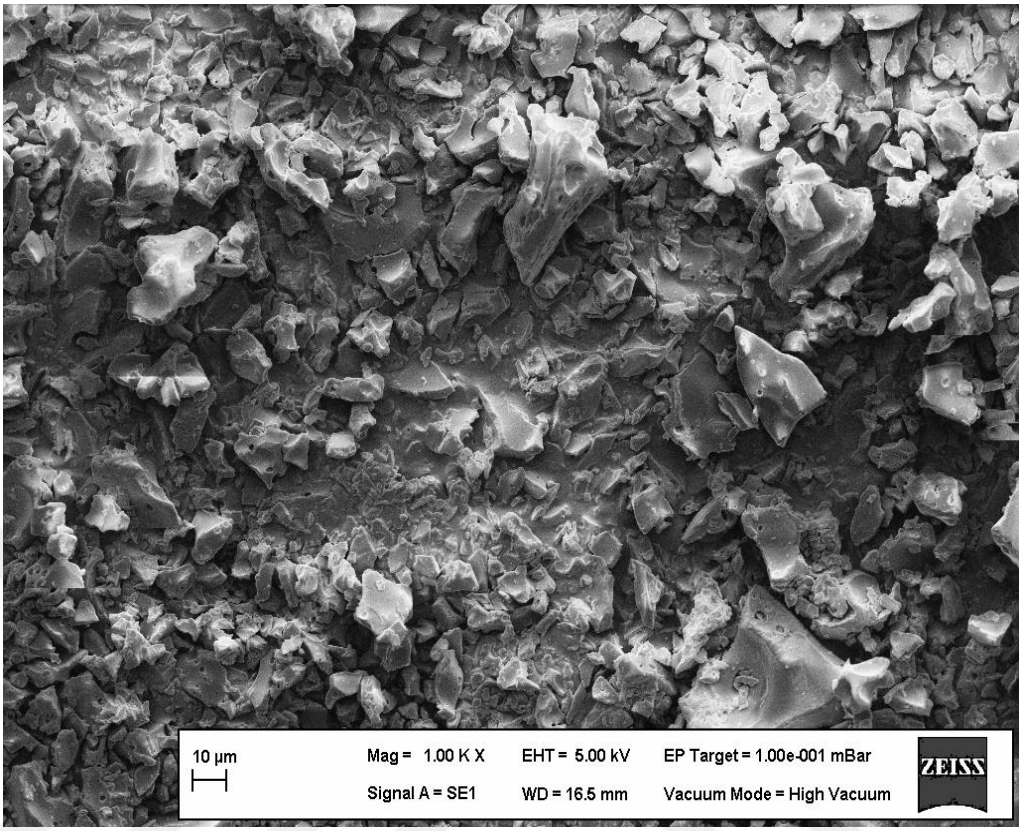


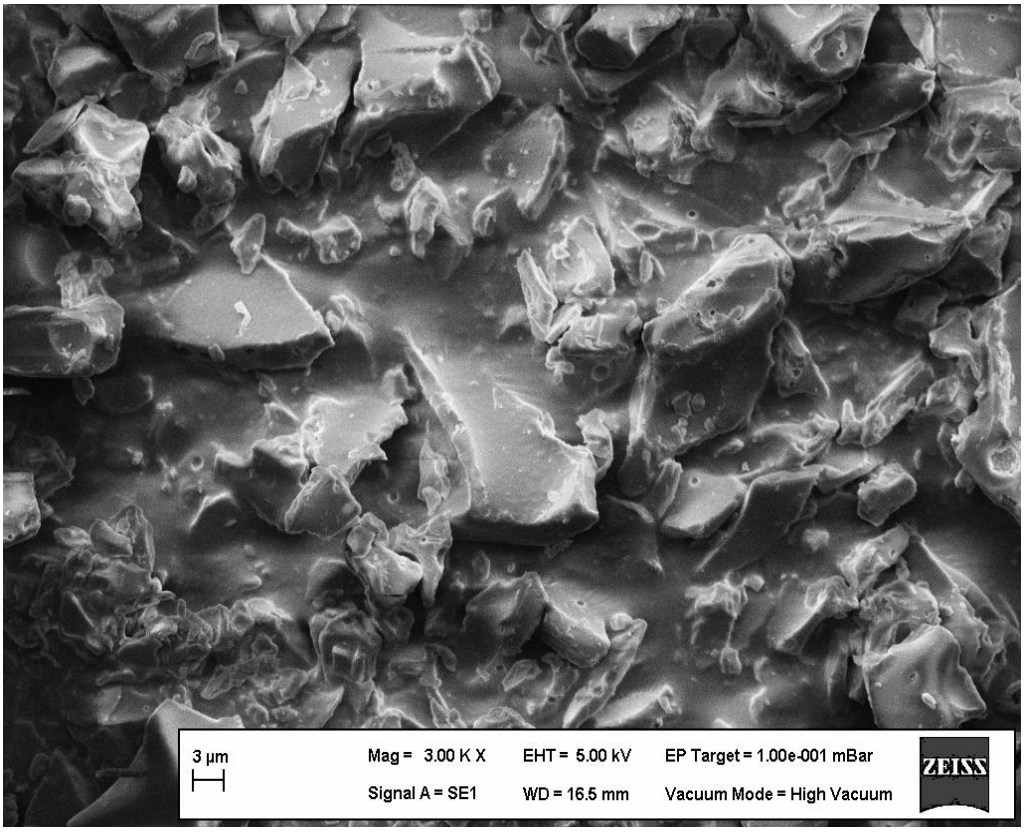
EK 15. Geleneksel hegzan ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



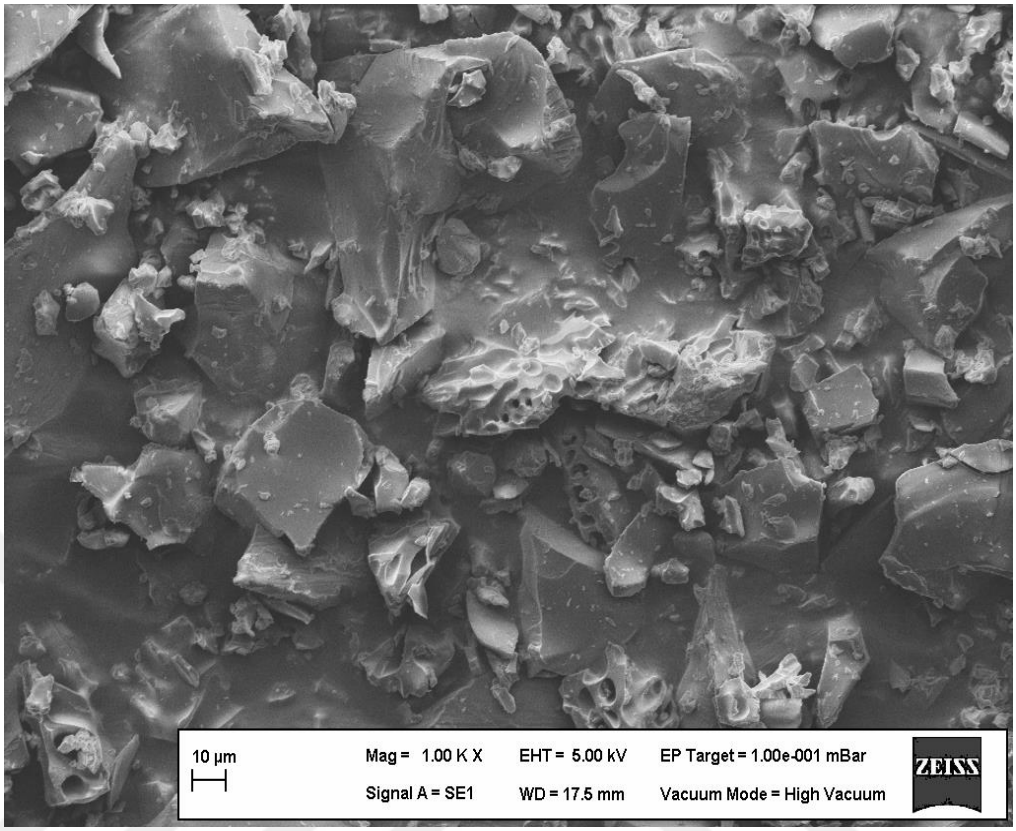


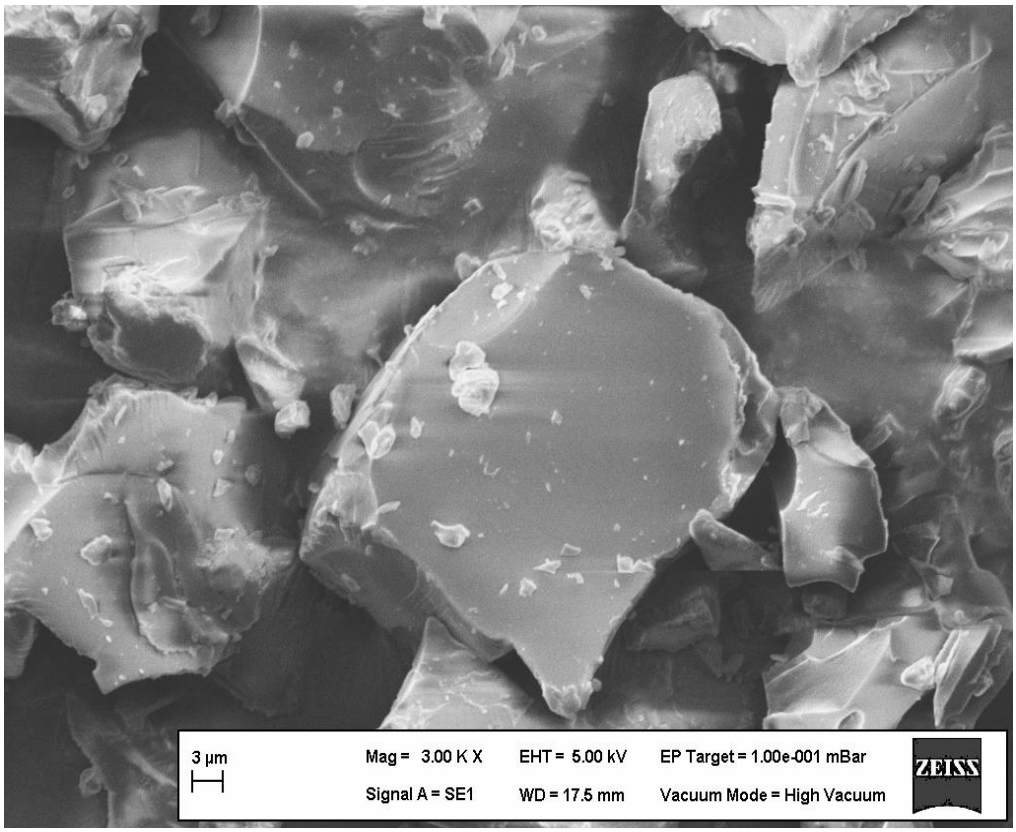
EK 16. Geleneksel uçucu yağının dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüllerin SEM görüntüleri



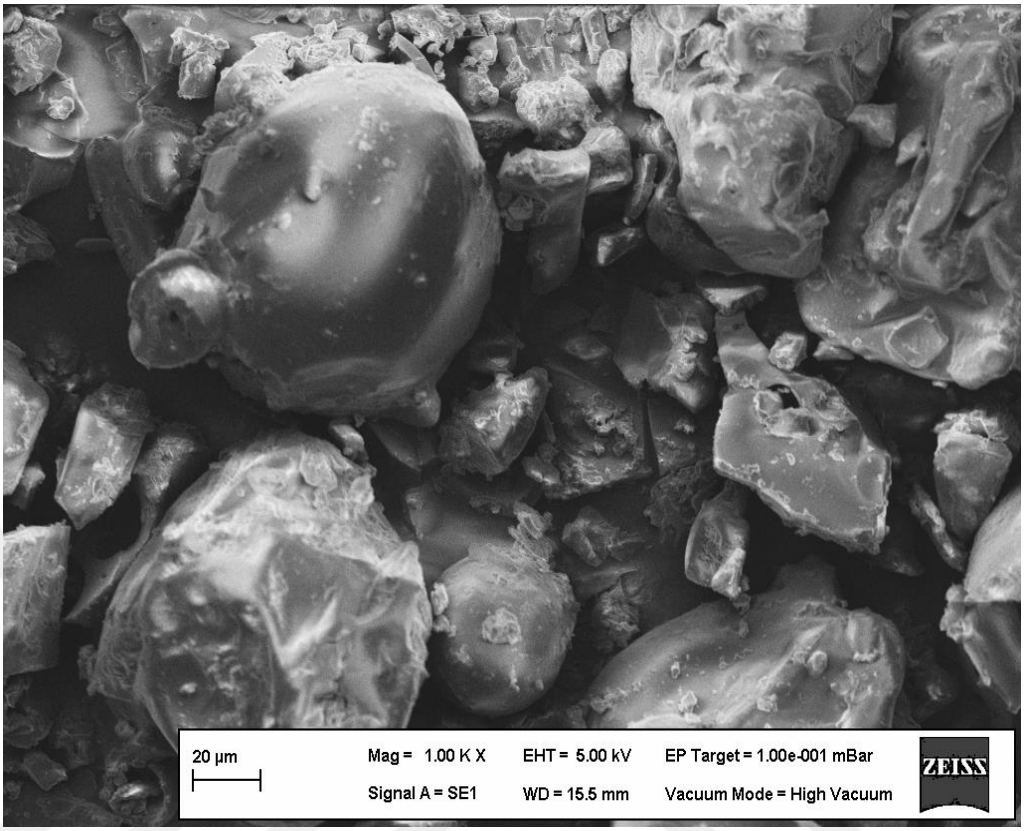


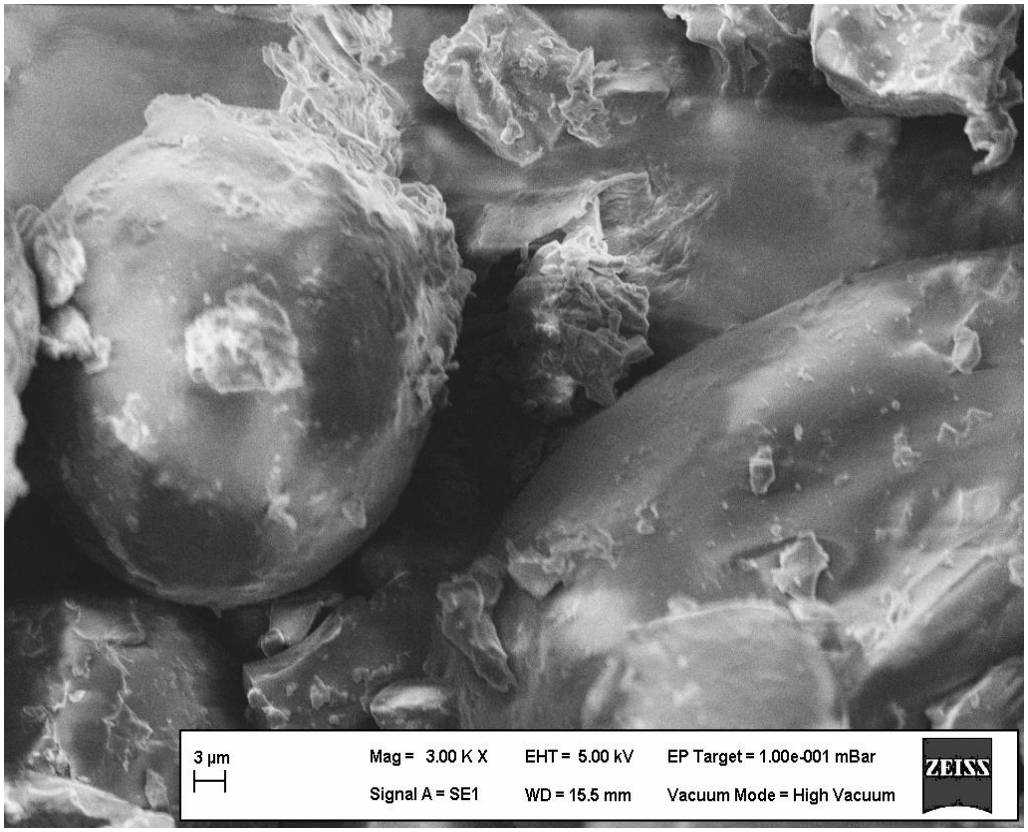
EK 17. Mikrodalga safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



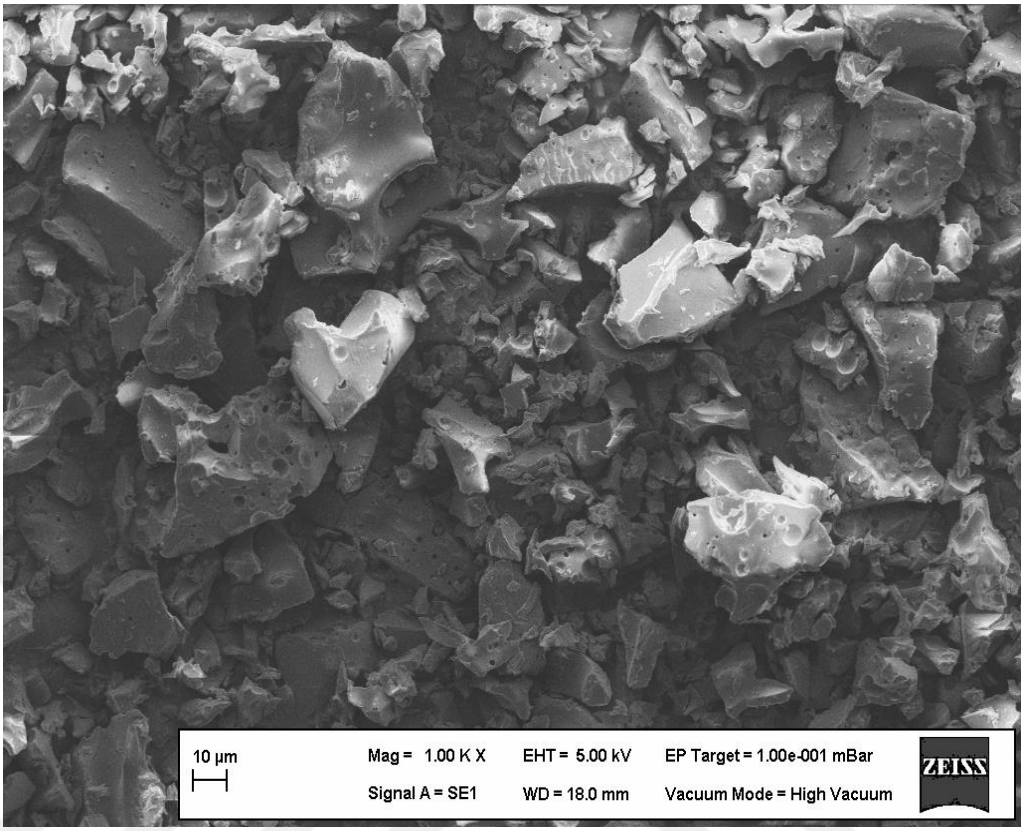


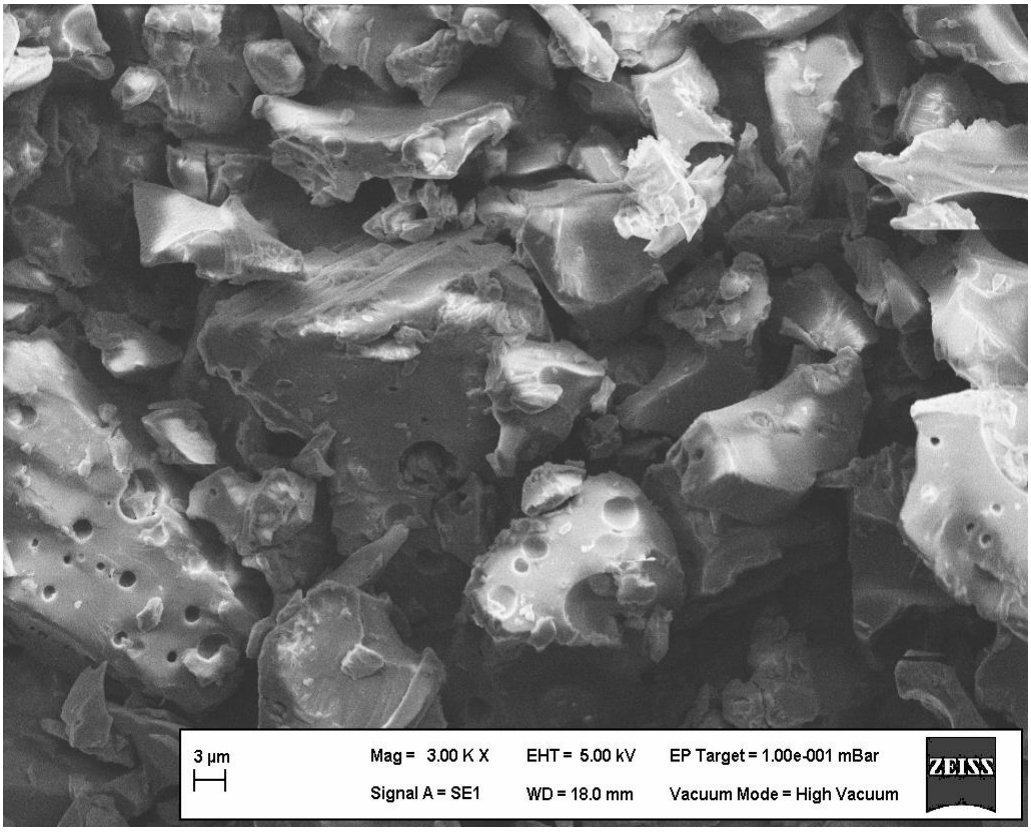
EK 18. Mikrodalga etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



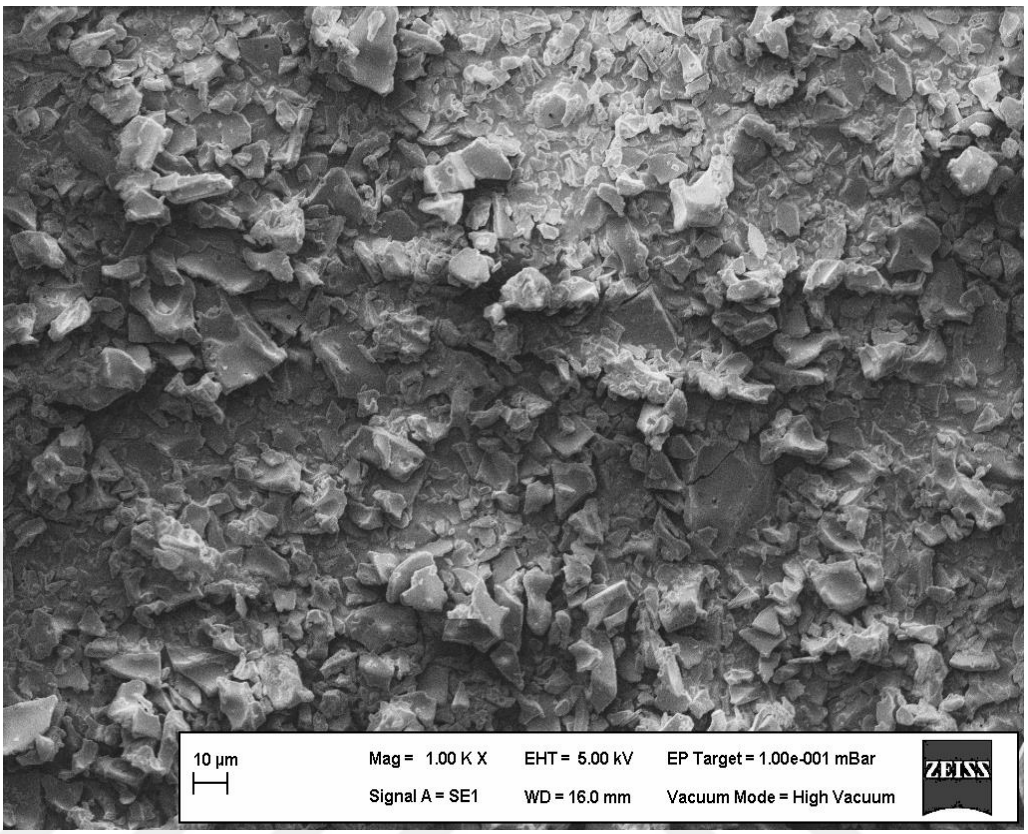


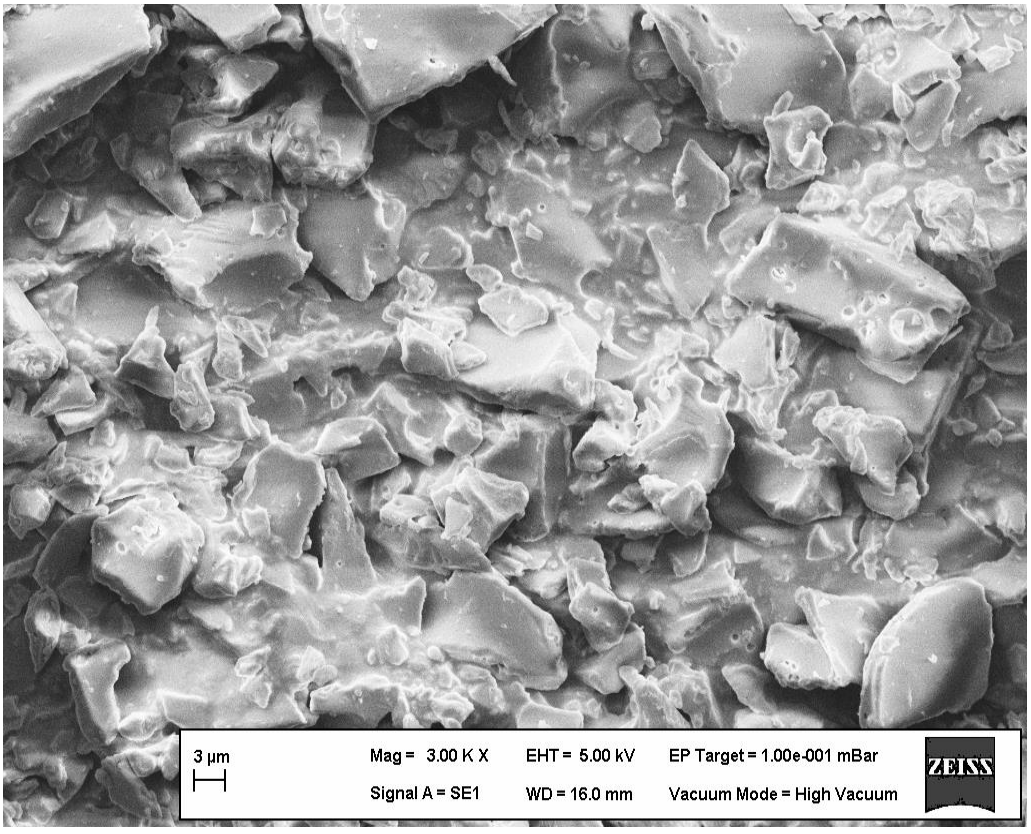
EK 19. Mikrodalga hegzan ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



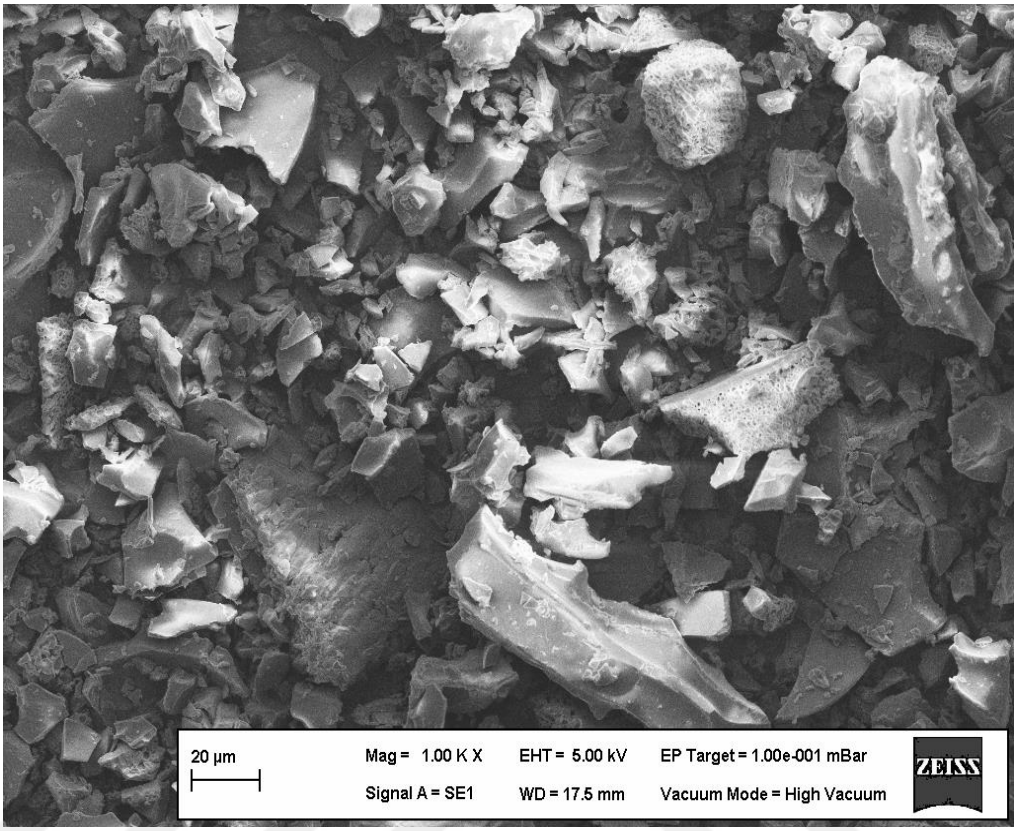


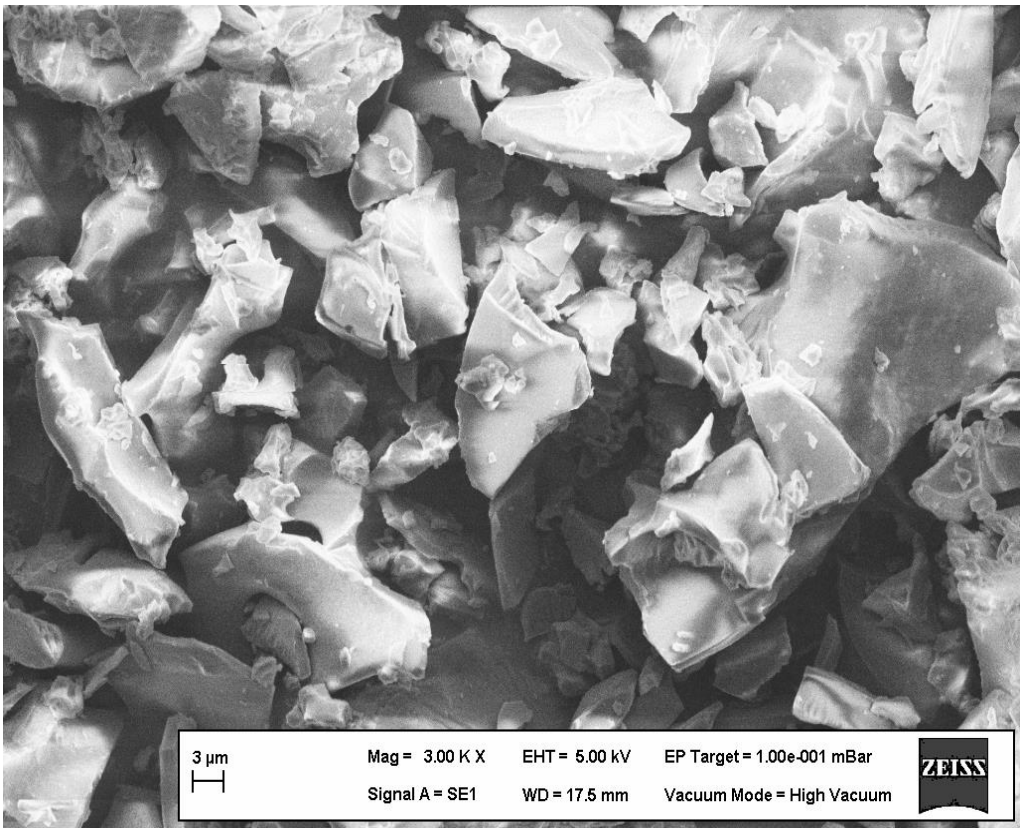
EK 20. Mikrodalga uçucu yağının dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri



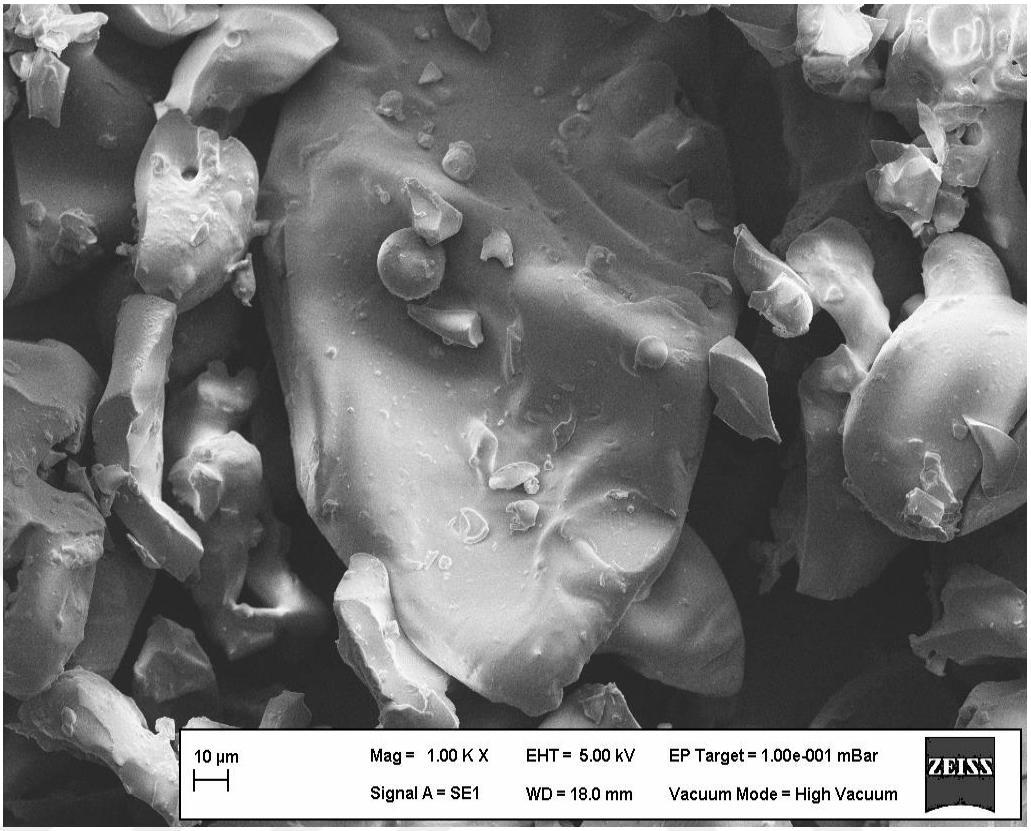


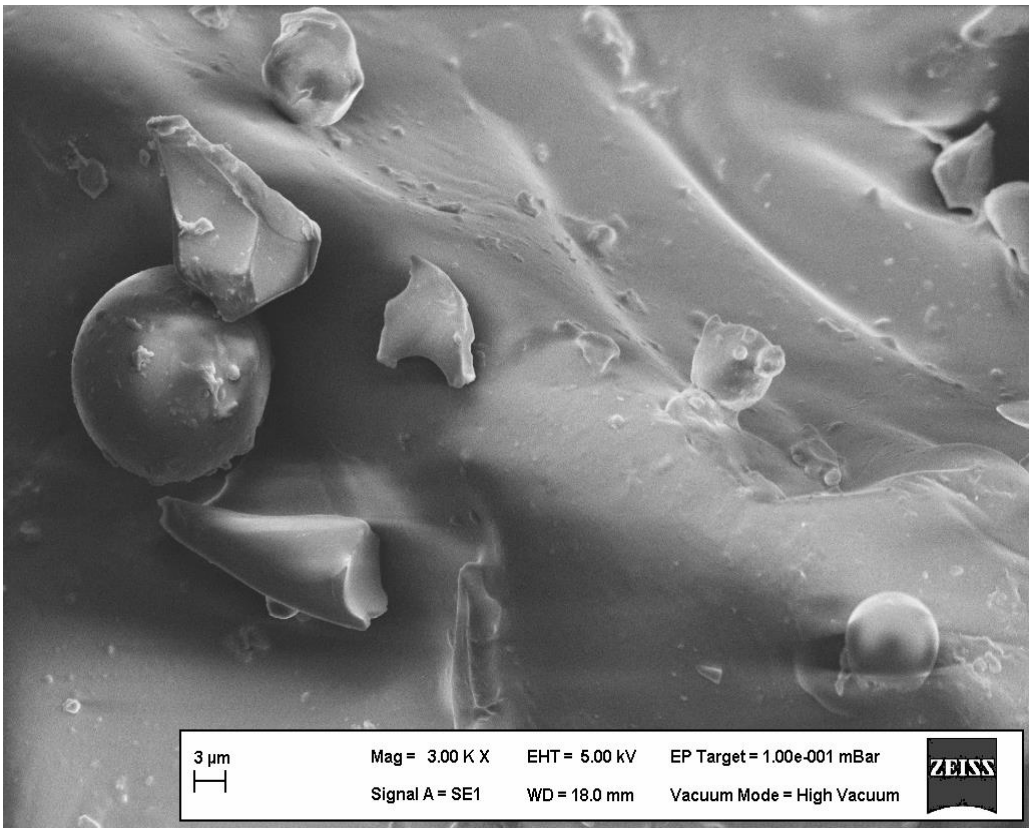
EK 21. Maserasyon safsu ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri





EK 22. Maserasyon etanol ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri





Ek 23. Maserasyon hegzna ekstresinin dondurarak kurutma ile elde edilen enkapsüle tozlarının SEM görüntüleri

