

SİYAH ÇAY ÜRETİM ATIKLARINDAN KONSANTRE ÇAY EKSTRAKTI ÜRETİMİNDE KREMA OLUŞUM KOŞULLARININ VE BİLEŞİMİNİN BELİRLENMESİ

Ferhan Balcı-Torun¹, Kübra Sultan Özdemir², Rukiye Mavuş³, Mehmet Torun^{1*}

¹Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya, Türkiye

²Konya, Gıda ve Tarım Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye

Geliş / Received: 30.12.2020; Kabul / Accepted: 03.03.2021; Online baskı / Published online: 11.03.2021

Balcı-Torun, F., Özdemir, K.S., Mavuş, R., Torun, M. (2021). Siyah çay üretim atıklarından konsantre çay ekstraktı üretiminde krema oluşum koşullarının ve bileşiminin belirlenmesi. *GIDA* (2021) 46(2) 339-350 doi: 10.15237/gida. GD20145.

Balcı-Torun, F., Özdemir, K.S., Mavuş, R., Torun, M. (2021). Determination of cream formation conditions and its composition during production of concentrated tea extract from black tea manufacturing wastes. GIDA (2021) 46(2) 339-350 doi: 10.15237/gida. GD20145.

ÖZ

Bu çalışmada, Türk siyah çayı işletme atıklarından konsantre çay ekstraktı üretimi gerçekleştirilmiş, üretim sırasında oluşan krema miktarı ve bileşimi ile son ürünün bazı özellikleri belirlenmiştir. Bu doğrultuda en uygun ekstraksiyon koşullarının belirlenmesi amacıyla üç farklı sıcaklık (75, 85 ve 95 °C), 5 farklı süre (15, 30, 45, 69 ve 90 dakika) ve 2 farklı atık çay/su besleme oranında (1/15 ve 1/20) ekstraksiyonlar gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon çalışmaları en uygun şartların 95 °C, 30 dakika ve 1/15 besleme oranı olduğunu göstermiş ve elde edilen ekstraktın suda çözünür kuru madde miktarı 1.8 °Bx, kafein miktarı 0.45 g/100 g ve bulanıklık 27.6 NTU olarak ölçülmüştür. Ön konsantre (15 °Bx) edilen ekstraktlarda 4 °C'de 12 saat sonunda en fazla miktarda (1.98 g/100 mL) çay kreması oluşumu gözlenmiş ve kremanın %15.88 kafein, %17.08 protein, %8.72 epigallokateşin, %5.89 epigallokateşin gallat, %5.38 kateşin gallat, %4.04 epikateşin gallat, %2.83 gallokateşin, %2.15 epikateşin ve %1.37 kateşinden oluştuğu görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Siyah çay atığı, çay kreması, konsantrasyon, bulanıklık, kateşin

DETERMINATION OF CREAM FORMATION CONDITIONS AND ITS COMPOSITION DURING PRODUCTION OF CONCENTRATED TEA EXTRACT FROM BLACK TEA MANUFACTURING WASTES

ABSTRACT

In this study, concentrated tea extract was obtained from Turkish black tea manufacturing wastes, the amount and composition of cream formed during production and also some properties of the concentrated product were determined. Accordingly, in order to determine the best extraction conditions, the treatments were carried out at three different temperatures (75, 85 and 95 °C), five different time (15, 30, 45, 69 and 90 minutes) and two different waste tea/water feeding ratios (1/15

* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author

✉: torun@akdeniz.edu.tr,

☎: (+90) 242 310 6520

☎: (+90) 242 310 6306

Ferhan Balcı-Torun; ORCID no: 0000-0002-8972-1087

Kübra Sultan Özdemir; ORCID no: 0000-0002-7428-1840

Rukiye Mavuş; ORCID no: 0000-0002-6423-8561

Mehmet Torun; ORCID no: 0000-0002-6287-2993

and 1/20). Extraction experiments showed that the best conditions were 95 ° C for 30 minutes in 1/15 ratio and the water soluble dry matter content of the obtained extract was measured as 1.8 ° Bx, caffeine amount and turbidity value were 0.45 g/100 g and 27.6 NTU, respectively. The highest amount (1.98 g/100 mL) of tea cream formation was observed after 12 hours at 4 °C in the pre-concentrated (15°-Bx) extracts, the cream consisted of 15.88% caffeine, 17.08% protein, 8.72% epigallocatechin, 5.89% epigallocatechin gallate, 5.38% catechin gallate, 4.04% epicatechin gallate, 2.83% gallo catechin, 2.15% epicatechin and 1.37% catechin.

Keywords: Black tea waste, tea creaming, concentration, turbidity, catechin

GİRİŞ

Birçok bitkinin tohumu, çiçeği, dalları, yaprağı, meyvesi, meyvesinin çekirdekleri veya kabukları değişik toplumlarda yüzyıllardır çay olarak tüketilmektedir. Bunlar içerisinde çay (*Camellia sinensis*) bitkisinin sürgün ve taze yapraklarından elde edilen çay ise kendine özgü tadı, aroması ve sağlığa faydalı özellikleri nedeniyle beş kıtaya yayılmış ve dünya genelinde sudan sonra en çok tüketilen alkolsüz içecek haline gelmiştir (Yılmaz vd., 2020). Çay yapraklarının farklı şekillerde işlenmesiyle siyah, yeşil ve oolong çay gibi farklı görünüş, tat ve lezzette çaylar elde edilebilmektedir. Bu çayları diğer bitki çaylarından farklı ve özel kılan en önemli maddeler ise bileşimlerinde bulunan kateşinler ve kafeindir (Balcı ve Özdemir, 2016). Son yıllarda gıda bileşenlerinin antioksidan özelliklerinin ve gıda sağlık ilişkilerinin belirlenmesi konusuna araştırmalar artmış ve bu araştırma sonuçları çayın önemli bileşenlerinden kateşinler ve bunların oksidasyon ürünü olan theaflavin (TF) ve thearubiginlerin (TR) sağlık üzerine olumlu etkilerinin olduğunu göstermiştir (Pou vd., 2019; Sen vd., 2020). Kendine has duyuşal özellikleri yanında çayın insan sağlığı üzerine olan olumlu etkileri de çay tüketimini arttırmıştır (de Mejia vd., 2009; Fatima ve Rizv, 2011). Bu durum, geleneksel çay tüketiminin dışında çaydan elde edilen yeni ürün arayışları ile çay katkılı ya da içeriğinde çay ekstrakt veya etken bileşenlerinin bulunduğu yeni ürünler geliştirme konusunda yapılan çalışmaları arttırmıştır. Nitekim, günümüzde farklı meyve aromalı soğuk çay, çay katkılı şekerlemeler, dondurmalar, kahvaltılık ve pastacılık ürünleri, gıda takviye edici çay ürünleri tüketicilerin hizmetine sunulmuştur. Bu konuda araştırmalar tüm dünyada devam etmektedir.

Soğuk çay üretiminde kullanılan çay ekstraktı, konsantre edilmiş ekstraktın (>65 °Bx) istenilen

oranda seyreltilmesi ya da hızlı çözünür formda üretilen çayların tekrar çözündürülmesiyle sağlanmaktadır. Ancak soğuk çay üretimindeki en önemli problem; çay ekstraktı içerisindeki bazı bileşenlerin soğukta çözünürlüklerinin azalmasına bağlı olarak ekstraktta krema oluşumudur (Evans ve Bird, 2010). Çay ekstraktı çayın duyuşal ve biyoaktif özelliklerinden sorumlu olan kateşinler ve kafein ile birlikte polisakaritler, proteinler ve mineral maddelerin de bulunduğu kompleks bir yapı içermektedir (Yin vd., 2009). Soğuk suda çözünmeyen maddeler "çay kreması" olarak nitelendirilmektedir. Çay kateşinleri ve siyah çayda kateşinlerin oksidasyon ürünleri (TF ve TR), kafein, protein, pektin ve metal iyonları ile etkileşime girdiğinde, çöken büyük kompleks yapılar (çay kreması) oluşmaktadır. Özellikle kateşinlerin gıllatlanmış formlarının krema oluşumunda önemli bileşenler olduğu bildirilmektedir (Yin vd., 2009; Xu vd., 2012). Ekstrakt soğutulduğunda büyük boyuttaki bu oluşum gözle de görülebilir bir bulanıklık olarak algılanmakta ve soğuk çayda renk, parlaklık ve lezzet açısından tüketici beğenisini olumsuz yönde etkilemektedir. Ayrıca soğutulmuş çayda gözlenen çay kreması oluşumu çayın duyuşal özelliklerinin yanı sıra ürünün sağlık üzerine olumlu etki gösteren potansiyelini de olumsuz yönde etkilemektedir (Dubey vd., 2020).

Çay kremasının çay ekstraktından ayrılması için farklı yöntemler uygulanabilmektedir. Çay kreması santrifüj edilerek ekstraktan ayrılabilceği gibi farklı boyutlardaki membran filtrelerden geçirilerek de ayrılması sağlanabilmektedir (Argyle ve Bird, 2015). Soğutulmuş ekstraktın membran filtrelerden geçirilmesi ile bulanıklık çoğunlukla engellenebilmekte iken bu işlemin dezavantajı biyoaktif ve duyuşal kaliteye etkili bileşenlerin konsantrasyonunu da azaltabilmesidir. Çay

kremasının ayrılmasında fiziksel yöntemlerin yanı sıra kimyasal yöntemler de kullanılmaktadır. Gallatlanmış formdaki kateşinlerin hidrolize edilmesi için tannaz enziminin kullanılması gibi kimyasal yöntemler, elde edilecek ekstraktta burukluğa ve genel duyu kalitesinde kayba neden olabilmektedir. Ayrıca enzim kullanımının üretim hattında kesikli çalışmayı gerektirmesi ve enzimin geri kazanılmasında yaşanan zorluklar da yöntemin diğer dezavantajları olarak görülmektedir. Düşük pH değerlerinde çay kreması oluşumunun azalmasına bağlı olarak ekstraktta sitrik asit gibi asitliği arttırıcı maddelerin eklenmesi de çay ekstraktında duyu açıdan olumsuzluklara neden olabilmektedir (Argyle ve Bird, 2015; Dubey vd., 2020).

Ülkemizde konsantre çay ekstraktı üretiminde siyah çay işlem atıklarının hammadde olarak kullanıldığı bilinmektedir. Bu bağlamda bu atıkların kullanılarak değerlendirilmesi ve ülke ekonomisine katma değer sağlaması oldukça önemli görülmektedir. Konsantre ekstrakt üretimi amaçlı kullanılan siyah çay atıklarını fabrikalarda oluşan; kurutma havası ile ayrılan lif ve tozlar, elektrostatik lif tutucuları tarafından ayrılan atık, eleme artığı ve tasnif odasında oluşan üretim tozları oluşturmaktadır. Her 100 kg'lık yaş çay, fabrikada işlendikten sonra yaklaşık 22-23 kg tasnif edilmemiş kuru çay elde edilmekte ve bu çayın yaklaşık %13-15'i atık olarak ayrılmaktadır. Nitekim yaş çay hasat normuna, sürgün dönemine ve elde edilen siyah çayın kalitesine bağlı olarak siyah çay fabrikalarında randıman %19-20 arasında değişmektedir. Büyük miktarlarda ortaya çıkan bu atık, üretime alınan taze çay yaprağının yaklaşık %4'ünü oluşturmaktadır. Bu atıklarda selüloz oranı çok fazla olup çöp diye adlandırılmaktadır. Ancak bu atıkların piyasada satışa sunulan siyah çaylara kıyasla kateşin, TF ve TR içeriklerinin daha az olmasına bağlı olarak daha düşük miktarda ekstrakt verimi, zayıf duyu ve fonksiyonel özellikleri söz konusudur. Siyah çay üretim atıklarını değerlendirmek amaçlı çalışmalar ve uygulamalar bulunmakla beraber bu atıklardan konsantre çay ekstraktı üretimi son zamanlarda katma değerli bir üretim olarak dikkat çekmektedir. Böylece geriye kalan organik madde hala gübre, yakıt vb şekillerde kullanılmaya uygun

olabilmektedir. Halihazırda konsantre çay üretim hattı genel olarak ekstraksiyon, süzme, kaba partiküllerin ayrımı için seperasyon, ön konsantrasyon, soğutma ve son konsantrasyon aşamalarından oluşmaktadır, (Özdemir, 1992; Özdemir Vd., 2018).

Yapılan bu çalışmada siyah çay işlem atıklarından elde edilecek çay konsantresinin üretim aşamalarında çay ekstraktının bileşimi ve değişiminin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda piyasadan temin edilen çay atıkları kullanılarak çay konsantresi üretilmiş ve bu işlem süresince hem çay ekstraktlarında hem de oluşan kremada bazı bileşim analizleri gerçekleştirilmiştir. Literatürde farklı ülkelerin siyah ve yeşil çay ekstraktlarında krema oluşumu ve oluşan kremanın bileşimine yönelik çalışmalar mevcut olsa da Türk çayında ve atıklarında krema oluşumu ve bileşimi ile ilgili bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Bu bakımdan çalışma literatürde ilk olma özelliği taşımaktadır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal

Çalışma kapsamında kullanılan çay atıkları Doğu Karadeniz Bölgesi'nde siyah çay üretimi yapan bir fabrikadan temin edilmiştir. Kullanılan atıklar siyah çay üretim hattının 2 farklı noktasından (elektrostatik lif tutucularında tutulan ve tasnif odasından) alınmış ve çalışmalar öncesi bu atıklar 1:1 oranında karıştırılarak çalışmalarda kullanılmıştır. Analizlerde kullanılan kimyasallar Merck (Darmstat, Almanya) firmasından temin edilmiştir.

Ekstraksiyon

Siyah çay atığı örneklerinden en uygun ekstraksiyon koşullarının belirlenmesi amacıyla ekstraksiyon çalışmaları üç farklı sıcaklık (75, 85 ve 95 °C), 5 farklı süre (15, 30, 45, 69 ve 90 dakika) ve 2 farklı atık çay/su besleme oranında (1/15 ve 1/20) çalkalamalı su banyosunda (Daihan WSB-30) 150 rpm karıştırma hızında gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla 250mL'lik ağız sızdırmaz cam balonlara çay atığı örnekleri tartılarak üzerine 100 mL saf su eklenmiş, eklenen saf su sıcaklıkları termometre ile ölçülüp istenilen ekstraksiyon sıcaklığına ulaşip ulaşmadığı kontrol edilmiştir. Ekstraksiyon işleminden sonra

su banyosundan çıkartılıp hızla soğutulan örnekler önce kaba filtre kağıdından (gözenek çapı 2-4 µm) süzülüş, daha sonra da 15000 g'de 15 dakika santrifüj edilerek analizler için kullanıma hazır hale getirilmiştir. Ekstraksiyon aşamasının en uygun şartlarının belirlenmesinde ekstraktların briks değeri (°Bx) ve kafein miktarı cevap olarak kullanılmıştır.

Ekstraktların ön konsantrasyonu

En uygun koşullarda elde edilen ekstraktlar krema ayrımı öncesi ön konsantrasyon amacıyla döner buharlaştırıcı (Laborota 4000, Heidolph) yardımı ile 60 °C sıcaklıkta 15 °Bx değerine kadar konsantre edilmiştir.

Ekstraktlarda krema oluşumunun izlenmesi ve oluşan kremanın ayrılması

Ön konsantre çay atığı ekstraktlarında krema oluşumunun sağlanabilmesi için 15 °Bx'e getirilen ekstrakt 4 °C'de farklı sürelerde (3, 6, 9, 12, 18 ve 24 saat) bekletilmiştir. Belirtilen sürelerde ekstraktlarda oluşan kremanın ayrılabilmesi için 4 °C'de 15000 g'de santrifüj işlemi uygulanmıştır.

Konsantre çay ekstraktının eldesi

65 °Bx'lik konsantre çay atığını elde etmek amacıyla kreması ayrılmış 15 °Bx'lik çay ekstraktları döner buharlaştırıcı (Laborota 4000, Heidolph) yardımı ile 60 °C sıcaklıkta konsantre edilmiştir. Siyah çay atığından konsantre ekstrakt üretimi amaçlı bu aşamaya kadar yapılan ve yukarıda anlatılan tüm işlemler Şekil 1'de gösterilmiştir.

Kuru madde tayini

Elde edilen ekstraktların ve ayrılan kremanın kuru madde miktarı hızlı nem tayini cihazı ile (Kern, DBS-60, Almanya) belirlenmiştir.

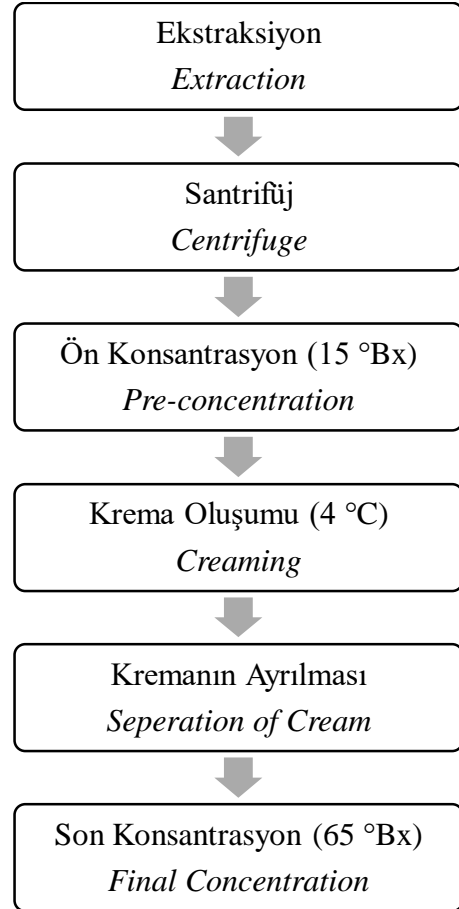
Suda Çözünür Kuru Madde Analizi

Ekstraktların suda çözünür kurumadde değerleri dijital refraktometre (Hanna Digital H10, ABD) kullanılarak ölçülmüştür. Ölçümler 25±1°C'de gerçekleştirilmiştir.

Krema miktarının belirlenmesi

Çay ekstraktlarında oluşan çay kremasının belirlenmesi Yin vd. (2009)'a göre gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla elde edilen çay

ekstraktları 10000 g'de 15 dakika santrifüj edilmiştir. Üst faz ayrıldıktan sonra altta kalan kısım 2 aşamada toplamda 10 mL saf su ile alınarak darası alınmış petriye aktarılmış ve 80 °C'de 48 saat etüvde bekletildikten sonra ağırlık farkından krema miktarı hesaplanmıştır.



Şekil 1. Konsantre Çay Atığı Üretim Akım Şeması

Figure1. The Flow Chart of Concentrated Tea Waste Production

Geri kazanım

Ekstraksiyon işleminde kullanılan suyun laboratuvar şartlarında kendiliğinden gerçekleştirilen süzme işleminde ne kadarlık kısmının çay posasından geri alınabildiğinin saptanması amacıyla kazanım oranı belirlenmiştir. Bu amaçla ekstraksiyonda kullanılan suyun ekstraksiyon sonucunda elde edilen ekstraksiyon miktarına oranı geri kazanım değeri (%) olarak ifade edilmiştir.

Bulanıklık tayini

Örneklerin bulanıklık değeri ölçümü için turbidimetre (Hach 2100 N Turbidimeter, A.B.D.) kullanılmış olup, bulanıklık değerleri NTU (Nephelometric Turbidity Unit) değeri cinsinden ifade edilmiştir (Tajchakavit vd., 2001).

HPLC ile kafein ve kateşin profili analizi

Ekstraktların kateşin ve kafein analizleri Wang ve Helliwell (2000)'e göre kısmen modifiye edilerek gerçekleştirilmiştir. Bu amaç doğrultusunda çay atığı örnekleri ve ayrılan krema gerekli seyreltmeleri yaptıktan sonra 0.45 µm'lik membran filtreden süzülüp, HPLC (Shimadzu-UV 160A)'ye enjekte edilmiştir. Bileşenlerin ayrımında Inertsil ODS 3 (250 × 4.6 mm, 5µm, GL Sciences, Japan) kolon kullanılmıştır. Analizde mobil faz olarak % 0.1 ortafosforik asit içeren su (A fazı) ve % 0.1 ortafosforik asit içeren metanol (B fazı) kullanılmıştır. Mobil faz akış hızı 1 mL/dakika olup, akış programı 0-5 dakika arası % 20 B fazı, 5-7 dakika arası % 20-24 B fazı, 7-10 dakika arası % 24 B fazı, 10-20 dakika arası % 24-40 B fazı ve son 20-40 dakika arası % 50 B fazı olarak ayarlanmıştır. Analiz süresince kolon sıcaklığı 30 °C olup bileşenlerin tanımlanması 280 nm'de yapılmıştır. Araştırma kapsamında örneklerdeki kafein ve kateşin konsantrasyonunun belirlenebilmesi için örneklerin yürütüldüğü koşullarda standartlar önce farklı konsantrasyonlarda tek olarak, daha sonra da karma halde yine farklı konsantrasyonlarda yürütülmüş ve tutulma zamanları belirlenmiştir.

TF-TR analizi

Çay ekstraktlarının TF ve TR değerleri Gürses ve Artık (1987)'e göre yapılmıştır. Bu amaçla elde edilen çay atığı ekstraktlardan 10 mL alınmış ve üzerine 10 mL %1'lik disodyum hidrojenfosfat eklenip karıştırılmıştır. Karışım 10 mL etil asetat ile ekstrakte edilerek ardından etil asetat tabakasında 2 mL alınıp metanol ile 25 mL'ye seyreltilmiştir (E1). Diğer taraftan 1 mL çay atığı ekstraktına 9 mL distile su karıştırılıp metanol ile 25 mL'ye tamamlanmıştır (E2). Ayrıca 1 mL % 10'luk okzalik asit çözeltisine 1 mL çay atığı ekstraktı ve 8 mL distile su ilave edilip metil alkol ile 25 mL'ye seyreltilmiştir (E3). Elde edilen

ekstraktlar spektrofotometrede 380 nm'de okunmuş ve bu değerler aşağıdaki formüllerde yerlerine konularak TF ve TR değerleri hesaplanmıştır.

$$TF (\%) = 2.25 \times 2E1 \quad (1)$$

$$TR (\%) = 7.06 \times (4E3 - 2E1) \quad (2)$$

İstatistiksel analiz

Siyah çay atıklarından ekstraksiyon, krema ayrımı ve konsantrasyon işlemleri iki tekerrürlü olarak yapılmış, analizler üç paralelli olarak gerçekleştirilmiştir. Analiz sonucunda elde edilen verilere varyans analizi ve önemli bulunan faktörlere ise Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi uygulanmıştır. Tüm istatistiki hesaplamalar SAS programı (SAS, Cary, NC, USA) ile gerçekleştirilmiş olup değerler ortalama ± standart hata şeklinde verilmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Ekstraksiyon şartlarının bileşime etkisi

Siyah çay konsantresi üretiminde ilk aşama ekstraksiyon olup, katı-sıvı ekstraksiyonunda katıdan suya geçebilecek maddelerin en yüksek oranda alınabilmesi sonraki aşamalar için işlem süresi ve ekonomisi açısından önem arz etmektedir. Katıdan sıvıya kütle transferinde materyalin partikül boyutu, ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve kullanılan materyal/su oranı etkili faktörler olduğu için çalışma kapsamında ekstraksiyon sıcaklığı, süresi ve kullanılan çay/su oranının etkisi araştırılmıştır. En uygun ekstraksiyon şartlarındaki hedef; çay ekstraktında en yüksek °Bx değerinin ve kafein miktarının sağlanması olmuştur. Ekstrakttaki kuru madde miktarının yüksek olması bundan sonraki konsantrasyon işlemi sırasında enerji maliyetin azalmasına neden olabileceği gibi aynı zamanda evaporasyon süresi azalacağından dolayı üründe ısı işlemler nedeniyle oluşabilecek kontaminantlar da azaltılmış olacaktır. En uygun ekstraksiyon sıcaklığının belirlenmesinde hedef bileşen olarak kafeinin seçilmesinin nedeni ise ÇAYKUR tarafından belirtilen soğuk çay ekstraktının taşınması gereken özelliklerinde kimyasal bileşen olarak kafein alt limitinin (son üründe en az 2.5 g/100 g kuru madde) yer almasıdır. Bu hedefler doğrultusunda öncelikle test edilen 3 farklı ekstraksiyon sıcaklığından (75 °C, 85 °C ve 95 °C)

en uygun sıcaklık belirlenmiştir. En uygun sıcaklığın belirlendiği denemelerde besleme oranı (1:15, çay atığı:su) ve ekstraksiyon süresi (30 dakika) sabit tutulmuştur.

Çizelge 1’de 3 farklı sıcaklıkta elde edilen çay atığı ekstraktlarının °Bx, kafein miktarı (g/100 g KM) ve ekstraksiyon sonucunda kazanılan ekstraktın miktarına (%) ilişkin sonuçlar verilmiştir. Çizelge incelendiğinde ekstraktların °Bx ve kafein miktarı değerlerinin ekstraksiyon sıcaklığı ile arttığı, bu artışın °Bx değerlerinde istatistiki açıdan önemli ($P < 0.05$) olduğu görülmektedir. En yüksek °Bx değeri (1.80) ve kafein miktarı (0.45 g/100 g KM) 95 °C sıcaklıkta yapılan ekstraksiyon sonucunda belirlenmiştir. Çizelge 1’de verilen ekstraksiyon sonrası çay atığından geri kazanılan ekstrakt miktarlarına ait sonuçlar incelendiğinde ekstraksiyon sonrası sıvının ekstraksiyon sıcaklığına bağlı olarak % 65.65-67.97 arasında geri alınabildiği, ekstraksiyon sıcaklığının değerler üzerinde etkisinin önemli olmadığı ($P > 0.05$) görülmektedir. Balcı ve Özdemir (2016), yeşil çay için 85 °C ekstraksiyon sıcaklığının kritik bir değer olduğunu, bu sıcaklığa kadar suya madde miktarı geçişinin arttığı, bu sıcaklıktan sonra ise artış hızının azaldığı ve hemen hemen dengeye geldiğini belirtmişlerdir. Elde edilen ekstraktın °Bx ve kafein madde miktarı değerleri 95 °C

sıcaklıkta elde edildiği için en uygun besleme oranı ve ekstraksiyon süresi çalışmaları bu sıcaklıkta yürütülmüştür. Ekstraksiyonda kullanılan katı materyalin oranının azalmasıyla ekstraktın °Bx miktarı değerinin ve ekstrakta bulunan kafein miktarının istatistiki açıdan önemli derecede ($P < 0.05$) azaldığı tespit edilmiştir (Çizelge 1). Katı-sıvı ekstraksiyonlarında konsantrasyon farkı arttıkça ekstraksiyon hızının arttığı, ancak çözgene geçebilecek maddelerin denge konsantrasyonuna ulaştığı noktada ne kadar fazla katı madde beslenirse °Bx değerinin de o oranda artış gösterdiği bildirilmiştir (Torun vd., 2015). Elde edilen sonuçlar doğrultusunda çay atığı:su oranında en uygun oranın 1:15 olduğu belirlenmiştir. Süreye bağlı sonuçlar değerlendirildiğinde ise ekstraktların °Bx ve kafein içerikleri istatistiki açıdan önemli ($P < 0.05$) bir değişim göstermiştir. Ekstraktların °Bx ve kafein değerleri 15 dakikalık süre sonunda sırasıyla 1.30 ve 0.40 g/100 g KM olarak belirlenirken, 90 dakikalık süre sonunda bu değerler sırasıyla 2.00 ve 0.45 g/100 g KM olarak belirlenmiştir. Ekstraktların °Bx ve kafein değerlerindeki istatistiksel açıdan önemli değişim 30. dakika itibariyle oluşmuş ve bu sürelerden sonraki değişim istatistiki açıdan önemli bulunmamıştır ($P > 0.05$).

Çizelge 1. Farklı sıcaklık, süre ve besleme oranlarında yapılan ekstraksiyon sonucu elde edilen ekstraktların özellikleri

Table 1. Properties of extracts obtained as a result of extraction at different temperatures, times and ratios

Sıcaklık (°C) Temperature (°C)	Süre (Dakika) Time (Minute)	Katı/Sıvı oranı Solid/Liquid ratio	SÇKM (°Bx) WSDM (°Bx)	Kafein Miktarı (g/100 g KM) Caffeine content (g/100g DM)	Sıvı kazanımı (%) Liquid gain (%)
75			1.40±0.07 ^c	0.41±0.03	65.65±1.13
85	30	1/15	1.60±0.06 ^b	0.43±0.00	67.37±1.74
95			1.80±0.08 ^a	0.45±0.07	67.97±0.74
95	30	1/15	1.80±0.05 ^a	0.44±0.02 ^a	68.03±0.95
		1/20	1.20±0.04 ^b	0.27±0.00 ^b	68.28±2.57
	15		1.30±0.04 ^b	0.40±0.04 ^b	67.53±1.74 ^c
	30		1.80±0.05 ^b	0.46±0.05 ^a	67.97±1.38 ^c
95	45	1/15	1.90±0.07 ^{ab}	0.47±0.00 ^a	70.65±3.57 ^{bc}
	60		1.90±0.06 ^{ab}	0.48±0.02 ^a	75.17±3.90 ^{ab}
	75		2.00±0.07 ^a	0.46±0.01 ^a	76.88±2.48 ^a
	90		2.00±0.04 ^a	0.45±0.03 ^a	76.56±2.58 ^a

Sonuçlar Ortalama±Standart Hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler istatistiksel farkı ifade etmektedir ($P < 0.05$). SÇKM: Suda Çözünür Kuru Madde

Values are given as Mean±Standard Error. Different letters in same column mean the statistical significance ($P < 0.05$). WSDM: Water Soluble Dry Matter

En uygun olarak belirlenen koşullarda (95 °C, 45 dakika, 1:15 atık çay:su oranı) yapılan ekstraksiyon sonucunda elde edilen ekstraktın bazı kalite özelliklerine ilişkin sonuçlar Çizelge 2’de, kateşin kompozisyonuna ait sonuçlar ise Çizelge 3’de verilmiştir. Çizelge 2 incelendiğinde çay atıkları ile elde edilen ekstraktın °Bx değerinin 1.8, kafein miktarının 0.45 g/100 g KM ve bulanıklık değerinin 27.6 NTU olduğu görülmektedir. Çay atığının bileşimi üzerine yapılmış olan bir çalışmada çay atığındaki kafein oranı 0.14-0.18 g/100 g (Gürü ve İçen, 2004), İran’da üretilen siyah çay atığının bileşimini araştırıldığı çalışmada (Shalmashi vd., 2010) ise kafein miktarı 0.77 g/100 g olarak rapor edilmiştir. Çalışmada elde edilen kafein miktarı rapor edilen sonuçlarla kısmen benzerlik göstermekte olup, aradaki farklılıkların materyalin sürgün dönemi, işlenme şekli, bekleme süresi ve ekstraksiyon şartlarından

kaynaklanabileceğini söylemek mümkündür. Siyah çaydaki kafein miktarı çay yaprağının varyetesi, bakım budama ve gübreleme gibi kültürel tedbirler, toplama standardı, sürgün dönemi, ekstraksiyon koşullarına bağlı olarak % 2-5 arasında değişmektedir (Zhu vd., 2019). Kafein bir yeşil çay sürgününde en yüksek yaprak tomurcuğu ve takip eden 1. ve 2. taze yapraklarda bulunmakta olup, yaşlı yapraklarda, yaprak sapı ve sürgün gövdesinde miktarı azalmaktadır. Kaliteli bir siyah çay üretimi çay terminolojisinde 2.5 yaprak (tomurcuk+2 takip eden iki yaprak) olarak bilinen kısımdan üretilmekte olup, materyalde kart yaprak ve sap oranı arttıkça kalite düşmektedir. Nitekim bu çalışmada kullanılan çay atığı da açıklandığı üzere sap ve kart yapraklardan oluştuğu için örneğin kafein miktarı satışa sunulan siyah çaylara göre daha düşük bulunmuştur.

Çizelge 2. Çay atığı ekstraktlarının bazı kalite özellikleri

Table 2. Some quality properties of tea waste extracts

	SÇKM (°Bx) WSDM (°Bx)	Kafein miktarı (g/100g KM) Caffeine content (g/100g DM)	Bulanıklık (NTU) Turbidity (NTU)	TF (%) TF (%)	TR (%) TR (%)
Ekstrakt Extract	1.80±0.01 ^c	0.45±0.02 ^c	27.60±2.48 ^a	0.33±0.06	23.22±2.42
Ön konsantre ekstrakt Pre-concentrated extract	15.00±0.94 ^b	3.37±0.07 ^b	34.00±4.76 ^a	0.24±0.10	19.50±2.08
Konsantre ekstrakt Concentrated extract	65.00±1.43 ^a	20.77±1.76 ^a	3.93±0.59 ^b	0.21±0.05	18.01±1.67

Sonuçlar Ortalama±Standart Hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler istatistiksel farkı ifade etmektedir (P < 0.05). SÇKM: Suda Çözünür Kuru Madde
Values are given as Mean±Standard Error. Different letters in same column mean the statistical significance (P < 0.05). WSDM: Water Soluble Dry Matter

En uygun şartlarda elde edilen ekstraktların ön konsantrasyonu

Kaba filtre kağıdında yapılan süzme işlemi ardından daha küçük partiküllerin de santrifüj seperasyonla ayrılması sonrasında 1.8 °Bx’lik çay atığı ekstraktı rotary evaporatörde 15 °Bx’e kadar konsantre edilmiştir. Briks değeri 1.8 olan 250 mL’lik çay ekstraktı 60 °C’de 2 saat süre sonunda 15 °Bx’e getirilmiştir. Yapılan konsantrasyon işlemi sonrasında elde edilen 15 °Bx’lik çay atığı ekstraktının bazı kalite özelliklerine ilişkin sonuçlar Çizelge 2’de, kateşin kompozisyonuna ait sonuçlar ise Çizelge 3’de verilmiştir. Çizelge 2

incelendiğinde ön konsantre ekstraktın bulanıklık değerinin istatistiki açıdan önemsiz olmakla birlikte 27.60 NTU’dan 34.00 NTU’ya arttığı görülmekte olup bu durum bulanıklık unsuru oluşturan bileşenlerin konsantre olması ile ilişkilendirilmiştir. Çizelge 2’de verilen TF ve TR değerleri ise çay yaprağında bulunan kateşinlerin siyah çay üretimindeki oksidasyon aşamasında yükseltgenmesiyle oluşan bileşikler olup bu bileşenler siyah çayın içim özelliklerinden (dolgunluk, burukluk, renk ve parlaklık) sorumludurlar. Kaliteli bir siyah çayda TF/TR oranınının 1/10-1/12 arasında olması gerektiği

bilinmektedir. Sonuçlar incelendiğinde çay atığı ekstraktının TF ve TR değerlerinin konsantrasyona bağlı önemli derecede ($P > 0.05$) değişmediği görülmüştür.

Çizelge 3. Çay atığı ekstraktlarının ve oluşan kremanın kateşin kompozisyonu (g/100 g KM)

Table 3. Catechin composition of tea waste extract and formed cream

	EGCG	GA	C	EGC	EC	GC	ECG	CG
Ekstrakt Extract	0.16±0.01 ^d	0.07±0.00 ^d	0.08±0.00 ^d	0.12±0.01 ^d	0.41±0.04 ^d	0.06±0.01 ^b	0.07±0.00 ^b	0.06±0.03 ^c
Ön konsantre ekstrakt Pre- concentrated extract	0.59±0.02 ^c	0.45±0.01 ^c	2.06±0.07 ^b	0.39±0.01 ^c	6.93±0.01 ^b	0.86±0.02 ^b	0.90±0.00 ^b	1.14±0.03 ^c
Konsantre ekstrakt Concentrated extract	5.89±0.37 ^a	0.60±0.15 ^b	1.37±0.17 ^c	8.72±1.83 ^b	2.15±0.55 ^c	2.83±0.18 ^a	4.04±0.25 ^a	5.38±0.15 ^a
Krema Cream	4.97±0.17 ^b	0.75±0.09 ^a	3.60±0.47 ^a	5.88±0.99 ^a	14.21±1.54 ^a	2.69±0.13 ^a	2.82±0.11 ^a	3.64±0.16 ^b

Sonuçlar Ortalama±Standart Hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler istatistiksel farkı ifade etmektedir ($P < 0.05$). EGCG: Epigallokateşin gallat, GA: Gallik asit, C: Kateşin, EGC: Epigallokateşin, EC: Epikateşin, GC: Gallokateşin, ECG: Epikateşin gallat, CG: Kateşin gallat

Values are given as Mean±Standard Error. Different letters in same column mean the statistical significance ($P < 0.05$). EGCG: Epigallocatechin gallate, GA: Gallic acid, C: Catechin, EGC: Epigallocatechin, EC: Epicatechin, GC: Gallocatechin, ECG: Epicatechin gallate, CG: Catechin gallate.

Çizelge 3'de verilen ekstraktların kateşin kompozisyonuna ilişkin veriler incelendiğinde başlangıç ekstraktlarında en fazla epikateşin (0.41 g/100 g KM), epigallokateşin gallat (0.16 g/100 g KM) ve epigallokateşin (0.12 g/100 g KM) tespit edilmiştir. Ön konsantre edilen ekstraktlarda ise en fazla sırasıyla epikateşin (6.93 g/100 g KM), kateşin (2.06 g/100 g KM) ve kateşin gallat (1.14 g/100 g KM) belirlenmiştir. Ekstraktların konsantre edilmesi ile beklendiği gibi tüm kateşinlerin miktarı artmış, ancak epigallokateşin gallat gibi bazı kateşinlerin artışının kuru madde artışına bağlı oransal olarak gerçekleşmediği görülmüş, bu durumun kateşinlerin ısısal hassasiyetlerinin farklı olmasından ve ısı uygulaması ile epimerizasyona uğramış olmalarından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Nitekim çay kateşinlerinin sıcaklıkla birlikte epimerizasyona uğradığı bildirilmiştir (Balcı ve Özdemir, 2016)

Çay ekstraktının bekletilme süresinin krema oluşumuna etkisi

Ön konsantre edilen örneklerin zamana bağlı krema oluşumunun belirlenmesi amacıyla örnekler 4 °C'de farklı sürelerde (3, 6, 9, 12, 18 ve 24 saat) bekletilerek, bekletme sürelerinin

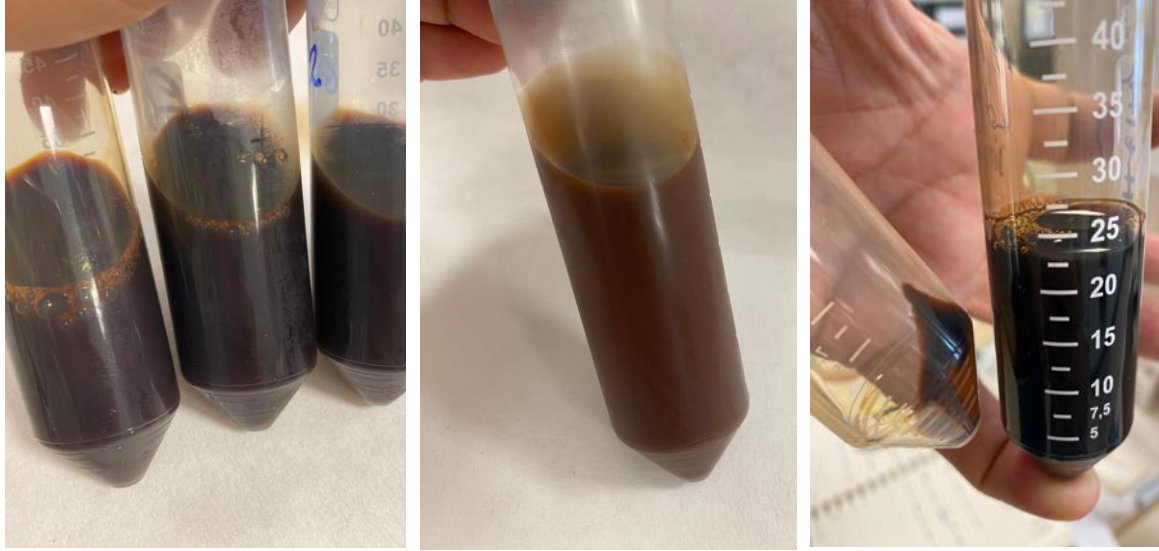
sonunda ekstraktta oluşan krema santrifüj ile ayrılmış (Şekil 2) ve miktarları Çizelge 4'de, kremanın kafein, protein, TF ve TR değerleri ise Çizelge 5'de verilmiştir. Ayrıca kremanın kateşin kompozisyonu da belirlenerek Çizelge 3'de sunulmuştur.

Çizelge 4 incelendiğinde ekstraktan ayrılan krema miktarının zamana bağlı olarak istatistiksel açıdan farklılık ($P < 0.05$) gösterdiği, 12 saate kadar artarak 12 saat sonunda en yüksek miktara (1.98/100 mL) ulaştığı görülmektedir.

Oluşan 1.98 g miktarındaki krema çay atığından elde edilen ve 15 °Bx'e konsantre edilen 100 mL ekstraktın kuru maddesinin yaklaşık %13'ünü oluşturduğu göz önüne alındığında çayın önemli bir kısmının krema ile uzaklaştırıldığı söylenebilir. Nitekim Çizelge 5'de verilen sonuçlar incelendiğinde kremanın 15.88 g/100 g KM oranında kafein ve 17.08 g/100 g KM oranında protein içerdiği görülmektedir. Bu çalışma kapsamında analiz edilmese de kremayı oluşturan diğer önemli bileşenlerin karbonhidratlar ve minerallerden oluştuğu bilinmektedir. Lin vd. (2015) tarafından siyah ve yeşil çay ekstraktlarında oluşan kremanın bileşiminin belirlendiği çalışma

sonucunda siyah çay ekstraktından ayrılan kremanın bileşiminin %24 TR, %23 protein, %18 kateşin, %10 kafein, %6 karbonhidrat, %3 aminoasit ve %1 TF'den oluştuğu rapor edilmiştir. Yapılan başka bir çalışmada bulgularımızı destekler nitelikte çay kremasında kafein oranının yaklaşık %20 olduğu ifade edilmiştir. Aynı çalışmada yeşil çayda oluşan çay kremasının

içeriğinin çayın elde edildiği taze çay yaprağı kısımlarına göre değişiklik gösterdiği belirlenmiş, çayın tomurcuğundan elde edilen çaydan oluşan kremadaki kateşin ve kafein içeriğinin dördüncü yapraktan elde edilen çayda oluşan kremadakine göre 10 kat fazla olduğu bildirilmiştir (Yin vd., 2009).



Şekil 2. Soğutulma sonrası kremalaşma ve kremanın ayrımı
Figure 2. Creaming after Cooling and Separation of Cream

Çizelge 4. Soğutma süresi sonrasında ekstraktlarda oluşan krema miktarı (g/100 mL) ve süpernatantların bulanıklık değerleri (NTU)

Table 4. The content of cream (g/100 mL) formed in the extracts after the cooling period and the turbidity values of the supernatants

Soğutma süresi (Saat) Cooling time (Hour)	Krema miktarı (g/100 mL) Cream content (g/100 mL)	Süpernatantın bulanıklık değeri (NTU) Turbidity value of supernatant (NTU)
3	0.71±0.24 ^c	5.4±0.17 ^a
6	1.51±0.57 ^b	4.9±0.14 ^{ab}
9	1.90±0.16 ^{ab}	4.3±0.21 ^{bc}
12	1.98±0.36 ^a	3.4±0.28 ^d
18	1.65±0.39 ^{ab}	4.0±0.11 ^{cd}
24	1.60±0.28 ^{ab}	4.3±0.25 ^{bc}

Sonuçlar Ortalama±Standart Hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler istatistiksel farkı ifade etmektedir ($P < 0.05$).

Values are given as Mean±Standard Error. Different letters in same column mean the statistical significance ($P < 0.05$).

Çizelge 5. Çay kremasının bileşimi
Table 5. Composition of tea cream

	Kafein miktarı (g/100g KM) Caffeine content (g/100g DM)	Protein miktarı (g/100g KM) Protein content (g/100 g DM)	TF (%) TF (%)	TR (%) TR (%)
Çay kreması Tea cream	15.88±3.55	17.08±2.18	0.41±0.14	22.44±1.64

Sonuçlar Ortalama±Standart Hata olarak verilmiştir.

Values are given as Mean±Standard Error

Siyah çayda, TF, TR, gallatlanmış kateşinler, EGC, metilksantinler ve proteinler çökmeye, kateşinler, gallik asit, karbonhidratlar ve aminoasitler ise supernatant kısmında kalmaya meyillidir. TF'lerde gözlenen yüksek kremleşme eğilimi, öncelikle moleküllerin kendi içinde birleşmesi ve siyah çayın içinde doğal olarak bulunan glikoz ve kalsiyumun etkisiyle de artmasına bağlı olduğu belirtilmiştir (Jöbstl vd., 2005). Buna bağlı olarak, saflaştırılmış kateşinler, çay polifenol oksitleri, metilksantinler ve proteinler, tespit edilen diğer bileşenlerden daha güçlü kremleşme afinitelerine sahiptirler ve büyük ölçüde çay kreması oluşumunda etkili olmaktadır (Lin vd., 2015).

Çizelge 4'de krema ayırımından sonra elde edilen ekstraktın bulanıklık değerleri verilmiştir. Çizelge incelendiğinde 12 saat bekleme süresi sonunda oluşan kremanın ayrılması sonrasında elde edilen ekstraktın bulanıklık değerinin 3.40 NTU olduğu görülmektedir. Başlangıçta 27.60 NTU olan bulanıklık değeri ön konsantrasyon sırasında 34.00 NTU'ya artmış ve bu değer krema ayırımı sonrasında kabul edilebilir ölçüde azaltılmıştır. Chandini vd. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada siyah çay ekstraktının bulanıklık değeri 25.23 NTU olarak belirlenmiş ve çay ekstraktında kabul edilebilir (tüketicinin gözle algılayamadığı) bulanıklık değerinin 5 NTU'nun altında olması gerektiği bildirilmiştir.

Çizelge 3'de verilen kremanın kateşin kompozisyonu incelendiğinde kremada %8.72 epigallokateşin, %5.89 epigallokateşin gallat, %5.38 kateşin gallat, %4.04 epikateşin gallat, %2.83 gallokteşin, %2.15 epikateşin ve %1.37

kateşinden oluştuğu görülmektedir. Kremada bulunan toplam kateşin miktarı hesaplandığında kremanın yaklaşık %30'unun kateşinlerden oluştuğu belirlenmiştir. Literatürde siyah çay kremasının %18'inin kateşinlerden oluştuğu bildirilmiş (Lin vd., 2015) olup, çalışmamızda elde edilen sonuçlar bildirilenden daha yüksek bulunmuştur. Bu farklılığı ekstraktın bileşimi ve krema oluşumu şartları ile ilişkilendirebilmek mümkündür.

Konsantre siyah çay atığı ekstraktının bileşimi

Krema ayırımı yapılan 15 °Bx'lik ekstrakt ticari üretim koşulları göz önünde bulundurularak mikrobiyolojik açıdan stabil depolanabileceği 65 °Bx değerine konsantre edilmiş ve elde edilen ekstraktın analiz edilen özellikleri Çizelge 2 ve Çizelge 3'de verilmiştir. Konsantre ekstraktın kafein miktarı 20.77 g/100 g KM, TF değeri %0.21, TR değeri %18.01, bulanıklık değeri 3.93 NTU, epikateşin miktarı 14.21 g/100 g KM, epigallokateşin miktarı 5.88 g/100 g KM, epigallokateşin gallat miktarı 4.97 g/100 g KM, kateşin gallat 3.64 g/100 g KM, kateşin 3.60 g/100 g KM, epikateşin gallat 2.82 g/100 g KM, gallokteşin 2.69 g/100 g KM ve gallik asit 0.75 g/100 g KM olarak belirlenmiştir. Konsantre siyah çay atığı ekstraktının kateşin profili incelendiğinde kuru maddedeki oransal artışa bağlı olarak her bir kateşinin konsantrasyonunun artış göstermediği görülmüştür. Elde edilen bu sonuç kateşinlerin termal stabilitesinin birbirlerinden farklı olması ile ilişkilendirilebilir. Lun-Su vd. (2003) tarafından kateşinlerin farklı sıcaklıklardaki termal stabilitesinin araştırıldığı çalışma sonucunda epikateşin ve epigallokateşinin

termal stabiliteleri epigallokateşin gallata göre daha yüksek bulunmuştur.

SONUÇ

Siyah çay üretim miktarıyla dünyada ilk 5 ülke arasında yer alan ülkemizde üretilen çayın ihracat potansiyelinin artırılması için yüksek kalitede yeni çay ürünlerinin üretilmesine, üretim sırasında oluşan atıkların katma değeri artırılmış ürünlere dönüştürülerek değerlendirilmesine ve bu ürünlerin üretimine olanak sağlayan proseslerin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışma ile ülkemiz siyah çay atıklarından soğuk çay başta olmak üzere çay içerikli farklı ürünlerde kullanılması mümkün olan konsantre çay ekstraktı üretimi gerçekleştirilmiş, üretim aşamalarında oluşan krema ile oluşan kayıplar ve her bir aşamada elde edilen ekstraktın bazı özellikleri belirlenmiştir. Araştırma sonuçları Türk siyah çay işlem atıklarından kateşin ve kafein içeriğiyle çayı temsil eden konsantre çay elde edilebileceğini göstermiş, ancak krema ile ekstrakttaki kateşinlerin ve kafeinin önemli bir kısmının ayrıldığı da belirlenmiştir. Bu bakımdan daha nitelikli konsantre çay üretimi için krema ayrımı yerine oluşumunun engellenmesi ve oluşan kremanın değerlendirilmesine yönelik çalışmaların yapılması gerekliliği sonucuna ulaşılmıştır.

ÇIKAR ÇATIŞMASI BEYANI

Bu makalede yer alan yazarların ve kurumların arasında herhangi bir çıkar çatışmasının olmadığını beyan ederiz.

YAZARLARIN KATKISI

Ferhan BALCI TORUN, denemenin kurulması, analizlerinin yapılması, istatistik değerlendirme aşamalarında ve makalenin yazım sürecinde; Kübra Sultan ÖZDEMİR, analizlerin yapılması, istatistik değerlendirme aşamalarında ve makalenin yazım sürecinde; Rukiye MAVUŞ, örneklerin temininde, denemenin kurulmasında ve makalenin yazım sürecinde; Mehmet TORUN, denemenin kurulması, analizlerin yapılması, analiz sonuçlarının değerlendirilmesi ve makalenin yazım sürecinde katkıda bulunmuştur.

KAYNAKLAR

- Argyle, I.S., Bird, M.R., 2015. Microfiltration of high concentration black tea streams for haze removal using polymeric membranes. *Desalin Water Treat* 53, 1516-1531.
- Balci, F., Özdemir, F., 2016. Influence of shooting period and extraction conditions on bioactive compounds in Turkish green tea. *Food Sci Techno* 36, 737-743.
- Chandini, S.K., Rao, L.J., Subramanian, R., 2013. Membrane Clarification of Black Tea Extracts. *Food Bioprocess Technol* 6, 1926-1943.
- de Mejia, E.G., Ramirez-Mares, M.V., Puangpraphant, S., 2009. Bioactive components of tea: cancer, inflammation and behavior. *Brain Behav Immun* 23, 721-731.
- Dubey, K.K., Janve, M., Ray, A., Singhal, R.S., 2020. Ready-to-Drink Tea, *Trends in Non-“alcoholic Beverages*. Elsevier, pp. 101-140.
- Evans, P.J., Bird, M.R., 2010. The role of black tea feed conditions upon ultrafiltration performance during membrane fouling and cleaning. *J Food Process Eng* 33, 309-332.
- Fatima, M., Rizvi, S.I., 2011. Health beneficial effects of black tea. *Biomedicine* 31, 3-8.
- Gürü, M., Icen, H., 2004. Obtaining of caffeine from Turkish tea fiber and stalk wastes. *Bioresour Technol* 94, 17-19.
- Gürses, Ö.L. ve Artık, N. 1987. Çay Analiz Yöntemleri, Çaykur Yayını, No: 7, Çay İşletmeleri Genel Müdürlüğü, Ankara.
- Jöbstl, E., Fairclough, J.P.A., Davies, A.P., Williamson, M.P., 2005. Creaming in Black Tea. *J Agr Food Chem* 53, 7997-8002.
- Lin, X., Chen, Z., Zhang, Y., Luo, W., Tang, H., Deng, B., Deng, J., Li, B., 2015. Comparative characterisation of green tea and black tea cream: Physicochemical and phytochemical nature. *Food Chem* 173, 432-440.
- Lun Su, Y., Leung, L.K., Huang, Y., Chen, Z.-Y., 2003. Stability of tea theaflavins and catechins. *Food Chem* 83, 189-195.

- Özdemir, F., 1992. Farklı kıvrırma metodlarının üç sürgün dönemi çayın siyah çaya işlenmesinde uygulanma etkinliği ve üretilen siyah çaylarının bazı fiziksel, kimyasal ve duyuşal özellikleri. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Bilimi ve Teknolojisi, Doktora Tezi, Erzurum, Türkiye, 151 s.
- Özdemir, F., Nadeem, H. Ş., Akdoğan, A., Dinçer, C., Topuz, A., 2018. Effect of altitude, shooting period, and tea grade on the catechins, caffeine, theaflavin, and thearubigin of Turkish black tea. *Turk J Agric For*, 42(5), 334-340, doi:10.3906/tar-1710-21.
- Pou, K.J., Paul, S.K., Malakar, S., 2019. Industrial Processing of CTC Black Tea, Caffeinated and Cocoa Based Beverages. Elsevier, pp. 131-162.
- Sen, G., Sarkar, N., Nath, M., Maity, S., 2020. Bioactive components of tea. *Arch Food Nutr Sci* 4, 001-009.
- Shalmashi, A., Abedi, M., Golmohammad, F., Eikani, M.H., 2010. Isolation of Caffeine From Tea Waste Using Subcritical Water Extraction. *J Food Process Eng* 33, 701-711.
- Tajchakavit, S., Boye, J.I., Couture, R., 2001. Effect of processing on post-bottling haze formation in apple juice. *Food Res Int* 34, 415-424.
- Torun, M., Dincer, C., Topuz, A., Sahin-Nadeem, H., Ozdemir, F., 2015. Aqueous extraction kinetics of soluble solids, phenolics and flavonoids from sage (*Salvia fruticosa* Miller) leaves. *J Food Sci Technol* 52, 2797-2805.
- Wang, H., Helliwell, K., 2000. Epimerisation of catechins in green tea infusions. *Food Chem* 70, 337-344.
- Xu, Y.-Q., Chen, S.-Q., Yuan, H.-B., Tang, P., Yin, J.-F., 2012. Analysis of cream formation in green tea concentrates with different solid concentrations. *J Food Sci Technol* 49, 362-367.
- Yılmaz, C., Özdemir, F., Gökmen, V., 2020. Investigation of free amino acids, bioactive and neuroactive compounds in different types of tea and effect of black tea processing. *LWT-Food Sci Technol* 117, 108655.
- Yin, J.-F., Xu, Y.-Q., Yuan, H.-B., Luo, L.-X., Qian, X.-J., 2009. Cream formation and main chemical components of green tea infusions processed from different parts of new shoots. *Food Chem* 114, 665-670.
- Zhu, B., Chen, L.-B., Lu, M., Zhang, J., Han, J., Deng, W.-W., Zhang, Z.-Z., 2019. Caffeine Content and Related Gene Expression: Novel Insight into Caffeine Metabolism in *Camellia* Plants Containing Low, Normal, and High Caffeine Concentrations. *J Agr Food Chem* 67, 3400-3411.