



**ULTRASONİK DESTEKLİ EKSTRAKSİYON PARAMETRELERİNİN  
KUŞBURNU (*ROSA CANINA L.*) MEYVESİNİN TOPLAM FENOLİK VE  
KAROTENOİD MİKTARLARI İLE ANTIOKSİDAN AKTİVİTESİ ÜZERİNE  
ETKİSİ\***

**Semra Turan\*\***, Derya Atalay, Rukiye Solak, Meliha Özoğul, Melek Demirtaş  
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Bolu, Türkiye

Geliş / Received: 12.03.2021; Kabul / Accepted: 24.04.2021; Online baskı / Published online: 10.05.2021

Turan, S., Atalay, D., Solak, R., Özoğul, M., Demirtaş, M. (2021). Ultrasonik destekli ekstraksiyon parametrelerinin kuşburnu (*Rosa canina L.*) meyvesinin toplam fenolik ve karotenoid miktarları ile antioksidan aktivitesi üzerine etkisi. *GIDA* (2021) 46 (3) 726-738 doi: 10.15237/gida. GD21051.

Turan, S., Atalay, D., Solak, R., Özoğul, M., Demirtaş, M. (2021). Effects of ultrasound-assisted extraction parameters on the total phenolics and carotenoid content and antioxidant activity of rosehip (*Rosa Canina L.*). *GIDA* (2021) 46 (3) 726-738 doi: 10.15237/gida. GD21051.

**ÖZ**

Bu çalışmanın amacı, ultrasonik ekstraksiyon parametrelerinden sonikasyon süresi (3, 6, 9, 12 ve 15 dakika), genlik (%25, 50 ve 100), sıcaklık (20, 30 ve 40°C) ve çözücü:meyve ezmesi oranlarının (5, 10 ve 15 mL/g) kuşburnunun toplam fenolik ve karotenoid miktarları üzerine etkisini belirlemektir. Ultrasonikasyon süresi artırıldığında toplam fenolik madde miktarı 3.18 mg/g değerinden 4.51 mg/g değerine; toplam karotenoid miktarı ise 4.29 mg/kg değerinden 18.70 mg/kg değerine yükselmiştir. Ultrasonikasyon genliğinin toplam karotenoid miktarı üzerine etkisi istatistiksel olarak anlamlı ( $P < 0.05$ ) olup, toplam fenolik madde miktarı ve antioksidan aktivite üzerine etkisi anlamlı bulunmamıştır ( $P > 0.05$ ). Sıcaklığın artırılması toplam fenolik madde miktarında istatistiksel olarak anlamlı ( $P < 0.05$ ) değişime neden olurken, toplam karotenoid miktarı ve antioksidan aktivite üzerine etkisi anlamlı olmamıştır ( $P > 0.05$ ). Diğer taraftan, ultrasonik ekstraksiyon sırasında çözücü:meyve ezmesi oranının artırılması daha fazla karotenoidin ekstraksiyonunu sağlamıştır. Elde edilen sonuçlara göre, ultrasonik ekstraksiyon yönteminin kuşburnu meyvesindeki biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunda başarıyla kullanılabileceği belirlenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Ultrasonik ekstraksiyon, kuşburnu, antioksidan aktivite, toplam fenolik madde, toplam karotenoid miktarı

\* Bu çalışmanın bir kısmı 05-07 Ekim 2016 tarihinde Edirne’de düzenlenen Türkiye 12. Gıda Kongresinde poster bildirisi olarak sunulmuştur.

\*\* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author

✉: turan\_s@ibu.edu.tr

☎: (+90) 374 254 1000 /4830

☎: (+90) 374 253 4558

Semra Turan; ORCID no; 0000-0002-1005-3590

Derya Atalay; ORCID no; 0000-0003-4536-7239

Rukiye Solak; ORCID no; 0000-0001-5171-7587

Meliha Özoğul; ORCID no; 0000-0002-8534-4819

Melek Demirtaş; ORCID no; 0000-0003-3117-3804

## EFFECTS OF ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION PARAMETERS ON THE TOTAL PHENOLIC AND CAROTENOID CONTENTS AND ANTIOXIDANT ACTIVITY OF ROSEHIP (*ROSA CANINA L.*)

### ABSTRACT

The purpose of this study was to determine the effects of the ultrasonic extraction parameters such as sonication times (3, 6, 9, 12 and 15 minutes), amplitude (25, 50 and 100), temperature (20, 30 and 40 °C), and solvent:fruit paste ratios (5, 10 and 15 mL/g) on the total phenolic and total carotenoid contents of rosehip. The total phenolic content increased from 3.18 mg/g to 4.51 mg/g and the total carotenoid content increased from 4.29 mg/kg to 18.70 mg/kg as the ultrasonication time increased. While the effect of ultrasonication amplitude on total carotenoid content was significant ( $P < 0.05$ ), its effect on the total phenolic content and antioxidant activity was found insignificant ( $P > 0.05$ ). Increasing the temperature caused a significant ( $P < 0.05$ ) change in the total phenolic content, while its effect on the total amount of carotenoid and antioxidant activity was insignificant ( $P > 0.05$ ). On the other hand, increasing the solvent:fruit paste ratio provided extraction of more carotenoids. According to the results of the study, it has been determined that the ultrasonic extraction method can be used successfully in the extraction of bioactive compounds of rosehip.

**Key words:** Ultrasound extraction, rosehip, antioxidant activity, total phenolic compound, total carotenoid content

### GİRİŞ

Karakteristik çiçeklere ve meyvelere sahip olan *Rosaceae* familyasına ait kuşburnu (*Rosa canina L.*), genellikle Avrupa, Asya, Orta Doğu ve Kuzey Amerika'da yetişmekte olan bir türdür (Duru vd., 2011; İlbaş vd., 2013a; Demir vd., 2014; Patel 2017; Mannozi vd., 2020; Milić vd., 2020). Anadolu, kuşburnu türlerinin başlıca genetik çeşitlilik alanlarından biridir ve Türkiye'nin Doğu ve İç Anadolu bölgeleri yerli kuşburnu popülasyonu açısından oldukça zengindir (Demir vd., 2014). Kuşburnu meyvelerinin çay, reçel, şurup, çorba, pestil, meyve suyu ve marmelat gibi ürünlerde kullanılmasının yanı sıra farmakolojik olarak da kullanımı yaygındır (Duru vd., 2011; İlbaş vd., 2013a; Demir vd., 2014; Patel, 2017; Atalar vd., 2020). Bu bitki fenolikler, flavonoidler, C vitamini, karotenoidler, tokoferol ve esansiyel yağ asitleri gibi birçok bileşik açısından zengin olduğundan antioksidan özellik göstermekte, grip, enfeksiyon ve iltihaplı hastalık tedavilerinde kullanılmaktadır (Duru vd., 2011; İlbaş vd., 2013a; İlbaş vd., 2013b; Demir vd., 2014; Fan vd., 2014; Patel 2017; Atalar vd., 2020; Mannozi vd., 2020; Milić vd., 2020). Kuşburnunun bileşiminde bulunan bu fitokimyasallar, serbest radikalleri inhibe etmekte ve hücreleri oksidatif stresten korumaya yardımcı olarak antioksidan özellik göstermektedir (Duru vd., 2011; İlbaş vd., 2013a). Oksidatif stres kardiyovasküler hastalıklar, kanser,

alerji, diyabet ve depresyon gibi çeşitli hastalıkların altında yatan neden olarak bilinmektedir. Antioksidanlar, oksidatif strese neden olan faktörleri elimine ederek bu hastalıkları önlemektedir. ABTS radikallerini süpürme, bakır iyonlarını indirgeme ve lipit peroksidasyonunun inhibisyonu gibi testler antioksidan özellikleri belirlemek için uygulanan standart testlerden bazılarıdır (İlbaş vd., 2013b; Patel, 2017).

Bitki matrikslerinden bazı bileşenlerin elde edilmesinde, ekstraksiyon yönteminin uygulandığı bilinmektedir (Esclapez vd., 2011; İlbaş vd., 2013b). Ekstrakte edilen biyoaktif bileşikler gıda, ilaç ve kozmetik endüstrisinde kullanılmaktadır. Ekstraksiyon işleminde daha kısa süre uygulama ve düşük maliyet gibi faktörler önemli olmakta; bu durum da farklı ekstraksiyon yöntemlerinin yaygınlaşmasını hızlandırmaktadır (Esclapez vd., 2011). Son yıllarda dikkat çeken ultrason destekli ekstraksiyon, geleneksel yöntemlerden daha az zaman, enerji ve çözücü gerektiren yenilikçi bir teknik olarak bilinmekte; ayrıca ısıya duyarlı bileşikler için faydalı olan orta düzeydeki sıcaklıkların kullanımını mümkün kılmaktadır (Esclapez vd., 2011; İlbaş vd., 2013b; Şahin vd., 2020; Ez Zoubi vd., 2021).

Ultrason katı, sıvı veya gaz ortamda mekanik titreşim düzeyi 20 kHz'den yüksek frekansa sahip

bir tür ses dalgasıdır (Wong vd., 2019; Şahin vd., 2020). Öncelikle mekanik titreşimler, mekanik basınç dalgalarına dönüştürülerek enerjiyi ortama aktarmakta; sonra ortam enerjiyi dalga ile temas halinde olan malzemeye taşımaktadır (Şahin vd., 2020). Ultrason destekli ekstraksiyonda, bitkisel dokuların hücre duvarları zarar görerek dokudaki çözünen maddenin çözücü içerisine dağılması kolaylaşmakta ve bununla birlikte maddelerin çözücüye transferi artmaktadır (İlbay vd., 2013a; Wong vd., 2019; Şahin vd., 2020). Bu ekstraksiyon yönteminde uygulanan ultrasonik güç, frekans, sıcaklık, süre ve çözücü seçimi gibi birçok faktör önemlidir (Escalpez vd., 2011). Önceki yapılan çalışmalarda, hem kuşburnunun farklı yöntemlerle ekstraksiyonu (Wenzig vd., 2008; Lattanzio vd., 2011; İlbay vd., 2013a) hem de ultrason destekli farklı bitki ve meyvelerin ekstraksiyonu (Jabbar vd., 2014; Wong vd., 2019; Şahin vd., 2020; Ez Zoubi vd., 2021) ile ilgili çeşitli araştırmalar bulunmaktadır.

İlbay vd. (2013a) kuşburnundan fenolik bileşiklerin ekstraksiyonunda optimum ultrasonik ekstraksiyon koşullarını 81.23 dakika sonikasyon süresi, 50°C sıcaklık ve %40 oranında etanol olarak belirlemişlerdir. Atalar vd., (2020) ise kuşburnu nektarında sedimentasyon problemini önlemek için farklı genlik ve sürelerde sonikasyon uygulamışlardır. Literatürde, kuşburnu meyvesinin ultrason destekli ekstraksiyonunda farklı süre, genlik, sıcaklık ve çözücü:meyve oranlarının birlikte incelendiği bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmada, kuşburnu meyvesinin ultrason destekli ekstraksiyon ile farklı süre (3, 6, 9, 12 ve 15 dakika), genlik (%25, 50 ve 100), sıcaklık (20, 30 ve 40°C) ve çözücü:meyve ezmesi oranlarında (5, 10 ve 15 mL/g) ekstrakte edilmesi amaçlanmıştır. Elde edilen ekstraktlarda kuşburnu meyvesinde önemli miktarda bulunan toplam fenolik ve karotenoid miktarları ile antioksidan aktivitesi incelenmiştir.

## MATERYAL VE METOT

### Materyal

Kuşburnu meyveleri Bolu'daki bir semt pazarından temin edilmiştir. Ultrasonik ekstraksiyonlar yapılabildiği kadar buzdolabında muhafaza edilmiştir. Ultrasonik prob kullanılarak

hazırlanan ekstraktlar analizler yapılabildiği kadar -18 °C'de bekletilmiştir.

### Metot

Kuşburnu meyveleri yıkayıp, çekirdekleri ayrılmış ve meyve eti kahve değirmeni ile ezilerek pulp haline getirilmiştir. Ultrasonik ekstraksiyon öncesinde 10 g tartılarak üzerine 100 mL metanol eklenmiştir. Farklı ultrasonikasyon süreleri (3, 6, 9, 12 ve 15 dakika), genlik (%25, 50 ve 100), sıcaklık (20, 30 ve 40°C) ve çözücü:meyve ezmesi oranları (5, 10 ve 15 mL/g) uygulanarak biyoaktif bileşikler ekstrakte edilmiştir. Bu amaçla prob tipi ultrasonik homojenizatör (Bandelin-GM 3200, Berlin, Almanya) kullanılarak kuşburnunun ekstraksiyonu gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon sırasında parametrelerden biri değiştirilirken, diğerleri sabit tutulmuştur. Sabit tutulan koşullar 10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 12 dakika ultrasonikasyon süresi, 20°C ekstraksiyon sıcaklığı ve 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı şeklinde olmuştur. Ultrasonik ekstraksiyon işlemi sonrası kap içeriği 50 mL'lik santrifüj tüplerine aktararak 4000 rpm'de 15 dakika santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrası üstteki sıvı kısım alınıp, katı kısmın üzerine 50 mL metanol eklenerek tekrar santrifüj edilmiştir. Üst fazlar birleştirildikten sonra çözücünün bir kısmı döner buharlaştırıcı kullanılarak düşük basınç altında uzaklaştırılmıştır. Kalan alkollü ekstrakt 25 mL'lik balon jöjeye aktararak çizgisine kadar metanol ile tamamlanmıştır.

### Kuru madde tayini

Kuşburnu meyve ezmesinin kuru madde miktarı AOAC Metot 925.10 (1990)'da belirtilen metoda göre belirlenmiştir.

### Toplam fenolik madde miktarının belirlenmesi

Toplam fenolik madde miktarı Folin-Ciocalteu (Shahidi vd., 2001) metodu kullanılarak belirlenmiştir. Bu metot fenolik bileşiklerin Folin-Ciocalteu ayırıcını indirgediği ve oksitlenmiş forma dönüştüğü bir redoks reaksiyonuna dayanmaktadır. Ekstraktlar belirli oranlarda seyreltildikten sonra seyreltilmiş ekstraktan 0.5 mL alınmış ve bir tüpe aktarılmıştır. Üzerine 7 mL saf su eklenmiştir. Ardından 0.5 mL Folin-

Cioaltea ayracı ilave edilmiş ve 3 dakika karanlıkta bekletilmiştir. Süre sonunda 2 mL %20'lik sodyum karbonat eklenmiştir. 1 saat karanlıkta bekletildikten sonra, UV-görünür spektrofotometrede (Shimadzu UV 1700, Japonya) 720 nm'de şahit denemeye karşı absorbans değerleri okunmuştur. Şahit denemede örnek yerine 0.5 mL metanol kullanılmıştır. 20-140 mg/L konsantrasyon aralığındaki gallik asit standart çözeltileri kullanılarak aynı koşullarda analiz gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan kalibrasyon eğrisinin denklemi  $y = 0.0054x + 0.0188$  ( $R^2 = 0.999$ ) şeklinde belirlenmiştir. Kalibrasyon eğrisinin denkleminde yararlanılarak toplam fenolik madde miktarı kuru maddede mg gallik asit eşdeğeri/g kuşburnu ezmesi şeklinde verilmiştir.

### Toplam karotenoid miktarının belirlenmesi

Ultrasonik ekstraksiyon ile hazırlanan kuşburnu örneklerinin toplam karotenoid miktarı Martínez-Flores vd. (2015)'nin uyguladığı metoda göre spektroskopik olarak belirlenmiştir. Hazırlanan ekstraktlardan 1 mL alınarak üzerine 5 mL metanol:kloroform çözeltisi (1:2, v/v) eklenmiştir. Ardından 0.5 mL doymuş sodyum klorür çözeltisi eklenerek iyice çalkalanmış ve faz ayrımı oluşuncaya kadar bekletilmiştir. Üst faz pastör pipeti ile uzaklaştırıldıktan sonra kloroform fazına bir miktar sodyum sülfat eklenmiş ve 4000 rpm devir hızında santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrası üst fazdan 1 mL alınarak üzerine 5 mL metanol:kloroform (1:2, v/v) eklenmiştir. UV-görünür spektrofotometrede (Shimadzu UV 1700, Japon) 450 nm'de metanol:kloroform (1:2, v/v) çözücü karışımına karşılık absorbans okunmuştur. 1-12 mg/L konsantrasyon aralığındaki  $\beta$ -karoten standart çözeltileri kullanılarak denklemi  $y = 0.0873x - 0.0234$  ( $R^2 = 0.996$ ) olan kalibrasyon eğrisi hazırlanmıştır. Kuşburnu ezmesindeki toplam karotenoid miktarı kuru maddede mg  $\beta$ -karoten eşdeğeri/kg şeklinde hesaplanmıştır.

### Troloks eşdeğeri antioksidan aktivite tayini

ABTS yöntemi uygulanarak ultrasonik ekstraksiyon uygulanan örneklerin antioksidan aktiviteleri belirlenmiştir (Re vd., 1999). Bu yöntem ABTS radikal çözeltisi üzerine eklenen

antioksidan içeren ekstraktın radikali indirgemesi esasına dayanmaktadır. Aktif ABTS radikali hazırlandıktan sonra 1:80 (v/v) oranında metanol ile seyreltilmiş ve 734 nm'deki absorbansı 0.700 değerine ayarlanmıştır.

Analiz sırasında 990  $\mu$ L seyreltilmiş ABTS radikali üzerine 10  $\mu$ L seyreltilmiş örnek eklenmiştir. 6 dakika boyunca sonunda 734 nm'de okunan absorbans değerleri ölçülmüş ve süre sonundaki absorbans değeri kaydedilmiştir. Aynı işlemler kontrol deneme için de gerçekleştirilmiştir. Örnek ve kontrol için okunan absorbans değerlerinden yararlanılarak aşağıdaki denkleme göre % inhibisyon oranları hesaplanmıştır.

$$\% \text{ inhibisyon} = (A_{\text{kontrol}} - A_{\text{örnek}}) * 100 / A_{\text{kontrol}} \quad (1)$$

990  $\mu$ L ABTS radikali üzerine 10  $\mu$ L 2.5, 5, 10, 15 ve 20 mM konsantrasyonlardaki Troloks standart çözeltileri eklenmiş ve 6 dakika sonunda absorbans değerleri kaydedilmiştir. Konsantrasyona karşı absorbans değerleri grafiğe geçirilerek kalibrasyon eğrisi çizilmiştir. Bu grafiğinden denkleminde ( $y = 28.8x + 8.2036$ ,  $R^2 = 0.995$ ) yararlanılarak kuşburnu ezmesinin antioksidan aktivitesi kuru maddede troloks eşdeğeri  $\mu$ mol/g şeklinde hesaplanmıştır.

### İstatistiksel Analiz

Analiz sonuçları SPSS 23 paket programı kullanılarak analiz edilmiştir. Ortalamalar arası farklılık ANOVA testi ile belirlenmiştir. Farklı grupların saptanmasında Duncan testi uygulanmıştır. Denemeler ve analizler iki tekerrürlü olarak yürütülmüştür.

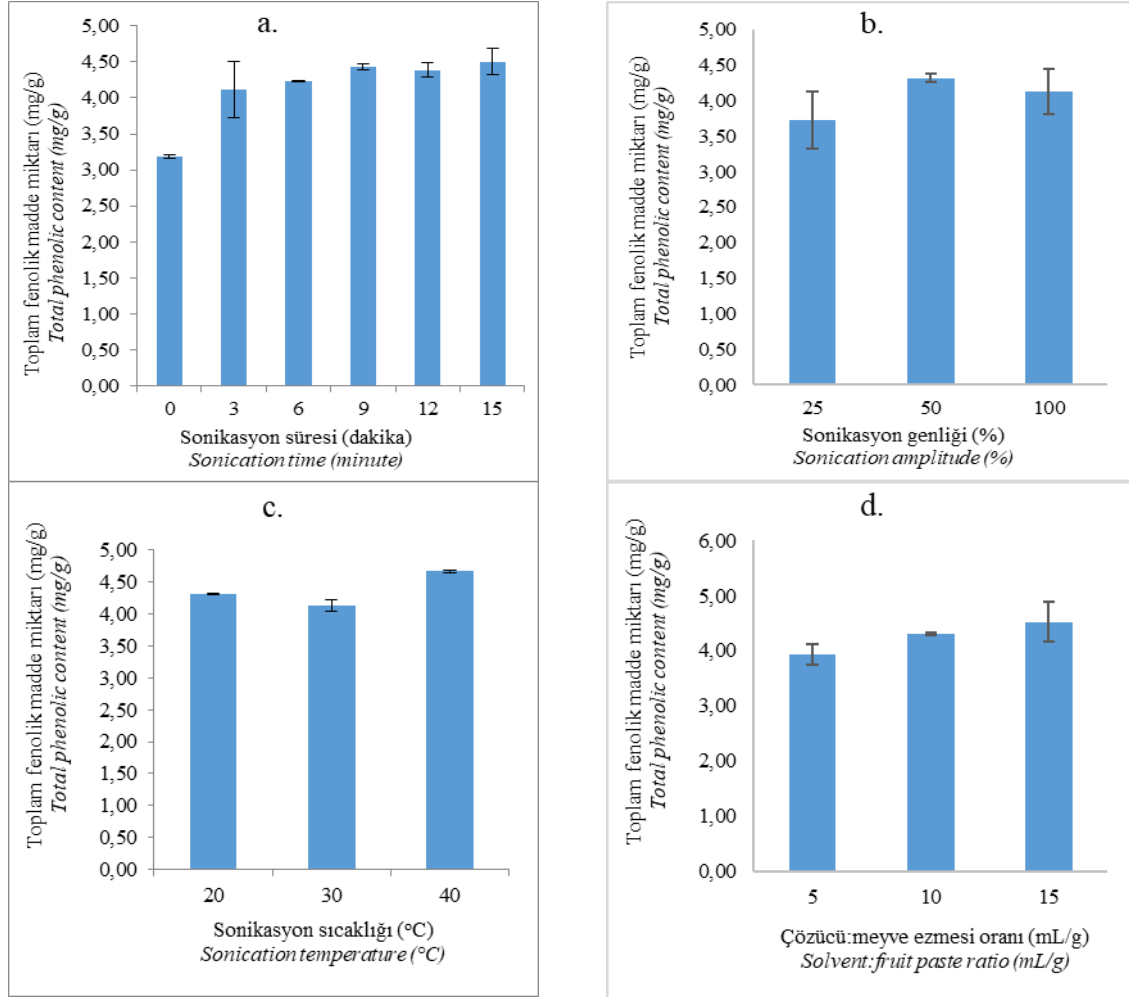
### ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

#### Toplam fenolik madde miktarı

Farklı ultrasonikasyon parametrelerinin kuşburnu ezmesindeki toplam fenolik madde miktarı üzerine etkisi Şekil 1'de gösterilmiştir. Ultrasonikasyon süresi arttıkça toplam fenolik madde miktarının arttığı ( $P < 0.05$ ) görülmektedir (Şekil 1.a). Bu çalışmadaki sonuçlara benzer şekilde sonikasyon süresinin artırılmasının biyoaktif bileşen miktarını artırdığına ilişkin bulgular literatürde yer almaktadır (İlbağ vd., 2013a; Ciğeroğlu vd., 2017; Algan Cavuldak vd.,

2019; Poyraz vd., 2021). Algan Cavuldak vd. (2019) ultrasonik ekstraksiyon süresi arttıkça bitki materyalinden çözücüye kütle transferinin artacağını, çok uzun süreli ekstraksiyon

uygulanmasının ise fenolik bileşiklerin parçalanmasına neden olabileceğini bildirmişlerdir.



Şekil 1. Farklı koşullarda ultrasonik ekstraksiyon uygulanan kuşburnu meyvesinin toplam fenolik madde miktarı (mg gallic asit/g KM) (a) Ultrasonikasyon süresinin etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 20°C sıcaklık ve 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı) (b) Ultrasonikasyon genliğinin etkisi (10 g meyve ezmesi, 20°C sıcaklık, 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı, 12 dakika ultrasonikasyon süresi) (c) Ultrasonikasyon sıcaklığının etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı, 12 dakika ultrasonikasyon süresi) (d) Çözücü:meyve ezmesi oranının etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 20°C sıcaklık, 12 dakika ultrasonikasyon süresi)

Figure 1. Total phenolic content of rosehip fruit extracted ultrasonically under different conditions (mg gallic acid/g DW) Effect of ultrasonication time (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 20°C temperature, 5 mL/g solvent:fruit pulp) b) Effect of ultrasonication amplitude (10 g fruit pulp, 20°C temperature, 5 mL/g solvent:fruit pulp, 12 minute ultrasonication time) (c) Effect of ultrasonication temperature (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 5 mL/g solvent/fruit pulp, 12 minute ultrasonication time) (d) Effect of solvent:fruit paste ratio (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 20°C temperature, 2 minute ultrasonication time).

Sonikasyon uygulanmayan kuşburnu ezmesinin toplam fenolik madde miktarı 3.18 mg/g KM olup, 3 dakika ultrases dalgası uygulandığında 4.12 mg/g KM değerine yükselmiştir. 3. dakikadan sonra artış hızı yavaşlamış ve 15 dakika sonunda toplam fenolik madde miktarı 4.51 mg/g KM olarak bulunmuştur. Ancak 3.-15. dakikalar arasında ekstrakte edilen fenolik madde miktarında değişim istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ( $P > 0.05$ ).

Farklı sonikasyon sürelerinin uygulandığı bir çalışmada Cığeroğlu vd. (2017) sonikasyonun ilk 30 dakikasında hızlı difüzyon nedeniyle narenciye yaprak ekstraktının toplam fenolik madde miktarında keskin bir artış, sonrasında ise daha yavaş bir artış olduğunu bildirmişlerdir. Belirli bir doygunluk anında ekstraksiyonun dengeye geldiğini; bu nedenle belirli bir ana kadar konsantrasyonun hızlı arttığını, sonrasında artış hızının yavaşladığını bildirmişlerdir. İlbağ vd. (2013a) ise ultrasonik ekstraksiyonun ilk aşaması olan ısıtma aşamasında bitki materyalinin yüzeyinde bulunan bileşenlerin çözündüğünü, ikinci aşama olan yavaş ekstraksiyon aşamasında ise bitki matriksinden bileşiklerin çözücüye kütle transferinin gerçekleştiğini bildirmişlerdir. Bu nedenle kuşburnu meyvesinden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonunda sonikasyonun ilk 30 dakikasında hızlı, ilerleyen sürelerde ise daha yavaş ekstraksiyon gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Bu çalışmada da benzer bir durum gözlenmiştir. Genel olarak sonikasyon süresince hem toplam fenolik madde, hem de toplam flavonoid miktarının arttığı bildirilmiştir (Poyraz vd., 2021). Diğer taraftan Algan Cavuldak vd. (2019) yaptıkları çalışmada ultrasonik ekstraksiyon süresinin dut yaprağındaki toplam fenolik madde ve toplam flavonoid madde miktarları üzerine lineer etkilerinin istatistiksel olarak anlamlı olmadığını belirlemişlerdir ( $P > 0.05$ ). Uzun süreli ekstraksiyonun fenolik ekstraksiyon verimini artırmadığını bildirmişlerdir.

Ultrasonikasyon genliği %25 uygulandığında toplam fenolik madde miktarı 3.73 mg/g KM olup, genlik %50'ye yükseltildiğinde toplam fenolik madde miktarının arttığı (4.32 mg/g KM), ancak toplam fenolik maddedeki değişimin

istatistiksel olarak anlamlı olmadığı ( $P > 0.05$ ) gözlenmiştir. %100 genlik uygulandığında ise kuşburnu ezmesinin toplam fenolik madde miktarı (4.12 mg/g KM) bir miktar düşmüştür (Şekil 1.b). Bu durumda %50 düzeyinde ultrases dalgaları uygulanmasının yeterli olduğu düşünülmektedir. Yüksek genlik uygulanması güç sarfiyatını artıracak ve örneğin ısınmasına neden olacaktır. Çeşitli çalışmalarda ultrasonikasyon genliğinin artmasının örnekte ısınmaya neden olduğu bildirilmektedir (Chemat vd., 2017; Jabbar vd., 2014). Ultrason genliğinin artırılması, ultrason gücünün artmasına neden olmakta ve kavitasyon gerçekleşmektedir. Kavitasyon lokal ısınmaya neden olarak bitki hücre duvarının yıkımını sağlamaktadır (Poyraz vd., 2021).

Sonikasyon sıcaklığının artırılması toplam fenolik madde miktarında artış sağlamıştır ( $P < 0.05$ ). 20°C'de sonikasyon uygulandığında toplam fenolik madde miktarı 3.94 mg/g KM iken, 40°C'de 4.52 mg/g KM olarak belirlenmiştir (Şekil 1.c). Sonikasyon sıcaklığının fenolik ekstraksiyon verimi üzerine etkisini inceleyen çalışmalardan birinde, Algan Cavuldak (2019) ultrasonik ekstraksiyon sıcaklığı arttıkça fenolik bileşiklerin difüzyonunun hızlandığını, çözünenin difüzyon katsayısının arttığını, çözücünün yüzey gerilimi ve çözücü viskozitesinin ise azaldığını; bu nedenlerle de fenolik ekstraksiyon veriminin arttığını bildirmişlerdir. Ancak çok yüksek sıcaklıklarda ise polifenollerin bozulabileceğini belirtmişlerdir. Karadut yaprağından biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunda sıcaklıktaki değişimin toplam flavonoid miktarını istatistiksel olarak anlamlı düzeyde ( $P < 0.05$ ) değiştirdiğini, ancak toplam fenolik madde üzerine etkisinin anlamlı olmadığını ( $P > 0.05$ ) saptamışlardır.

Cığeroğlu vd. (2017) narenciye yapraklarından fenoliklerin ultrasonik ekstraksiyonunda sıcaklık 32°C'den 42°C'ye yükseltildiğinde fenolik madde miktarında hızlı bir artış olduğunu, ancak daha yüksek sıcaklıklarda sıcaklığın artmasının kavitasyon yoğunluğunun azalmasına neden olduğunu belirtmişlerdir. İlbağ vd. (2013a) sonikasyon sıcaklığının artmasının kuşburnundan ekstrakte edilen fenolik miktarını artırdığını bildirmişlerdir. Benzer şekilde sıcaklık artışının

kütle transfer hızını artırdığını, bitki matriksinin aktif bölgeleri tarafından çözücü desorpsiyonunu kolaylaştırdığını ve çözücü buhar basıncını artırdığını belirtmişlerdir.

Çözücü:meyve ezmesinin oranının artırılması ile toplam fenolik madde miktarında artış sağlanmış, ancak değişim istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ( $P >0.05$ , Şekil 1.d). Çözücü:meyve ezmesi oranı 5 mL/g olduğunda toplam fenolik madde miktarı 3.94 mg/g KM iken, 15 mL/g düzeyinde 4.52 mg/g KM olarak belirlenmiştir. Çeşitli araştırmalarda ekstraksiyonda kullanılan çözücü oranının artmasının toplam fenolik madde miktarını artırdığı bulunmuştur (Çigeroğlu vd., 2017; Algan Cavuldak vd., 2019; Ez Zoubi vd., 2021). Bu çalışmalarda birinde Algan Cavuldak vd. (2019) karadut yaprağındaki fenolik maddelerin ekstraksiyonu üzerine çözücü:kati oranının etkisinin istatistiksel olarak anlamlı ( $P < 0.05$ ) olduğunu belirlemişlerdir. Çözücü oranının artmasının bitki materyalinin ultrasonik ses dalgaları ile parçalanmasını kolaylaştırdığını bildirmişlerdir. Çigeroğlu vd. (2017) ise ekstraksiyonda kullanılan çözücü miktarı arttıkça narenciye yapraklarından daha fazla fenolik ve flavonoid bileşiğin ekstrakte edilebildiğini, 50:1 (v/w) çözücü:kati oranında ise en yüksek miktarda fenolik bileşiğin ekstrakte edilebildiğini bildirmişlerdir. Çözücü miktarının artırılmasının kütle transfer hızını artırdığını ve ekstraksiyon verimini belirli bir noktaya kadar yükselttiğini ileri sürmüşlerdir. Yapılan optimizasyon çalışması sonunda optimum çözücü oranının 20:1 (v/w) olduğunu saptamışlardır. Ez Zoubi vd. (2021) *Lavandula stoechas* bitkisinden fenolik maddelerin ekstraksiyonunda çözücü:kati oranının 20 mL/g'dan 30 mL/g düzeyine yükseltilmesinin fenolik ekstraksiyon verimini artırdığını bildirmişlerdir.

### Toplam karotenoid miktarı

Farklı koşullarda ultrasonik ekstraksiyon uygulanan kuşburnu meyve etinin toplam karotenoid miktarı Şekil 2'de gösterilmiştir. Buna göre ultrasonikasyon süresi arttıkça toplam

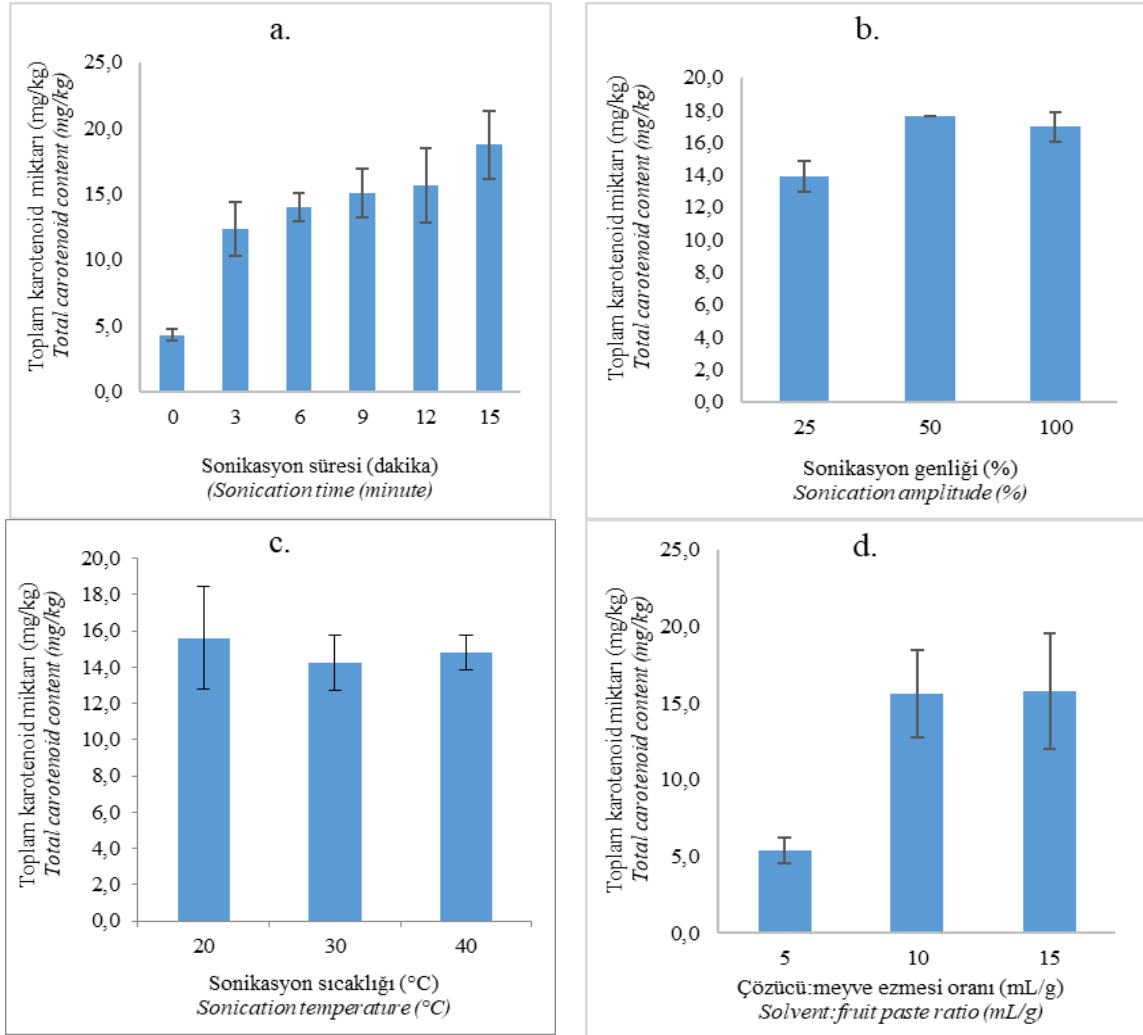
karotenoid miktarının arttığı saptanmıştır ( $P < 0.05$ ). Toplam karotenoid miktarı 4.29 mg/kg KM değerinden, düzenli bir artış göstererek 15 dakika sonunda 18.70 mg/kg değerine yükselmiştir (Şekil 2.a).

Jabbar vd. (2014) ultrasonik ses dalgaları uygulanan havuç suyunda karotenoid miktarının artmasının, hücre duvarlarının kaviteasyonun mekanik etkisi ile parçalanmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir. Purohit ve Gogate (2015) havuç atıklarından  $\beta$ -karotenin ultrasonik ekstraksiyonunda ilk 50 dakika ekstraksiyon veriminin arttığını, daha sonra ise azaldığını bildirmişlerdir. 10-30. dakikalar arasında ekstraksiyon veriminin %50.40, 30-50. dakikalar arasında ise %11.52 düzeyinde olduğunu bildirmişlerdir.

Ultrasonikasyon genliğindeki artış ekstrakte edilen toplam karotenoid miktarında anlamlı bir değişime neden olmuştur ( $P < 0.05$ ). En yüksek toplam karotenoid miktarı (17.62 mg/kg KM) %50 genlik uygulandığında saptanmıştır (Şekil 2.b). Toplam fenolik madde miktarı da bu genlik değerinde çalışıldığında en yüksek olmuştur.

Kuşburnu nektarlarında sedimantasyon problemini önlemek amacıyla Atalar vd. (2020) yaptıkları çalışmada, ultrasonikasyon genliği ve uygulama süresi arttıkça toplam karotenoid miktarının arttığını ( $P < 0.05$ ) ve en yüksek toplam karotenoid miktarının ise (24.11  $\mu$ g  $\beta$ -karoten eşdeğeri/mL) %100 genlik ve 30 dakika ultrases dalgası uygulandığında saptandığını bildirmişlerdir.

En yüksek toplam karotenoid miktarı (15.6 mg/kg KM) 20°C'de işlem uygulandığında saptanmıştır (Şekil 2.c). Sıcaklık 30 ve 40°C'ye yükseltildiğinde toplam karotenoid miktarında bir miktar düşme olmasına rağmen, değişim istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ( $P > 0.05$ ). Aksine Chuyen vd., (2020) 30-50°C aralığında ekstrakte edilen  $\beta$ -karoten verimi üzerine sıcaklığın etkisinin önemli olduğunu bildirmişlerdir.



Şekil 2. Farklı koşullarda ultrasonik ekstraksiyon uygulanan kuşburnu meyvesinin toplam karotenoid miktarı (mg  $\beta$ -karoten/kg KM) (a) Ultrasonikasyon süresinin etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 20°C sıcaklık ve 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı) (b) Ultrasonikasyon genliğinin etkisi (10 g meyve ezmesi, 20°C sıcaklık, 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı, 12 dakika ultrasonikasyon süresi) (c) Ultrasonikasyon sıcaklığının etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı, 12 dakika ultrasonikasyon süresi) (d) Çözücü:meyve ezmesi oranının etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 20°C sıcaklık, 12 dakika ultrasonikasyon süresi)

Figure 2. Total carotenoid content of rosehip fruit extracted ultrasonically under different conditions (mg  $\beta$ -carotene/kg DW) (a) Effect of ultrasonication time (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 20°C temperature, 5 mL/g solvent:fruit pulp) (b) Effect of ultrasonication amplitude (10 g fruit pulp, 20°C temperature, 5 mL/g solvent:fruit pulp, 12 minute ultrasonication time) (c) Effect of ultrasonication temperature (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 5 mL/g solvent/fruit pulp, 12 minute ultrasonication time) (d) Effect of solvent:fruit paste ratio (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 20°C temperature, 2 minute ultrasonication time).



Ye vd. (2011) karotenoid bileşiklerin mısırdan ultrasonik ekstraksiyonunda 38-40°C arasındaki sıcaklık uygulamasının 26-30°C arasındaki ekstraksiyon sıcaklığına göre daha etkili olduğunu, ancak 66°C civarındaki sıcaklıklarda bazı karotenoidlerdeki çift bağların kırıldığını bildirmişlerdir. Purohit ve Gogate (2015) ise 20-50°C arasındaki ekstraksiyon sıcaklıkları uygulandığında  $\beta$ -karoten veriminin arttığını gözlemişlerdir. Sıcaklıkla ekstraksiyon veriminin artmasının çözücü içinde  $\beta$ -karotenin çözünürlüğünün artmasından ve ultrases dalgaları ile oluşan boşlukların sayısının artmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir.

Çözücü:meyve ezmesi oranı 15 mL/g olduğunda toplam karotenoid miktarı en yüksek (15.8 mg/kg KM) bulunmuştur. Ancak oran 10 veya 15 mL/g olduğunda toplam karotenoid miktarında istatistiksel olarak anlamlı bir değişim gözlenmemiştir ( $P > 0.05$ , Şekil 2.d). Purohit ve Gogate (2015) katı:çözücü oranı 0.1:20 ile 0.3:20 g/mL arasındayken havuç atıklarından  $\beta$ -karoten ekstraksiyon veriminin arttığını, 0.3:20 ile 0.6:20 g/mL arasında ise verimin düştüğünü saptamışlardır. Katı miktarı arttıkça ekstraksiyon için daha fazla çözücü gerektiğini bildirmişlerdir.

### Antioksidan aktivite

Ultrasonikasyon parametrelerinin kuşburnu meyvesinin antioksidan aktivitesi üzerine etkisi Şekil 3'de verilmiştir. Sonikasyon süresinin artırılması ekstrakte edilen biyoaktif bileşiklerde artışa neden olduğundan antioksidan aktivitede özellikle 3. dakikada (303.4  $\mu\text{mol/g}$  KM) anlamlı bir artış gerçekleşmiştir ( $P < 0.05$ ). Ancak 3 dakikadan daha uzun sonikasyon uygulandığında antioksidan aktivitedeki artış düşük olmuş ve bu artış istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ( $P > 0.05$ , Şekil 3.a).

Toplam fenolik madde miktarı ile toplam karotenoid miktarında da benzer değişimler saptanmıştır. Ultrasonikasyon işlemi antioksidan özellikteki fenolik maddeler ve karotenoid bileşikler dışında kuşburnunda bulunan askorbik asit gibi diğer antioksidanların da ekstraksiyonunu sağlamış olabilir. Bu araştırmadaki sonuçlara benzer şekilde Li vd. (2016) ultrasonik ekstraksiyon süresi arttıkça sabit sıcaklık ve etanol

konsantrasyonunda perilla (biftekotu) yapraklarından hazırlanan ekstraktın antioksidan aktivitesinin arttığını bildirmişlerdir. Antioksidan aktivite ile toplam fenolik madde ve rosmarinik asit miktarları arasında ise yüksek korelasyon olduğu bildirilmiştir. Sonikasyon süresindeki artışın toplam fenolik madde ile antioksidan aktivite üzerine olumlu etkisi Algan Cavuldak vd. (2019) tarafından da belirtilmiştir. Çalışmalarında karadut yaprak ekstraktının DPPH ile belirlenen antioksidan aktivitesi ile toplam fenolik madde miktarı arasında yüksek korelasyon ( $R^2=0.8381$ ) olduğunu saptamışlardır.

Chuyen vd. (2020) ise,  $\beta$ -karotence zengin tropikal bir kavun olan *Momordica cochinchinensis* Spreng.'ın kabuklarından ultrasonik ekstraksiyon yoluyla hazırlanan ekstraktın antioksidan aktivitesi üzerine ekstraksiyon süresinin kuadratik etkisinin istatistiksel olarak anlamlı ( $P < 0.05$ ) olduğunu bildirmişlerdir.

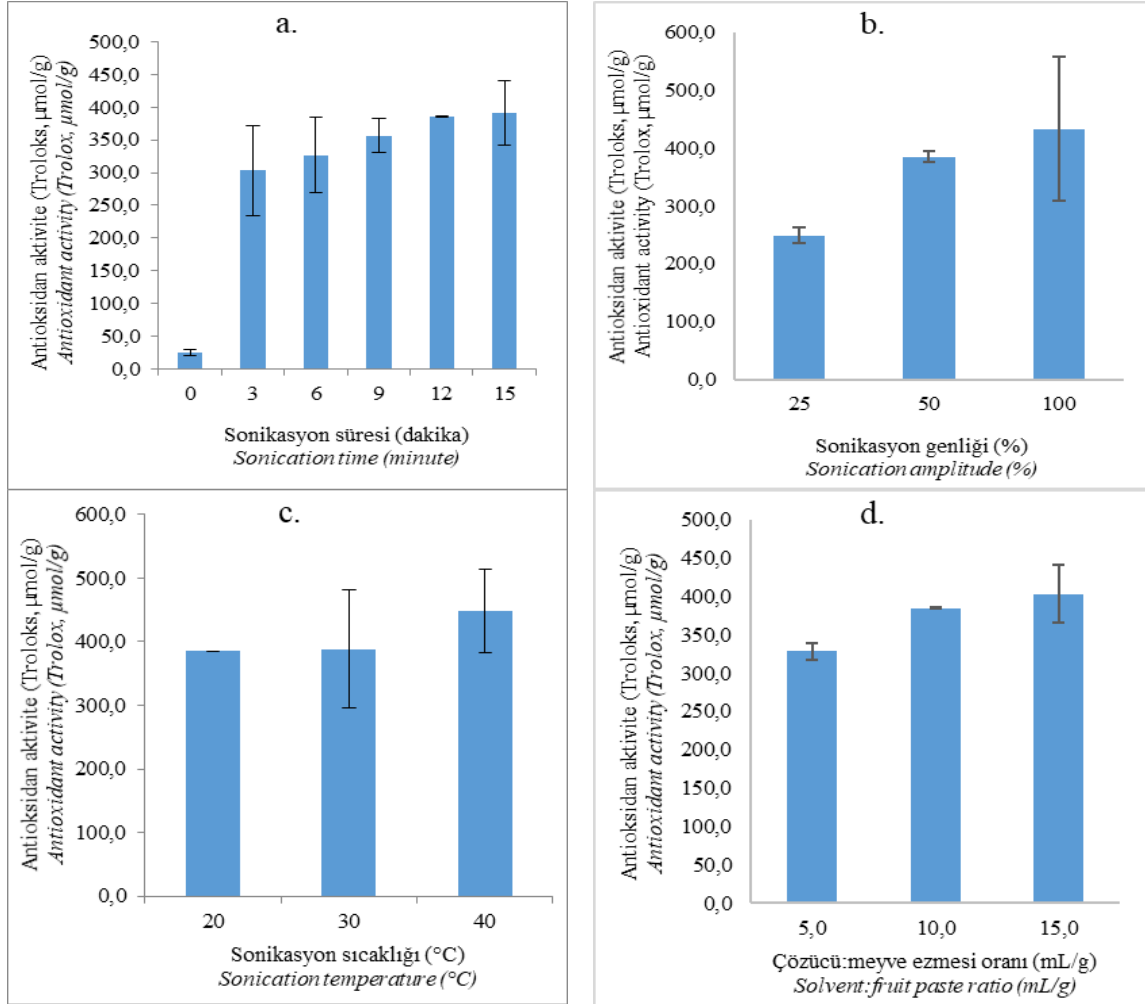
Sonikasyon genliğinin artırılması antioksidan aktivitede artış sağlamış olsa da, bu değişim istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ( $P > 0.05$ ). %25, %50 ve %100 sonikasyon genlikleri uygulandığında antioksidan aktivite 248.9, 384.2 ve 432.3  $\mu\text{mol/g}$  KM olarak belirlenmiştir (Şekil 3.b). Genliğin artması ultrasonikasyon gücünün artmasına ve dolayısıyla kavitasyon etkisinin artmasına yolculmaktadır (Poyraz vd., 2021). Bir çalışmada ultrasonikasyon genliğinin %50'den %100'e artırılması ile kuşburnu nektarının antioksidan aktivitesinin (FRAP) arttığı belirtilmektedir (Atalar ve ark., 2020).

En yüksek antioksidan aktivite 447.9  $\mu\text{mol/g}$  KM 40°C'de saptanmıştır (Şekil 3.c). Sonikasyon sıcaklığı arttıkça antioksidan aktivitede bir miktar artış olmuş, ancak bu artış istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ( $P > 0.05$ ). Benzer şekilde Algan Cavuldak vd. (2019) karadutun ultrasonik ekstraksiyonunda sıcaklığın antioksidan aktivite üzerine etkisinin anlamlı olmadığını ( $P > 0.05$ ) saptamışlardır. Ancak çeşitli araştırmalarda ultrasonikasyon sıcaklığındaki artışın bileşenlerin ekstraksiyonunda olumlu etkilerinden bahsedilmektedir (İlbağ vd., 2013a; Algan Cavuldak vd., 2019; Poyraz vd., 2021).

## Ultrasonik ekstraksiyonun kuşburnunun biyoaktif bileşikleri üzerine etkisi

Çözücü:meyve ezmesi oranı arttıkça (5, 10 ve 15 mL/g) antioksidan aktivitenin arttığı gözlenmiştir ( $P<0.05$ ). En yüksek antioksidan aktivite (403.3

$\mu\text{mol/g KM}$ ), çözücü:meyve ezmesi oranı 15 mL/g olduğunda saptanmıştır (Şekil 3.d).



Şekil 3. Farklı koşullarda ultrasonik ekstraksiyon uygulanan kuşburnu meyvesinin antioksidan aktivitesi (troloks eşdeğeri,  $\mu\text{mol/g KM}$ ) (a) Ultrasonikasyon süresinin etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 20°C sıcaklık ve 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı) (b) Ultrasonikasyon genliğinin etkisi (10 g meyve ezmesi, 20°C sıcaklık, 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı, 12 dakika ultrasonikasyon süresi) (c) Ultrasonikasyon sıcaklığının etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 5 mL/g çözücü:meyve ezmesi oranı, 12 dakika ultrasonikasyon süresi) (d) Çözücü:meyve ezmesi oranının etkisi (10 g meyve ezmesi, %50 ultrasonikasyon genliği, 20°C sıcaklık, 12 dakika ultrasonikasyon süresi)

Figure 3. Antioxidant activity of rosehip fruit extracted ultrasonically under different conditions (trolox equivalent,  $\mu\text{mol/g DW}$ ) (a) Effect of ultrasonication time (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 20°C temperature, 5 mL/g solvent:fruit pulp) (b) Effect of ultrasonication amplitude (10 g fruit pulp, 20°C temperature, 5 mL/g solvent:fruit pulp, 12 minute ultrasonication time) (c) Effect of ultrasonication temperature (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 5 mL/g solvent/fruit pulp, 12 minute ultrasonication time) (d) Effect of solvent:fruit paste ratio (10 g fruit pulp, 50% ultrasonication amplitude, 20°C temperature, 2 minute ultrasonication time).

## SONUÇ

Bu çalışmada farklı ultrasonikasyon parametrelerinin (süre, genlik, sıcaklık ve çözücü:meyve ezmesi oranı) kuşburnundan ekstrakte edilen biyoaktif bileşen (fenolik ve karotenoid bileşikler) miktarı ve antioksidan aktivite üzerine etkileri incelenmiştir. Sonikasyon parametrelerinin bazıları, biyoaktif bileşenlerden toplam karotenoid ve toplam fenolik madde miktarları ile antioksidan aktivitede artışa neden olmuştur. Çalışma sonuçlarına göre, ultrasonik ekstraksiyon yönteminin kuşburnu meyvesinden biyoaktif bileşiklerin ekstraksiyonunda kullanılabilirliği düşünülmektedir. Ancak ekstraksiyonda optimum sonikasyon koşullarının belirlenmesi gerekmektedir. Optimum koşullar belirlenirken en yüksek biyoaktif bileşiğin ekstrakte edildiği, minimum enerji ve sürenin uygulandığı koşulların esas alınması uygun olacaktır.

## ÇIKAR ÇATIŞMASI BEYANI

Makalenin yazarları arasında çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## YAZAR KATKILARI

S. Turan, deney tasarımını oluşturmuş, denemelerin ve analizlerin gerçekleştirilmesini sağlamış, sonuçları değerlendirmiş, istatistiksel analizleri gerçekleştirmiş ve makaleyi düzenlemiştir. D. Atalay, denemeleri yapmış, analiz sonuçlarını değerlendirmiş ve makalenin yazımına katkı sunmuştur. R. Solak, M. Demirtaş ve M. Özoğul denemelerin ve analizlerin yapılmasında görev almıştır. Makalenin son hali yazarlar tarafından okunmuş ve onaylanmıştır.

## TEŞEKKÜR

Yazarlar Ultrasonik homojenizatör cihazının kullanımını sağlayan Prof. Dr. Hande Selen Erge'ye teşekkürlerini sunarlar.

## KAYNAKLAR

AOAC (1990). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 15<sup>th</sup> Edn. Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC.

Atalar, I., Saricaoglu, F.T., Odabas, H.I., Yilmaz, V.A., Gul, O. (2020). Effect of ultrasonication

treatment on structural, physicochemical and bioactive properties of pasteurized rosehip (*Rosa canina* L.) nectar. *LWT - Food Sci Technol*, 118: 108850, 1-8, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108850>.

Algan Cavuldak, Ö.A., Vural, N., Akay, M.A., Anlı, R.E. (2019). Optimization of ultrasound-assisted water extraction conditions for the extraction of phenolic compounds from black mulberry leaves (*Morus nigra* L.). *J Food Process Eng*, 42:e13132, 1-15, <https://doi.org/10.1111/jfpe.13132>.

Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A., Abert-Vian, M. (2017). Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrason Sonochem*, 34: 540–560, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035>.

Chuyen, H.V., Roach, P.D., Golding, J.B., Parks, S.E., Nguyen, M.H. (2020). Ultrasound-assisted extraction of GAC peel: An optimization of extraction conditions for recovering carotenoids and antioxidant capacity. *Processes*, 8(8): 1-12, <https://doi.org/10.3390/pr8010008>.

Çigeroğlu, Z., Kırbaslar, Ş. İ., Şahin, S., Köprücü, G. (2017). Optimization and kinetic studies of ultrasound-assisted extraction on polyphenols from Satsuma Mandarin (*Citrus Unshiu Marc.*) leaves. *Iran J Chem Chem Eng*, 36(5): 163-171, <https://doi.org/10.30492/IJCCE.2017.30032>.

Demir, N., Yıldız, O., Alpaslan, M., Hayaloğlu, A.A. (2014). Evaluation of volatiles, phenolic compounds and antioxidant activities of rose hip (*Rosa* L.) fruits in Turkey. *LWT - Food Sci Technol*, 57: 126-133, <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2013.12.038>.

Duru, N., Karadeniz, F., Erge, H.S. (2011). Changes in bioactive compounds, antioxidant activity and HMF formation in rosehip nectars during storage. *Food Bioprocess Technol*, 5: 2899-2907, <https://doi.org/10.1007/s11947-011-0657-9>.

Esclapez, M.D., Garcia-Perez, J.V., Mulet, A., Carcel, J.A. (2011). Ultrasound-assisted extraction

- of natural products. *Food Eng Rev*, 3:108–120, <https://doi.org/10.1007/s12393-011-9036-6>.
- Ez Zoubi, Y., Fadil, M., Bousta, D., Lalami, A.E.O., Lachkar, M., Farah, A. (2021). Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from Moroccan *Lavandula stoechas* L.: Optimization using response surface methodology. *J Chem*, 2021: 8830902, 1-11, <https://doi.org/10.1155/2021/8830902>.
- Fan, C., Pacier, C., Martirosyan, D.M. (2014). Rose hip (*Rosa canina* L): A functional food perspective. *Funct Foods Health Dis*, 4(11): 493-509, <https://doi.org/10.31989/ffhd.v4i12.159>.
- İlbağ, Z., Şahin, S., Kırbaşlar, Ş.İ. (2013a). Optimisation of ultrasound-assisted extraction of rosehip (*Rosa canina* L.) with response surface methodology. *J Sci Food Agric*, 93: 2804–2809, <https://doi.org/10.1002/jsfa.6104>.
- İlbağ, Z., Şahin, S., Kırbaşlar, Ş.İ. (2013b). Investigation of polyphenolic content of rosehip (*Rosa canina* L.) tea extracts: A comparative study, *Foods*, 2: 43-52, <https://doi.org/10.3390/foods2010043>.
- Jabbar, S., Abid, M., Hu, B., Hashim, M.M., Saeeduddin, M., Lei, S., Wu, T., Zeng, X. (2014). Influence of sonication and high hydrostatic pressure on the quality of carrot juice. *Int J Food Sci Technol*, 49: 2449–2457, <https://doi.org/10.1111/ijfs.12567>.
- Lattanzio, F., Greco, E., Carretta, D., Cervellati, R., Govoni, P., Speroni, E. (2011). In vivo anti-inflammatory effect of *Rosa canina* L. extract. *J Ethnopharmacol*, 137: 880–885, <https://doi.org/10.1016/j.jep.2011.07.006>.
- Li, H.-Z., Zhang, Z.-J., Xue, J., Cui, L.-X., Hou, T.-yu, Li, X.-J., Chen, T. (2016). Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants and rosmarinic acid from perilla leaves using response surface methodology. *Food Sci Technol*, 36(4): 686-693, <http://dx.doi.org/10.1590/1678-457X.13516>.
- Mannozi, C., Foligni, R., Scalise A., Mozzon M. (2020). Characterization of lipid substances of rose hip seeds as a potential. Source of functional components: A review. *Ital J Food Sci*, 32: 721-733, <https://doi.org/10.14674/IJFS.1867>.
- Martínez-Flores, H.E., Garnica-Romo, M.G., Bermúdez-Aguirre, D., Pokhrel P.R., Barbosa-Cánovas, G.V. (2015). Physico-chemical parameters, bioactive compounds and microbial quality of thermop-sonicated carrot juice during storage. *Food Chem*, 172: 650-656, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.072>.
- Milić S.M., Kostic M.D., Milić P.S., Vucic V.M., Arsic A.C., Veljkovic V.B., Stamenkovic O.S. (2020). Extraction of oil from rosehip seed: Kinetics, thermodynamics, and optimization. *Chem Eng Technol*, 43(12): 2373–2381, <https://doi.org/10.1002/ceat.201900689>.
- Patel S. (2017). Rose hip as an underutilized functional food: Evidence-based review. *Trends Food Sci Technol*, 63: 29-38, <http://dx.doi.org/10.1016/j.tifs.2017.03.001>.
- Poyraz, Ç., Küçükyıldız, G., Kırbaşlar, Ş.İ., Çigeroğlu, Z., Şahin, S. (2021). Valorization of Citrus unshiu biowastes to value-added products: An optimization of ultrasound-assisted extraction method using response surface methodology and particle swarm optimization. *Biomass Convers Bior*, Published online 1 Feb 2021, <https://doi.org/10.1007/s13399-021-01329-9>.
- Purohit, A.J., Gogate, P.R. (2015). Ultrasound-assisted extraction of  $\beta$ -carotene from waste carrot residue: Effect of operating parameters and type of ultrasonic irradiation. *Sep Sci Technol*, 50: 1507–1517, <https://doi.org/10.1080/01496395.2014.978472>.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic Biol Med*, 26:1231–1237, [https://doi.org/10.1016/S0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/S0891-5849(98)00315-3).
- Shahidi, F., Chavan, U., Naczki, M., Amarowicz, R. (2001). Nutrient distribution and phenolic antioxidants in air-classified fractions of beach pea (*Lathyrus maritimus* L.). *J Agric Food Chem*, 49:926–933, <https://doi.org/10.1021/jf0005317>.

Şahin, S., Pekel, A.G., Toprakçı, I. (2020). Sonication-assisted extraction of *Hibiscus sabdariffa* for the polyphenols recovery: application of a specially designed deep eutectic solvent. *Biomass Convers Biorefin*, published online 1 July 2020, <https://doi.org/10.1007/s13399-020-00837-4>.

Wenzig, E.M. Widowitz, U. Kunert, O. Chrubasik, S. Bucara, F. Knauder, F. Bauer R. (2008) Phytochemical composition and in vitro pharmacological activity of two rose hip (*Rosa canina* L.) preparations. *Phytomedicine*, 15: 826–835, <https://doi.org/10.1016/j.phymed.2008.06.012>.

Wong, S.T., Tan, M.C., Geow, C.H. (2019). Optimization of ultrasound-assisted ethanol extraction of hazelnut oil. *J Food Process Preserv*, 43(10): e14138. 1-9, <https://doi.org/10.1111/jfpp.14138>.

Ye, J., Feng, L., Xiong, J., Xiong, Y. (2011). Ultrasound-assisted extraction of corn carotenoids in ethanol. *Int J Food Sci Technol*, 46: 2131–2136, <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2011.02727.x>.