



## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

Haşım Kelebek<sup>1\*</sup> Sevgin Dıblan<sup>1</sup> Pınar Kadiroğlu<sup>1</sup> Osman Kola<sup>1</sup> Serkan Selli<sup>2</sup>

### Özet

Bu çalışmada, Bursa siyahı ve Sarılop incirlerinin fenolik bileşikleri, organik asit, şeker içeriği ve antioksidan kapasitesi potansiyelleri kıyaslanarak kurutma işleminin bu bileşenler üzerine etkileri araştırılmıştır. Fenolik bileşiklerin analizleri LC-DAD-ESI-MS/MS kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çalışmada toplam 11 adet fenolik bileşik tanımlanmıştır. Toplam fenolik bileşik miktarı Sarılop incirlerinde 313.02 mg/kg ve Bursa siyahı incirlerinde ise 320.49 mg/kg kuru ağırlık olarak belirlenmiş ve klorojenik asit türevlerinin iki incir çeşidi içinde baskın fenolik bileşik olduğu saptanmıştır. Kurutma işleminden sonra ise, fenolik içeriğin Bursa siyahı için 181.99 ve Sarılop için 139.70 mg/kg kuru ağırlık değerlerine kadar düştüğü belirlenmiştir. Kurutmanın antioksidan kapasite değerlerinde de azalmaya neden olduğu, organik asit ve şeker içeriğini ise istatistiksel yönden önemli düzeyde etkilemediği saptanmıştır.

**Anahtar kelimeler:** İncir, fenolik bileşik, antioksidan kapasite, organik asit, şeker.

### Effects of Drying on Phenolic Compounds, Sugars, Organic Acids and Antioxidant Properties of Fig Varieties (*Ficus carica* L.)

#### Abstract

The aim of this study was to determine the regional differences and effects of drying on the quality characteristics such as phenolic compounds, organic acids and antioxidant capacity of species, "Sarılop" and "Bursa Siyahı". LC-DAD-ESI-MS/MS was used for phenolic compound analysis. A total of 11 phenolic compounds have been identified and characterized in the figs. The phenolics content ranged between 313.02 and 320.49 mg/kg in dry weight (in fresh Sarılop and Bursa siyahı, respectively) and chlorogenic acid derivatives was the major compound in both cultivars. Drying of figs has led to reduction in phenolic content up to 181.99 and 139.70 mg/kg in dry weight for Bursa siyahı and Sarılop varieties, respectively. Furthermore, while the antioxidant capacities of the figs decreased after drying process, the effect of drying on organic acid and sugar content of figs was found insignificant.

**Keywords:** Fig, phenolic compounds, antioxidant capacity, organic acid, sugars.

Yayın Kuruluna Geliş Tarihi: 19.10.2018

<sup>1</sup>Gıda Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Adana Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Adana

<sup>2</sup>Gıda Mühendisliği Bölümü, Ziraat Fakültesi, Çukurova Üniversitesi, Adana

\*Corresponding Author: hkelebek@adanabtu.edu.tr

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

### Giriş

İncir, insanlar tarafından ilk tarımı yapılan, genetik olarak çok sayıda farklı çeşidi bulunan, Orta Doğu kökenli önemli meyvelerden birisidir (Barolo, Ruiz Mostacero, & López, 2014). Türkiye incir üretim ve ihracatında önemli bir yere sahiptir: Türkiye dünya çapında üretimin %53'üne, ihracatın ise %52'sine sahiptir (Şahin & Öztürk, 2016). Geniş sayıda farklı çeşidi bulunan incirlerden, ülkemizde en çok tercih edilenlerinden ikisi Sarılop ve Bursa siyahı, hem taze hem de kuru olarak üretilmektedir (Barolo vd. 2014; Şahin & Öztürk, 2016).

İncir mineral, vitamin, lif açısından da zengin bir meyvedir, bunun yanında incir ayrıca içerdiği fenolik bileşikler gibi fitokimyasallar nedeniyle, antibakteriyel ve antioksidan aktivite gibi etkilere sahip olduğunu bildiren araştırmalar literatürde mevcuttur (Caliskan & Polat, 2012; Perez, Canal, & Torres, 2003; Viuda-Martos, Barber, Pérez-Álvarez, & Fernández-López, 2015). Yapılan çalışmalarda, incir çeşitlerinden flavonoid ve fenolik asitler ve bunlara ek olarak antosiyaninler ve fitosteroller tanımlanmıştır. Flavan-3-oller içinde kateşin ve epikateşinin incirlerde (çeşide bağlı olarak değişebilir) majör fenolik bileşen olduğu belirtilmektedir. Ayrıca, incirlerin bazı çeşitlerinde fenolik asitlerden klorojenik asit, flavonollerden kaemferol ve kuersetin ve antosiyaninlerden siyanidin de tanımlanmıştır (Slatnar, Klancar, Stampar, & Veberic, 2011; Vallejo, Marín, & Tomás-Barberán, 2012).

İncirin içerdiği şeker ve organik asit miktarı, bu kriterlerin meyvelerde kalite parametresi olması açısından önem taşımaktadır. Şekerler ve organik asitler, fenolik bileşenler ile birlikte, ürünün duyuusal ve besinsel kalitesinde önemli rol oynamaktadır ve çeşide, gelişme şartlarına göre değişebilmektedir (Veberic, Jakopic, & Stampar, 2008). İncir, şekerler arasında eşit oranda glikoz ve fruktoz içerirken, incirde sükroz çok az miktarlarda bulunmaktadır (Slatnar vd. 2011).

İncirin değerlendirme alanlarından biri olan kuru incir tüketimi ile içerdiği zengin mineral ve vitamin sebebiyle insan sağlığı açısından önem taşımaktadır. Nitekim, Food and Nutrition Board of the U.S. enstitüsüne göre, 100 gram kuru incir tüketimi ile, %30 demir, %15.8 kalsiyum, %14 potasyum, %7.1 tiamin ve %6.2 riboflavin alımı sağlanmaktadır. Bunun yanında, yağ ve kolesterol ile birlikte sodyum içermemesi, özellikle orta ve üzeri yaş gurubu için, kuru inciri sağlıklı besinler arasına yer almaktadır.

Kurutma işleminin, mikrobiyolojik ve kimyasal bozulmayı yavaşlatmak ve raf ömrü artırmak gibi birçok avantajı bulunmaktadır. Bunun yanında, fiziksel ve kimyasal özelliklerde değişikliklere sebep olmaktadır. Ancak, kurutma işlemi sırasında ısı uygulaması sebebiyle renk ve vitamin özelliklerinde istenmeyen değişiklikler gözlenebilmektedir. Ayrıca, duyuusal özelliklerde pişme tadı ve polifenollerin parçalanması gibi olumsuz etkileri de bulunmaktadır.

Sarılop ve Bursa siyahı incir çeşitlerinin fenolik içeriklerinin incelendiği çalışmalar literatürde mevcuttur. Bunun yanında farklı incir çeşitlerinin kalite özellikleri üzerine kurutmanın etkisinin incelendiği çalışmalara da rastlamak mümkündür. Ancak, kurutmanın Sarılop ve Bursa siyahı incirlerinin fenolik ve biyokimyasal özelliklerinin incelendiği çalışmaya şuna kadar rastlanmamıştır. Bu sebeple çalışmamızda, kurutma işleminin bu iki incir çeşidinin biyokimyasal özellikleri üzerine etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Çalışmamızda güvenilirliği yüksek LC-DAD-ESI-MS/MS cihazı kullanılarak fenolik bileşenler tanımlanmıştır. Ayrıca, çeşitler arası fiziko ve fitokimyasal özellikler incelenmiştir. LC-DAD-ESI-MS/MS ile fenolik içerik tayini yapılırken, organik asit ve şeker içeriği ise LC-DAD-RID kullanılarak belirlenmiştir.

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

### Materyal-Metot

**Materyal:** Bu çalışmada Mersin yöresinin Sarılop ve Bursa siyahı incirleri kullanılmıştır ve toplanan incirlerin aynı olgunlukta olmasına dikkat edilmiştir. Analizler taze ve kurutulmuş incirler üzerinde gerçekleştirilmiştir. İncirler geleneksel yöntemle göre kurutulmuş ve elde edilen kuru incirler analizler yapıncaya kadar, serin, kuru ve karanlık bir ortamda muhafaza edilmiştir.

**Kimyasallar:** Metanol (HPLC grade), formik asit, sodyum karbonat ve hidroklorik asit Merck (Darmstat, Almanya) firmasından; gallik asit, *p*-kumarik asit, ferulik asit, protokateşik asit, klorojenik asit, epikatesin, kuersetin, Folin-Ciocalteu, kafeik asit ve *o*-kumarik asit Sigma Chemical Co. (St. Louis, ABD) firmasından temin edilmiştir. Siyanidin ve pelargonidin Extrasynthese firmasından sağlanmıştır (Extrasynthese, France). ABTS [ 2,2 -azinobis-(3- etil-benzotiazolin-6-sülfonik asit)] ve Troloks ((+/-)-6-hidroksi-2,5,7,8-tetrametil-chroman-2- karboksilik asit) Sigma-Aldrich Chemical Co. (St. Louis, ABD) firmasından ve etanol Riedel de Haen Co. (Seelze, Almanya) firmasından temin edilmiştir. HPLC’de mobil fazların hazırlanmasında deiyonize su kullanılmıştır.

**HPLC ile organik asit ve şeker tayini:** İncirlerde şeker ve organik asitlerin analizleri Slatnar vd. (2011) ve Flores, Hellin, and Fenoll (2012) metodunda bazı değişiklikler yapılarak gerçekleştirilmiştir. Analizler için her bir çeşitten 20 g örnek alınmış ve üzerine distile su eklenerek mekanik bir parçalayıcı ile parçalandıktan sonra 12000 devir/dakikada 4°C’de santrifüj edilmiş ve üstteki berrak kısım alınıp 0.45 µm’lik filtrelerden geçirilerek süzümüştür. Daha sonra elde edilen ekstrakt şeker analizleri için doğrudan Agilent 1260 model DAD ve RID dedektörlü HPLC’ye enjekte edilerek örneklerdeki şeker miktarları analiz edilmiştir. Taşıyıcı faz olarak 5 mM’lık sülfürik asit çözeltisi kullanılmış ve akış hızı 0.7 ml/dakika olarak ayarlanmıştır. Organik asitlerin analizlerinde Agilent 6430 Triple Quadrupole kütle-kütle spektroskopili yüksek performanslı

sıvı kromatografisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Flores vd., 2012). Örneklerdeki şeker konsantrasyonlarının belirlenmesinde dış standart yöntemi kullanılmıştır. Bu amaçla sakkaroz, glikoz ve fruktoz standartlarından 5 farklı konsantrasyonda (5-500mg/L arasında) kalibrasyon çözeltileri hazırlanıp, HPLC analizleri yapılarak elde edilen verilerden kalibrasyon eğrileri oluşturulmuş ve bu eğriler kullanılarak, örneklerdeki şeker miktarları belirlenmiştir. Organik asit konsantrasyonları da aynı yöntemle, tartarik, malik ve laktik asit standartları kullanmak suretiyle saptanmıştır.

**Fenolik bileşiklerin ekstraksiyonu:** İncirlerden fenolik bileşiklerin ekstraksiyonları Slatnar vd. (2011)’na göre yapılmıştır. Ekstraksiyonlarda, yaş meyvelerden 10 g ve kuru meyvelerden 2.5 g örnek kullanılmıştır. Ekstraksiyonda 20 ml metanol/BHT/formik asit (99/0.5/0.5) çözgeni kullanılarak 30 dakika süreli ekstraksiyon yapılmıştır. Ekstrakt 4°C’de 10000 rpm’de 10 dk santrifüj edilmiş ve üstte kalan kısım 0.45 µm membran filtrelerden geçirilerek sıvı kromatografisine enjekte edilmiştir.

**LC-DAD-ESI-MS/MS ile incirlerde fenol bileşikleri analizi:** İncirlerin fenolik profillerinin belirlenmesinde Agilent 6430 Triple Quadrupole kütle-kütle spektroskopili yüksek performanslı sıvı kromatografisi (LC-MS/MS) kullanılmıştır. Her bir analiz 3’er tekerrürlü olarak gerçekleştirilmiştir. Analizlerde kullanılan HPLC kolonu C18 ODS (25 x 4.6 mm x 5µ) kullanılmıştır. Analiz için enjeksiyon miktarı: 20 µL, dalga boyu farklı fenoliklerin tespit edilebilmesi için 280, 320, 360 ve 520 nm olarak ayarlanmıştır. Analizde taşıyıcı faz olarak su/formik asit (A, 95:5, v/v), metil alkol/ formik asit (B, 95/5, v/v) akış hızı: 0.6 ml/dak’dır. Bileşiklerin tanımlanmasında LC-MS/MS kullanılarak pozitif ve negatif modda çalışma gerçekleştirilmiştir (Kelebek, 2016).

**Antioksidan kapasitenin belirlenmesi:** İncirlerin antioksidan aktiviteleri DPPH ve

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

ABTS olmak üzere iki farklı yöntemle belirlenmiştir. Serbest radikalleri önleme yeteneğini ölçebilen DPPH (2,2, difenil 1-pikri hidrazil) kullanılarak ve metanol içerisinde gerçekleşen reaksiyonun zamana karşı değişiminin 515 nm’de UV-Vis (Schimadzu-UV1201-Kyoto-Japan) spektrofotometredeki ölçüm sonuçlarına göre yapılmıştır (Brand-Williams, Cuvelier, & Berset, 1995; Kelebek, Selli, Canbas, & Cabaroglu, 2009; Sánchez-Moreno, Larrauri, & Saura-Calixto, 1998). ABTS yöntemi Saafi, El Arem, Issaoui, Hammami, & Achour (2009) nın metoduna göre yapılmıştır. Bu yöntem için 7 mM ABTS (2,2'-Azino-bis 3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) 2.45 mM potasyumbisülfat ile hazırlanmış ve daha sonra bu solüsyon sodium asetat (pH 4.5) tamponu ile spektrofotometrede 734 nm dalga boyunda  $0.700 \pm 0.01$  absorbans olacak şekilde sadeleştirilmiştir. Elde edilen absorbans değerleri Trolox (10–100  $\mu\text{mol/L}$ ) standart eğim çizelgesi ile hesaplanarak sonuçlar mmol/kg trolox cinsinden ifade edilmiştir. Elde edilen absorbans değerleri Trolox (10-100  $\mu\text{mol/L}$ ) standart eğim çizelgesi ile hesaplanarak sonuçlar mmol/kg trolox cinsinden ifade edilmiştir.

**Renk analizleri:** İncirlerin renk ölçümleri, Solomon vd. (2006)’in belirttiği yöntemle göre Hunter Lab Scan (Hunter Associates Laboratory, Inc., Reston, VA, USA) cihazı kullanılarak  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  parametreleri kaydedilmiştir. ' $L^*$ ' değeri parlaklığı (beyazlık veya açıklık koyuluk); '+ $a^*$ ' değeri kırmızı; '- $a^*$ ' değeri yeşil; '+ $b^*$ ' değeri sarı ve '- $b^*$ ' değeri mavi renkleri temsil etmektedir. Bu değerlere bağlı olarak aşağıdaki formüllere göre renk berraklığı (Chroma) ve renk tonu (Hue) değerleri de hesaplanmıştır.

$$\text{Renk berraklığı} = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$$

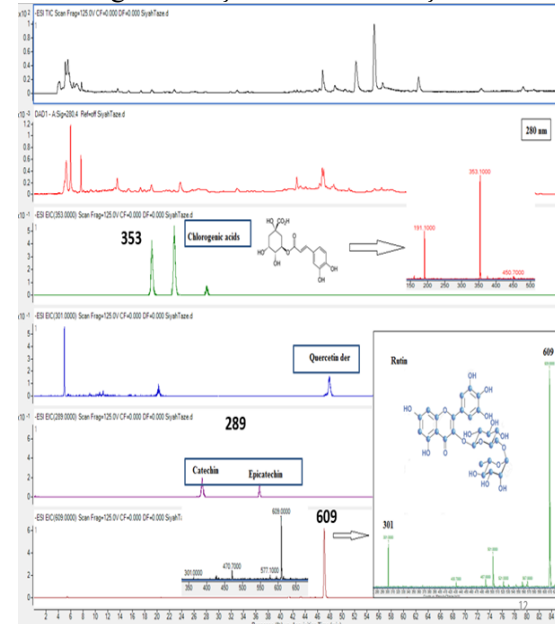
$$\text{Renk tonu} = \text{Arctan}(b^*/a^*).$$

**İstatistiksel değerlendirme:** Çalışma kapsamında incelenen incir örneklerinin analiz sonuçları uluslararası literatürlerle karşılaştırılarak ve elde edilen bulgular, SPSS 18.0 paket programı kullanılarak varyans analizine tabi tutulmuş ve önemli bulunan farklılıklar Duncan çoklu

karşılaştırma testine göre değerlendirilmiştir. Öte yandan incir örneklerinin fenolik bileşikleri ve antioksidan kapasite verileri çok değişkenli veri analiz yöntemleri kullanılarak incirler arasındaki farklılıklar ve/veya benzerlikler belirlenmiştir.

### Bulgular ve Tartışma İncirlerin fenolik bileşimleri

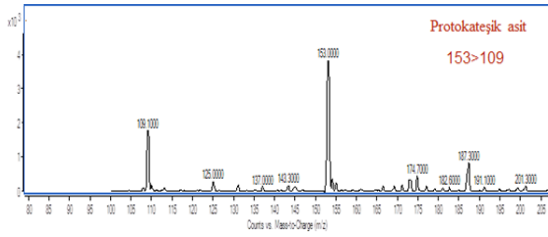
İncirlerde altısı fenolik asit ve türevi, ikisi flavan-3-ol, ikisi flavonol ve biri antosiyanin yapısında olan toplam 11 fenolik bileşik saptanmıştır. Bileşiklerin tanımlanmasında DAD detektörden elde edilen UV spektrumları ve LC-MS/MS spektrumlarından yararlanılmıştır. İncirlerde tanımlanan fenolik bileşiklerin bazılarının LC-ESI-MS/MS MRM kromatogramları Şekil 1’de verilmiştir.



**Şekil 1.** İncirlerde belirlenen fenolik bileşiklere ait kromatogramlar ve LC-MS/MS spektrumları

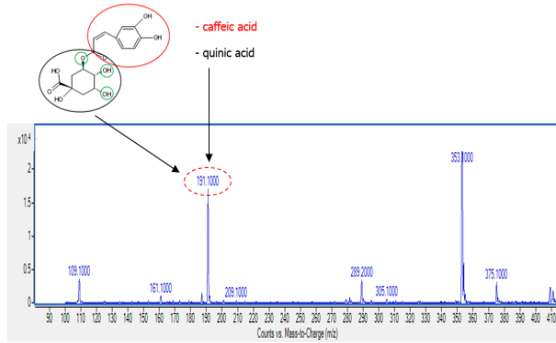
Fenolik asitlerin tanımlanmasında ana iyonun MRM geçişlerinden yararlanılmıştır. Protokatesik asiti 153>109 geçişi (Şekil 2) ve vanillik asitin 167>123 geçişlerindeki protonlanmış molekülün tipik CO<sub>2</sub> kaybını göstermektedir.

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri



**Şekil 2.** Protocateşik asite ait LC-MS/MS spektrumu

3-O-Kaffeilkuinik asit, 5-O-kaffeilkuinik asit ve klorojenik asit türevi bileşik olmak üzere kuinik asitin hidroksisinnamik asitlerle oluşturduğu ester yapısında 3 adet bileşik saptanmıştır. Bileşiklerin DAD ile belirlenmesinde 326 nm dalga boyu kullanılmıştır. LC-MS/MS tanımlamalarında bu bileşiklerin negatif moda gözlemlenen ana iyonları  $m/z$  353 olarak saptandı. Fragment iyonlar ise 3-CQA için  $m/z$  191, 179 ve 3-CQA için ise  $m/z$  191 olarak belirlenmiştir (Şekil 3).  $m/z$  191 iyonu kuinik asitin deprotonlanmış molekül ağırlığıdır. Belirlenen bileşiklere ait ana ve fragment iyonlar yapılan diğer çalışmalar ile benzerlik göstermektedir (Kelebek, 2016).

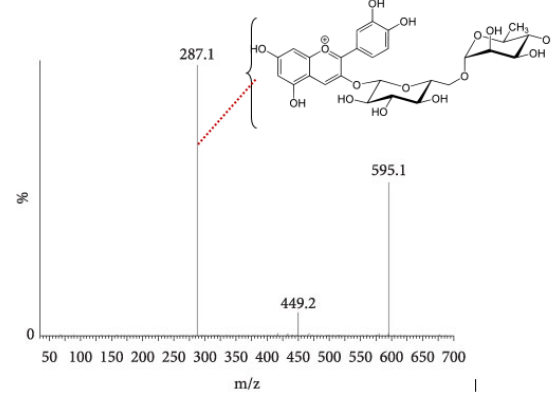


**Şekil 3.** 5-O- Kaffeilkuinik asite ait LC-MS/MS spektrumu

Kateşin ve epikateşinin tanımlanmasında 289 > 245 geçişleri esas alınmıştır. Alıkonma zamanları ve standart maddeler kullanılarak bileşikleri tanımlamaları yapılmıştır.

Siyanidin-3-rutinozitin tanımlanmasında LC-MS/MS de pozitif mod kullanılmıştır. 595 > 287 geçişi, UV spektrumu ve bileşiğe ait standart

kullanılarak bileşiğin tanımlaması ve miktarsal tayini yapılmıştır (Şekil 4).



**Şekil 4.** Siyanidin 3-rutinozite ait MS-MS spektrumu

İncirlerde belirlenen fenolik bileşiklerin miktarları Çizelge 1'de verilmiştir. Görüldüğü gibi taze incirlerin toplam fenolik miktarı Bursa siyahında 313.02 mg/100g ve Sarılop incirlerinde ise 320.05 mg/100g kuru ağırlık (KA) olarak saptanmıştır.

Çizelge 1. Taze ve kurutulmuş incirlerin fenolik bileşimleri

	Taze		Kurutulmuş	
	Bursa Siyahı	Sarılop	Bursa Siyahı	Sarılop
Kateşin	24.83 ±0.09	33.58 ±0.13	13.24 ±0.73	20.92 ±0.30
Epikateşin	4.48 ±0.02	6.06 ±0.02	3.22 ±0.05	3.90 ±0.04
Protocateşik asit	5.92 ±0.03	11.45±0.05	4.27 ±0.10	6.55 ±0.09
Vanillik asit	17.15 ±0.04	10.99 ±0.03	11.88 ±0.16	7.45 ±0.05
Vanillik asit türevi	43.42 ±0.04	32.56 ±0.06	21.58 ±0.25	12.40 ±0.14
Klorojenik asit türevi	111.05 ±0.05	115.57 ±0.57	67.15 ±0.51	28.59 ±0.44
3-O-Kaffeilkuinik asit	10.87 ±0.05	34.67 ±0.15	6.77 ±0.15	21.33 ±0.32
5-O-Kaffeilkuinik asit	19.57±0.05	60.36 ±0.08	12.88 ±0.09	29.41 ±0.19
Rutin	52.90 ±0.05	14.69±0.21	28.10 ±0.36	8.77 ±0.09
Kuersetin-3-glukozit	8.91 ±0.04	0.56 ±0.02	6.44 ±0.12	0.39 ±0.02
Siyanidin-3-rutinozite	13.91 ±0.02	0.00	6.46 ±0.16	-
<b>Toplam (mg/100 g kuru ağırlık)</b>	<b>313.02</b>	<b>320.50</b>	<b>182.00</b>	<b>139.70</b>

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

Kurutulmuş incirlerdeki miktarlar ise Bursa siyahı ve Sarılop için sırasıyla 182.0 mg/100g ve 139.7 mg/100g KA'dır. Tanımlanan fenolik bileşenlerden 5-O- kaffeilkuinik asit ve klorojenik asit türevi baskın olan bileşikler olarak belirlenmiştir. Kurutma işlemi Bursa siyahı ve Sarılop incir çeşitlerinin klorojenik asit ve türevi içeriğinde önemli değişikliğe sebep olduğu gözlemlenmiştir. Bunun yanında flavan-3-ol yapısındaki bileşiklerden kateşin ve epikateşin belirlenmiştir. Taze ve kurutulmuş incirlerde kateşin bileşiği baskın olarak saptanmış ve Sarılop incirler kateşin bakımından Bursa siyahına göre daha zengin olduğu belirlenmiştir. Yapılan çalışmalarda kurutma işleminin Sarılop inciri için kateşin ve epikateşin içeriğinde sırasıyla %37.7 ve %35.6'lık azalmaya neden olduğu, Bursa siyahı incirindeki kayıpların ise sırasıyla %46.6 ve %28 olarak saptandığı bildirilmiştir. Kurutma işlemi sonrasında, Bursa siyahı incirlerinin kateşin içerikleri ve Sarılop incirlerinin epikateşin içeriklerindeki değişiklikler istatistiksel yönden önemli ( $p < 0.05$ ) bulunmuş, Sarılop incirlerinin kateşin içerikleri ve Bursa siyahı incirlerinin epikateşin içerikleri arasındaki farklılıklar önemsiz ( $p > 0.05$ ) olarak bulunmuştur.

İncirlerde rutin ve kuersetin-3-glikozit olmak üzere iki adet flavonol bileşiği saptanmıştır. Taze ve kurutulmuş her iki çeşit incirde de rutin bileşiği baskın olarak saptanmıştır (Çizelge 1). Antosiyanin grubu bileşiklerden siyanidin-3-rutinozid Bursa siyahı incirlerde saptanmıştır. Taze Bursa siyahı incirlerde bu bileşiğin miktarı 13.9 mg/100g, kurutulmuş incirlerde ise 6.46 mg/100g olarak saptanmıştır. Bursa siyahı incirlerde kurutma işlemine bağlı olarak önemli azalma (%53.5) saptanmıştır. Yapılan çalışmalarda da kurutma işleminin benzer olarak, bursa siyahı incir çeşidinin antosiyaninleri üzerinde %98'e kadar azalmaya yol açtığı bildirilmektedir (Kamiloğlu, 2012).

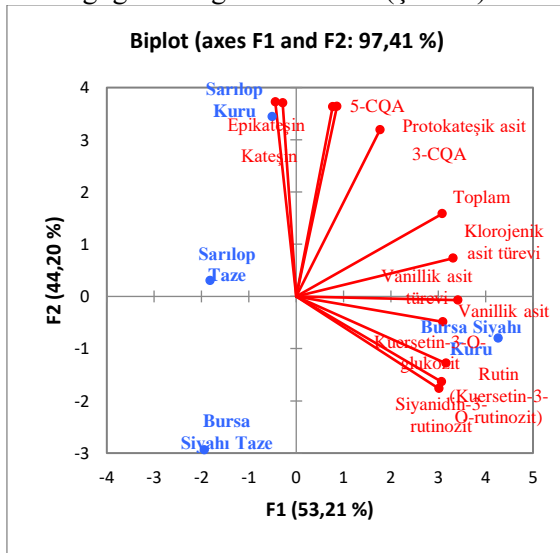
Vallejo vd. (2012) yaptıkları çalışmada, çalışmamıza benzer olarak, İspanya'da yetiştirilen 18 incir çeşidinin baskın fenolik bileşeninin klorojenik asit olduğunu

bildirmişlerdir. Ayrıca, çalışmada değerlendirilen kırmızı ve siyah incir çeşitlerinde, bu incirlerin renklerinden sorumlu olan siyanidin-3-rutinozid de tespit edildiği belirtilmektedir.

Oliveira vd. (2009) Portekiz'de yetiştirilen iki sarı incir çeşidinin fenolik profillerini araştırmışlardır. Araştırma sonucunda, örneklerin benzer fenolik profile sahip olduğu ve klorojenik asit, neoklorojenik asit, ferulik asit, kuersetin 3-O-glukozit, rutin, psoralen ve bergapten bileşiklerinin tüm örneklerde saptandığını bildirmişlerdir. Bu bileşiklerdeki en yüksek miktarlar yapraklarda, en düşük miktar ise pulp kısmında tespit edilmiştir. "Pingo de Mel" tipi incirlerin kabukları ve pulparı haricinde, tüm örneklerde baskın bileşiğin rutin (% 42-87) olduğu saptanmıştır. "Pingo de Mel" tipi incirlerin kabuklarındaki baskın bileşik ise 3.2 mg/kg miktarıyla klorojenik asit olduğu ve pulplarında ise 32.9 mg/kg miktarıyla baskın bileşiğin neoklorojenik asit olduğu belirtilmiştir. "Pingo de Mel" ve "Branca Traicional" tipi incirlerin kabuklarında en fazla bulunan bileşik olan rutin miktarı sırasıyla 14585.8 ve 17440.4 mg/kg olarak bildirmişlerdir. "Branca Traicional" tipi incirlerin kabuklarındaki ve pulplarındaki baskın bileşik sırasıyla 629.6 mg/kg ve 64.6 mg/kg miktarıyla rutindir. Bunun yanında Veberic vd. (2008) Slovenya'nın kıyı bölgelerinde yetiştirilen üç farklı incirdeki (Škofjotka" sarı incir, Crna petrovka ve Miljska figa siyah incir) fenolik bileşikleri ultrasonik ekstraksiyon işlemi sonrasında HPLC yöntemi kullanarak analiz etmişler gallik asit, klorojenik asit, (-) epikateşin, (+) kateşin, şiringik asit ve rutin olmak üzere 6 farklı fenolik bileşik tanımlamışlardır. Analizin sonucunda incirlerde en baskın fenolik bileşiğin rutin (28.7 mg/100 g) olduğu saptanmıştır. Rutin bileşiğini, (+) kateşin (4.03 mg/100 g), klorojenik asit (1.71 mg/100 g meyve), (-) epikateşin (0.97 mg/100 g meyve), gallik asit (0.38 mg/100 g) ve şiringik asit (0.10 mg/100 g) takip etmektedir. Siyah çeşitlerin fenolik bileşik içeriğinin, sarı çeşitlerinkine göre daha yüksek olduğu dikkati çekmektedir.

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

Temel bileşen analizi (PCA) çok değişkenli veri setlerini temel bileşenler sayısına azaltarak analiz etmekte sıklıkla kullanılan yöntemlerden biridir. Bu çalışmada, Sarılop ve Bursa siyahı incir çeşitlerinin fenolik bileşiklerine göre PCA ikili grafiği elde edilmiştir. PCA analizinde birinci bileşen toplam değişkenliği en çok açıklayan değişkendir. İkinci bileşen kalan değişkenliği en çok açıklayan değişkendir. Uygulanan PCA analizi sonucunda, birinci bileşen toplam değişkenliğin %53.21'ini ikinci bileşen kalan değişkenliğin %44.20'sini açıklamaktadır. Elde edilen ikili grafikte görüldüğü gibi Sarılop ve Bursa siyahı incirleri fenolik bileşenlerine göre grafiğin farklı bölgelerinde gruplanmıştır. Sarılop kuru incir örneği kateşin ve epikateşin bileşikleriyle karakterize olurken, Bursa siyahı kuru incir örneği vanilik asit, vanilik asit türevi, rutin, kuersetin-3-O-glukozit ve siyanidin-3-rutinozit bileşikleriyle karakterize olmuştur. Taze Sarılop ve Bursa siyahı incir örneklerinin karakterizasyonunda öne çıkan fenolik bileşikler olmadığı grafikte görülmektedir (Şekil 5).



Şekil 5. İncirlerin PCA analizleri

### Antioksidan aktivite değerleri

Antioksidan aktivite tayini ABTS ve DPPH olmak üzere iki yöntem kullanılarak belirlenmiştir. ABTS yöntemi kullanarak

hesaplanan antioksidan aktivite değeri, aynı örnek için, DPPH yönteminden elde edilen verilerden daha yüksek olarak saptanmıştır (Çizelge 2). Bunun sebebinin incir çeşitlerinin içerdiği hidrofilik antioksidan etkili bileşiklerin, ABTS yönteminde daha iyi absorban vermeye olduğu düşünülmektedir. Ancak, iki yöntem arasında yüksek korelasyon bulunmuştur. Örnekler bazında değerlendirildiğinde ise Bursa siyahı örneğinin içerdiği antosiyaninler sebebiyle, antioksidan kapasitesinin Sarılop'a göre yaklaşık 2 kat yüksek olduğu belirlenmiştir. Çalışmamızda elde ettiğimiz sonuçlara benzer olarak, Çalışkan ve Polat (2011) Akdeniz bölgesinde yetiştirilen 76 incir çeşidi üzerinde yaptıkları çalışmada, siyah incir çeşitlerinin antioksidan özelliklerinin daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Araştırma sonucunda yeşil kabuklu incirlerin toplam fenolik madde miktarlarını 54.3 mg GAE/100 g, sarı kabuklu incirlerde 49.2 mg GAE/100 g, mor kabuklu incirlerde 64.0 mg GAE/100 g ve siyah kabuklu incirlerde ise 118.9 mg GAE/100 g olarak saptamışlardır.

Çizelge 2. Taze ve kurutulmuş incirlerin organik asit, şeker ve antioksidan kapasite değerleri

	Taze		Kurutulmuş	
	Bursa Siyahı	Sarılop	Bursa Siyahı	Sarılop
<b>Organik asitler (g/kg)</b>				
<b>Sitrik asit</b>	4.99	2.82	1.68	1.62
	±0.02	±0.01	±0.03	±0.02
<b>Malik asit</b>	3.86	2.46	4.09	2.79
	±0.00	±0.01	±0.02	±0.02
<b>Toplam</b>	<b>8.85</b>	<b>5.29</b>	<b>5.77</b>	<b>4.40</b>
	±0.02	±0.01	±0.04	±0.01
<b>Şekerler (g/kg)</b>				
<b>Sakkaroz</b>	1.29	0.92	2.44	2.83
	±0.01	±0.01	±0.02	±0.03
<b>Glikoz</b>	147.01	115.96	130.48	140.84
	±0.61	±0.71	±1.05	±1.33
<b>Fruktoz</b>	151.85	113.14	139.55	147.68
	±0.63	±0.69	±1.12	±1.40
<b>Toplam</b>	<b>300.14</b>	<b>230.01</b>	<b>272.47</b>	<b>291.35</b>
	±1.25	±1.41	±2.19	±2.89
<b>Antioksidan kapasite</b>				

## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

DPPH (mM)	7.21	3.88	5.41	3.21
Trolox/100g	±0.01	±0.01	±0.03	±0.02
ABTS (mM)	12.47	6.98	9.68	5.70
Trolox/100g	±0.02	±0.03	±0.02	±0.01

### Organik asit ve şeker değerleri

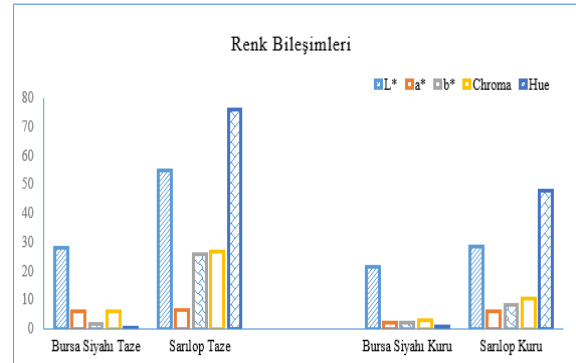
İncir çeşitlerinin şeker ve organik asit içeriği Çizelge 2’de verilmiştir. Bursa siyahı ve Sarılop incir çeşitlerinin içerdiği toplam şeker miktarı 300.14 ve 230.01 g/kg KA olarak belirlenmiştir. Örneklerin şeker içeriğinde kurutmaya bağlı önemli bir değişiklik tespit edilmemiştir. Çalışmamızda elde edilen verilerin, yapılan önceki çalışmalar ile benzerlik gösterdiği, glikoz ve fruktozun eşit miktarlarda ve baskın olduğu saptanmıştır (Slatnar vd. 2011). Taze ve kurutulmuş incirlerdeki glikoz ve fruktoz miktarı baskın olup G/F oranı yaklaşık 1 dolayındadır.

İncir çeşitlerinde sitrik ve malik asit olmak üzere iki organik asit tespit edilmiştir. Organik asit profili açısından, incir çeşitleri arasında önemli farklılık görülmemiştir. Organik asitlerin dağılımına bakıldığında sitrik asit taze incirlerde baskın olan asitken kurutulmuş incirlerde malik asit baskın olarak saptanmıştır. Bunun yanında kurutma işlemi, organik asitleri degradasyona uğratmış ve toplam organik asit içeriğinde Bursa siyahı incir çeşidinde %34.8 oranında, Sarılop’ta ise %16.8’lik azalmaya sebebiyet vermiştir.

### Renk analiz değerleri

Taze ve kurutulmuş incirlerin kalitesinin belirlenmesinde renk önemli bir parametredir. Bu amaçla taze ve kurutulmuş incirlerin renk bileşimleri belirlenmiştir ve elde edilen veriler Şekil 6’da verilmiştir. Bilindiği gibi, CIE L\*, a\*, b\* sisteminde L\* değeri aydınlık derecesi (lightness) olarak tanımlanmakta ve bu değer 0 (siyah) ile 100 (beyaz) arasında değişmektedir. CIE a\* değeri, 0 ile 60 arasında değişmekte olup, pozitif a\* değerleri kırmızı, negatif a\* değerleri ise yeşil rengi göstermektedir. CIE b\* değerleri de, 0 ile 60 arasında değişmekte; pozitif b\* değerleri sarı, negatif b\* değerleri ise mavi rengi göstermektedir. a\* ve b\* değerlerinin 0 olması, örneğin renksiz (akromatik) olduğunu göstermektedir. CIE C\* (kroma, chroma) değeri, renk doygunluğu veya renk yoğunluğu

(saturation) ile ilgili bir nitelik olup 0 ile 60 arasında değişmekte ve renk düzleminin merkezinde 0 (mat, dull) ve merkezden uzaklaştıkça parlak (vivid) tonlar artmaktadır. h° (hue) değeri ise, renk tonu veya renkle ilgili bir nitelik olup, 0°–360° arasında değişmekte; 0° ve 360° kırmızı-mor, 90° sarı, 180° yeşil ve 270° mavi olarak değerlendirilmektedir. Bu bilgiler ışığında, taze siyah incir örneğinin kırmızı ve mor renkte olduğu söylenebilir. Kurutma işlemi ise, siyah incirin parlaklık değerinde az da olsa düşüşe sebep olmuştur. Diğer renk kriterlerinde ise önemli bir değişiklik görülmemektedir. Buna karşın sarı incir çeşidi incelendiği zaman, kurutmanın sarı renkte azalmaya neden olduğu gözlemlenmiştir. Parlaklık değerinde keskin bir düşüş olmuştur. Kurutma işlemi, siyah incire göre, sarı incirin renk değerlerinde daha büyük değişikliklere sebep olmuştur.



Şekil 6. İncirlerin renk bileşimleri

### SONUÇ

Çalışmamızda, ülkemizde ve Akdeniz bölgesinde ticari değere sahip Sarılop ve Bursa siyahı incir çeşitleri üzerine, incirin en önemli değerlendirme alanlarından biri olan kurutmanın, fizikokimyasal ve biyokimyasal kalitesi üzerine etkisi incelenmiştir. Çalışma sonuçları incelendiğinde, hem Bursa siyahı hem de Sarılop incir çeşitlerinin önemli miktarlarda fenolik bileşik içerdiği ve yüksek antioksidan kapasite gösterdiği belirlenmiştir. Kurutma işleminin ise, bu özellikler üzerinde olumsuz etkisi olduğu ve bunun ısı uygulaması sonucu fenolik maddelerin parçalanmasından dolayı olduğu düşünülmüştür. Bursa siyahı’nda Sarılop



## Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri

incir çeşidinden farklı olarak antosiyanin grubu bileşik olan siyanidin-3-rutinozit tespit edilmiştir. Bu sonuçlar göz önüne alındığında, kuru incir tüketiminin sadece tatlı benzeri ürün ikamesi olması açısından değil, aynı zamanda yüksek fenolik bileşen içeriği nedeniyle de teşvik edilmesi gerektiği sonucuna ulaşılabilir. Ayrıca, çalışmamızda görülen kurutmanın fenolik içerik üzerine olumsuz etkisi, ileriki çalışmalarda farklı süre ve sıcaklıklarda değerlendirilerek, optimum kurutma koşullarının belirlenmesi yönünde genişletilebileceği görülmüştür.

“Bu çalışma Adana Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar ve Projeler Birimi tarafından, proje numarası BAP-16103003 ile desteklenmiştir.”

### KAYNAKLAR

- Barolo, M. I., Ruiz Mostacero, N., & López, S. N. (2014). *Ficus carica* L. (Moraceae): An ancient source of food and health. *Food Chemistry*, 164, 119-127. doi:10.1016/j.foodchem.2014.04.112
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.-E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lwt-Food Science and Technology*, 28(1), 25-30.
- Caliskan, O., & Polat, A. A. (2012). Morphological diversity among fig (*Ficus carica* L.) accessions sampled from the Eastern Mediterranean Region of Turkey. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 36(2), 179-193. doi:10.3906/tar-1102-33
- Çalışkan, O., & Polat, A. (2011). Phytochemical and antioxidant properties of selected fig (*Ficus carica* L.) accessions from the eastern Mediterranean region of Turkey. *Scientia Horticulturae*, 128(4), 473-478. doi:10.1016/j.scienta.2011.02.023
- Flores, P., Hellin, P., & Fenoll, J. (2012). Determination of organic acids in fruits and vegetables by liquid chromatography with tandem-mass spectrometry. *Food Chemistry*, 132(2), 1049-1054. doi:10.1016/j.foodchem.2011.10.064
- Kamiloğlu, S. (2012). *Effect of sun-drying on polyphenols and in vitro bioavailability of Sarilop and Bursa siyahi figs (Ficus carica l.)*. Istanbul Technical University.
- Kelebek, H. (2016). LC-DAD-ESI-MS/MS characterization of phenolic constituents in Turkish black tea: Effect of infusion time and temperature. *Food Chemistry*, 204, 227-238.
- Kelebek, H., Selli, S., Canbas, A., & Cabaroglu, T. (2009). HPLC determination of organic acids, sugars, phenolic compositions and antioxidant capacity of orange juice and orange wine made from a Turkish cv. Kozan. *Microchemical Journal*, 91(2), 187-192. doi:10.1016/j.microc.2008.10.008
- Oliveira, A. P., Valentao, P., Pereira, J. A., Silva, B. M., Tavares, F., & Andrade, P. B. (2009). *Ficus carica* L.: Metabolic and biological screening. *Food and Chemical Toxicology*, 47(11), 2841-2846. doi:10.1016/j.fct.2009.09.004
- Perez, C., Canal, J. R., & Torres, M. D. (2003). Experimental diabetes treated with ficus carica extract: effect on oxidative stress parameters. *Acta Diabetologica*, 40(1), 3-8.
- Saafi, E. B., El Arem, A., Issaoui, M., Hammami, M., & Achour, L. (2009). Phenolic content and antioxidant activity of four date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruit varieties grown in Tunisia. *International Journal of Food Science and Technology*, 44(11), 2314-2319. doi:10.1111/j.1365-2621.2009.02075.x
- Sánchez-Moreno, C., Larrauri, J. A., & Saura-Calixto, F. (1998). A procedure to measure the antiradical efficiency of polyphenols. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 76(2), 270-276.
- Slatnar, A., Klancar, U., Stampar, F., & Veberic, R. (2011). Effect of drying of figs (*Ficus carica* L.) on the contents of sugars, organic acids, and phenolic compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(21), 11696-11702.

**Kurutma İşlemlerinin İncirlerin (*Ficus carica* L.) Fenolik Bileşikler, Antioksidan Kapasite ve Diğer Önemli Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkileri**

- Solomon, A., Golubowicz, S., Yablowicz, Z., Grossman, S., Bergman, M., Gottlieb, H. E., Flaishman, M. A. (2006). Antioxidant activities and anthocyanin content of fresh fruits of common fig (*Ficus carica* L.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(20), 7717-7723. doi:10.1021/jf060497h
- Şahin, U., & Öztürk, H. K. (2016). Effects of pulsed vacuum osmotic dehydration (PVOD) on drying kinetics of figs (*Ficus carica* L.). *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 36, 104-111. doi:10.1016/j.ifset.2016.06.003
- Vallejo, F., Marín, J. G., & Tomás-Barberán, F. A. (2012). Phenolic compound content of fresh and dried figs (*Ficus carica* L.). *Food Chemistry*, 130(3), 485-492. doi:10.1016/j.foodchem.2011.07.032
- Veberic, R., Jakopic, J., & Stampar, F. (2008). Internal Fruit Quality of Figs (*Ficus Carica* L.) in the Northern Mediterranean Region. *Italian Journal of Food Science*, 20(2).
- Viuda-Martos, M., Barber, X., Pérez-Álvarez, J. A., & Fernández-López, J. (2015). Assessment of chemical, physico-chemical, techno-functional and antioxidant properties of fig (*Ficus carica* L.) powder co-products. *Industrial Crops and Products*, 69, 472-479. doi:10.1016/j.indcrop.2015.03.005