



Kara Ardıç (*Juniperus sabina* L.) kozalaklarından elde edilen uçucu yağın kimyasal bileşimi üzerine mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemlerinin etkisi

The effect of microwave and hydrodistillation methods on the chemical composition of essential oil obtained from juniper cones

Murat ERTAŞ¹, M. Said FİDAN¹, Salih KAYA¹, Naile ANGIN²

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Orman Fakültesi, Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, 16310, Bursa, Türkiye

²Bursa Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyokompozit Mühendisliği Bölümü, 16310, Bursa, Türkiye

Eser Bilgisi / Article Info

Araştırma makalesi / Research article

DOI: 10.17474/artvinofd.492069

Sorumlu yazar / Corresponding author

Salih KAYA

e-mail: salih.kaya@btu.edu.tr

Geliş tarihi / Received

04.12.2018

Düzeltilme tarihi / Received in revised form

16.08.2019

Kabul Tarihi / Accepted

30.09.2019

Elektronik erişim / Online available

04.11.2019

Anahtar kelimeler:

Uçucu yağ

Kara ardıç

Juniperus sabina L.

Hidrodestilasyon

Mikrodalga

Keywords:

Essential oil

Black Juniper

Juniperus sabina L.

Hidrodestillation

Microwave

Özet

Uçucu yağlar günümüzde kozmetik, ilaç ve gıda sanayi başta olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bu çalışmanın amacı mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemi ile kara ardıç (*Juniperus sabina* L.) kozalaklarından uçucu yağ elde edilerek uçucu yağ verimlerini karşılaştırmak ve GC-MS analizleri yapılarak yapısındaki bileşikler incelenmiştir. Bu çalışmada hammadde olarak kara ardıç kozalakları, uçucu yağ elde edilmesi işleminde ise mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemleri ile kurulan ekstraksiyon düzeneği kullanılmıştır. Mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde maksimum verim %1.37 olarak, hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde maksimum verim % 1.61 olarak belirlenmiştir. Mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinden elde edilen uçucu yağın GC-MS analizi incelendiğinde 37 adet bileşiğe rastlandığı belirlenmiştir. Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağın GC-MS analizi incelendiğinde yapısında 34 adet bileşik olduğu saptanmıştır. Mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemi ile yapılan uçucu yağ tayini deneylerinden elde edilen uçucu yağların GC-MS analizleri incelendiğinde etken madde olarak α -pinen belirlenmiştir.

Abstract

Essential oils today have a wide range of uses, especially in the cosmetics, pharmaceuticals and food industries. The aim of this study is to compare essential oil yields obtained from microwave and hydrodistillation methods from juniper cones (*Juniperus sabina* L.) with GC-MS analysis and to investigate its structure. In this study, juniper cones were used as raw material, and extraction technique established with microwave and hydrodistillation methods was used in the process of obtaining essential oil. The maximum yield of the essential oil determination conducted with the microwave method was determined to be 1.37% and the maximum yield of the essential oil determination conducted with the hydrodistillation method was determined to be 1.61%. When GC-MS analysis of the essential oil obtained from the experiments of essential oil determination conducted by the microwave method was examined, it was determined that 37 compounds were found. As a result of the essential oil determination experiments carried out with hydrodistillation method, GC-MS analysis of essential oil obtained were investigated and it was found that there were 34 compounds in the structure. When GC-MS analysis of essential oils obtained from essential oil determination experiments with microwave and hydrodistillation method were investigated, α -pinene was determined as active substance.

GİRİŞ

Uçucu yağlar, sekonder metabolitler olmak üzere aromatik bitkilerden elde edilen uçucu, doğal, kompleks bileşikler olarak tanımlanmaktadır. Bundan dolayı güçlü aroması terpenoidler, terpenler (monoterpenler, hemiterpenler, diterpenler ve seskiterpenler) çeşitli aromatik ve alifatik bileşiklerden (aldehitler, asitler, alkoller, laktonlar veya asiklik esterler) meydana gelmektedir (Peruç ve ark. 2018, Bakkali ve ark. 2008;

Bassoli ve Juliani 2012, Pichersky ve ark. 2006). Antimikrobiyal aktiviteleri, fonksiyonel gruplarına, kimyasal kompozisyonlarına ve bileşenler arasındaki etkenlere bağlıdır (Peruç ve ark. 2018, Bakkali ve ark. 2008, Bassoli ve Juliani 2012, Derman ve Deans 2000). Aynı bitkinin uçucu yağları bitkinin yaşı, coğrafi konumu ve damıtma yöntemi gibi birçok faktöre göre değişiklik göstermektedir (Peruç ve ark. 2018). Uçucu yağlar sıvı-sıvı ekstraksiyonu, katı-sıvı ekstraksiyonu, su ve buhar

distilasyonu, soxhlet ekstraksiyonu uçucu yağ eldesinde en fazla kullanılan yöntemlerdendir (Çıvğa 2015). Bu yöntemler kullanılarak aromatik bitkilerden elde edilen uçucu yağlar antioksidan ve fenolik özelliklerinden dolayı farmakolojik ve tıbbi amaçlı olarak, gıdalarda koruyucu madde olarak, bitki zararlıları ile yabancı otlara karşı herbisit olarak günümüzde geniş bir kullanım alanına sahiptir (Çıvğa 2015, Toroğlu ve Çenet 2006). Mikrodalga sistemi, yüksek ekstraksiyon verimi ve daha kısa ekstraksiyon süresi olmak üzere birçok önemli avantaj sunar (Bendahou ve ark.2007).

Ülkemizde ardıç türlerinin doğal olarak yayılış gösterdiği 7 tür, 11 farklı taksonu vardır. Bu taksonlar; *J. sabina* L., *J. comminus* var. *comminus*, *J. excelsa* subsp. *polycarpus*, *J. comminus* var. *saxatilis*, *J. drupacea* Labill., *J. excelsa* subsp. *excelsa*, *J. foetidissima* Willd., *J. oxycedrus* var. *spilinanus*, *J. oxycedrus* var. *oxycedrus*, *J. oxycedrus* var. *macrocarpa*, *J. phoenicea* L.'dir (Çıvğa 2015, Fakir 2014). Literatürde 18 ardıç türünün meyvelerinden hazırlanan uçucu yağların antioksidan, antikolinesteraz ve antimikrobiyal yönünden araştırılmıştır (Öztürk ve ark. 2010).

Bu çalışmanın amacı mikrodalga ve hidrodestilasyon metodları ile ardıç kozalaklarından uçucu yağ elde edilerek verimlerini karşılaştırmak ve elde edilen uçucu yağların GC-MS analizlerini incelemektir.

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1. Kara ardıç (*Juniperus sabina* L.)

Bu çalışmada materyal olarak Bursa'nın Keles ilçesinin Belenören köyünden temin edilen kara ardıç kozalakları kullanılmıştır. Kara kozalakları haziran ayında toplandı ve teşhisi Bursa Teknik Üniversitesi Orman Fakültesi Botanik laboratuvarında yapılmıştır.

2.2. Uçucu yağ tayini

Uçucu yağ elde edilmesinde mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemleri kullanılarak uçucu yağ tayini deneyleri gerçekleştirilmiştir. Uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağların verimi aşağıdaki formülle yağ ağırlığı oranla hesaplanmıştır.

$$\text{Uçucu yağ verimi (\%)} = \frac{\text{Uçucu yağ miktarı}}{\text{Örnek miktarı}} * 100 \quad (1)$$

2.2.1 Mikrodalga yöntemi

Mikrodalga-hidrodestilasyon sistemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri 50 dakika 450 watt ve 10 dakika 550 watt parametrelerinde gerçekleştirilmiştir. Uçucu yağ tayini deneyleri Milestone marka Neos MA125 model cihazında gerçekleştirilmiştir.

2.2.2. Hidrodestilasyon yöntemi

Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde mantolu ısıtıcının sıcaklığı 100 °C'ye getirilerek cam balondaki ardıç ve suyun kaynaması sağlandıktan sonra 2 saat süre boyunca uçucu yağ elde etme işlemi gerçekleştirilmiştir. Uçucu yağ elde etme işlemi 2 saat boyunca gerçekleştirildikten sonra deney sona erdirilmiştir. Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde 500 ml'lik isolab marka mantolu ısıtıcı, 500 ml'lik isolab marka cam balon ve clevenger kullanılmıştır.

2.3. GC-MS analizi

Elde edilen uçucu yağların GC-MS analizi 1:20 oranında n-hekzan ile seyreltme işlemi yapıldıktan sonra Agilent marka GC-MS cihazında 30m*0.250mm*0.25µm boyutunda DB-5MS kolonda, 1ml/dk. helyum gazı akış hızında, 1:50 split oranında, 250 °C inlet sıcaklığında, 1 µl enjektör hacminde, 60 °C'den başlayarak 3 °C/dk. ısıtma hızında 300 °C'ye getirilmiştir ve 5 dakika bekledikten sonra analiz sonlandırılmıştır.

BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Uçucu yağ verimi

3.1.1 Mikrodalga yöntemi verimi

Mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde elde edilen uçucu yağların verimi Çizelge 1'de gösterilmiştir. Mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucu elde edilen maksimum uçucu yağ verimi % 1.37 olarak belirlenmiştir.

Çizelge 1: Mikrodalga (MS)ve Hidrodestilasyon sistemi (HS) ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucu elde edilen uçucu yağların verimi

Örnek Adı	Örnek Miktarı (g)		Uçucu yağ miktarı (g)		Uçucu yağ verimi (%)		Ortalama	
	MS	HS	MS	HS	MS	HS	MS	HS
Kara ardıç	200.47	100.22	2.21	1.62	1.10	1.61		
Kara ardıç	200.28	100.08	2.21	1.46	1.37	1.46	1.2±1.14	1.52±0.07
Kara ardıç	200.54	100.08	2.29	1.50	1.14	1.50		

3.1.2 Hidrodestilasyon yöntemi verimi

Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde elde edilen uçucu yağların verimi Çizelge 1’de belirtilmiştir.

Çizelge 1’e bakıldığında hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda maksimum uçucu yağ verimi %1.61 olarak tespit edilmiştir. Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağın verimi hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağın veriminden daha fazla olduğu belirlenmiştir.

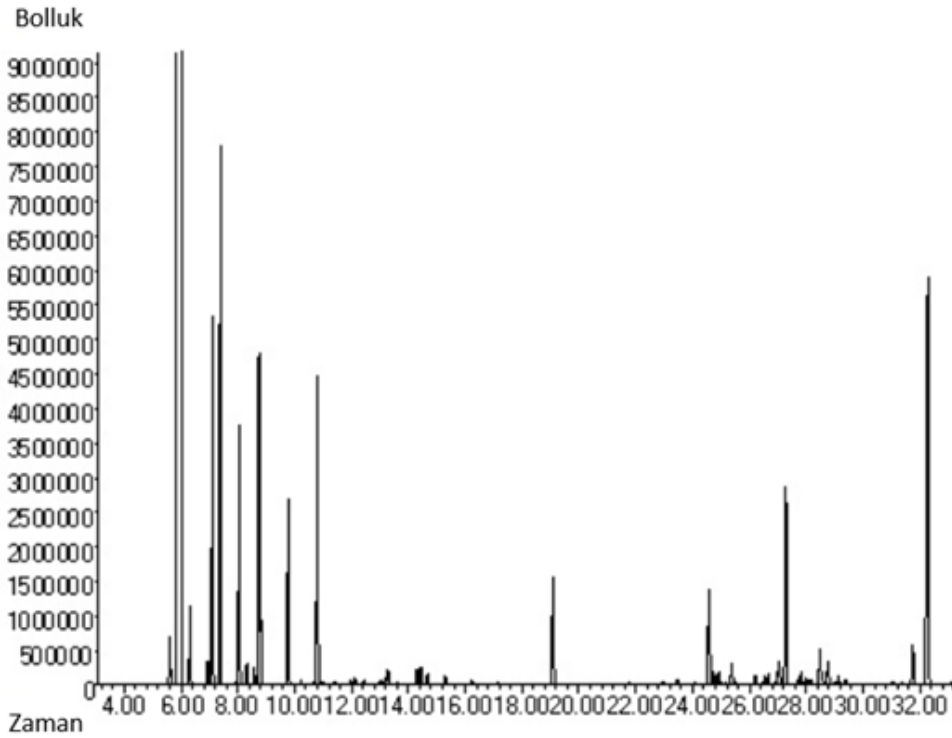
3.2. Uçucu yağın GC-MS analizi

Mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağların GC-MS analiz sonuçları Çizelge 2’te, kromotogramı şekil 1’de gösterilmiştir.

Çizelge 2 incelendiğinde mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağın GC-MS analizine bakıldığında uçucu yağın yapısında 36 adet bileşene rastlanmıştır. Etken madde olarak % 70.26 alana sahip α -pinen belirlenmiştir.

Çizelge 2. Mikrodalga yöntemi ile yapılan deneylerde elde edilen uçucu yağın GC-MS sonuçları

Sıra No	Bileşik adı	% Alan		Alikonma zamanı	
		MS	HS	MS	HS
1	Tricyclo	0.49	0.54	5.605	5.610
2	alpha.-Pinene	70.26	77.11	5.982	6.005
3	Camphene	0.51	0.55	6.331	6.337
4	beta.-Myrcene	3.78	3.41	7.390	7.396
5	3-Carene	1.9	1.75	8.054	8.059
6	1,3-Cyclohexadiene	0.16	0.18	8.317	8.328
7	o-Cymene	0.13	0.12	8.580	8.586
8	D-Limonene	2.60	2.16	8.746	8.757
9	beta.-Phellandrene	0.45	0.47	8.809	8.815
10	gamma.-Terpinene	1.45	1.39	9.770	9.782
11	4-Carene	2.60	2.27	10.800	10.806
12	Verbenol	0.07		13.203	
13	2-Bornanone	0.15	0.11	13.284	13.289
14	endo-Borneol	0.14	0.11	14.302	14.308
15	1,3,5-Undecatriene	0.16	0.10	14.445	14.456
16	Terpinen-4-ol	0.11	0.14	14.674	14.680
17	Cyclohexene, 1-methyl-3-	0.09	0.11	15.292	15.298
18	Bicycloheptan-2-ol	1.07	0.66	19.091	19.097
19	Caryophyllene	0.14	0.14	24.750	24.756
20	cis-Thujopsene	0,20	0,22	25,374	25,380
21	Humulene	0,11	0,10	26,215	26,221
22	gamma.-Murolene	0,10	0,09	26,553	26,558
23	Bicyclohept-2-ene	0,11	0,09	26,661	26,673
24	1,6-Cyclodecadiene	2,10	1,41	27,279	27,279
25	1,3-Cyclohexadiene	0,15	0,13	27,823	27,829
26	2,4,6-Octatriene	0,50	0,12	28,481	28,481
27	1,2,3,5,6,8a-hexahydro	0,27	0,19	28,767	28,773
28	trans-beta-Ocimene	0,08		29,128	
29	1H-Cyclopropazulen-4-ol	0,45	0,15	31,748	31,748
30	Cedrol	5,16	1,72	32,275	32,246
31	Androst-5-en-4-one	0,11		48,376	



Şekil 1. Mikrodalga yöntemi ile elde edilen uçucu yağın GC-MS kromotogramı.

Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini sonucunda elde edilen uçucu yağın GC-MS analizi çizelge 3'te gösterilmiştir. Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağın GC-MS analizi incelendiğinde 34 adet bileşik tespit edilmiştir. Etken madde olarak % 77.11

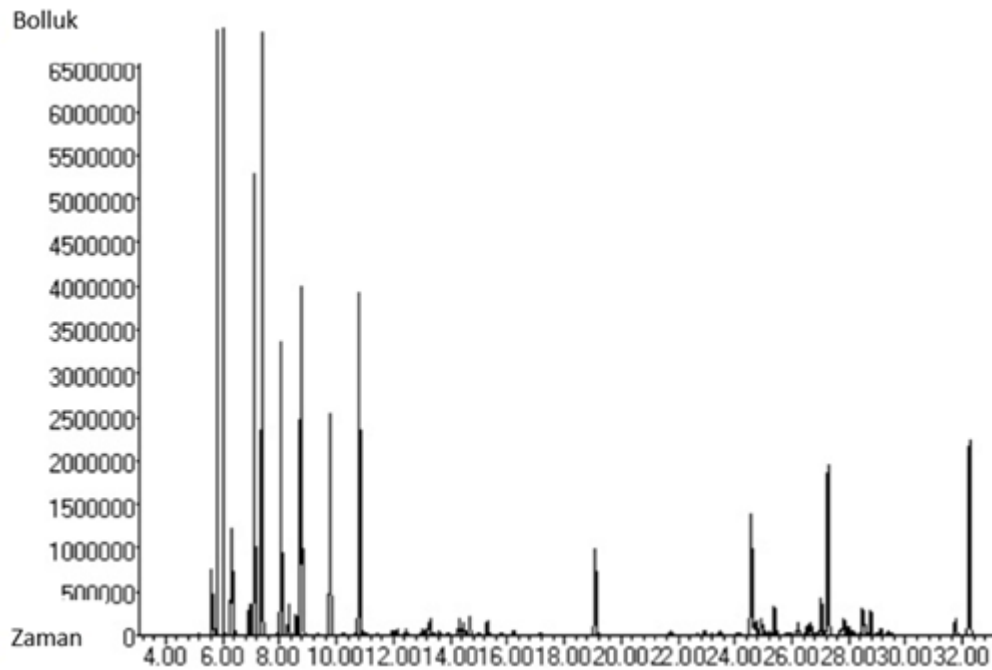
alana sahip α -pinen belirlenmiştir. Elde edilen sonucun literatürle uyumlu olduğu belirlenmiştir (Cosentino ve ark.). Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini sonucunda elde edilen uçucu yağın GC-MS kromotogramı şekil 2'de gösterilmiştir.

Çizelge 3. Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini işlemi sonucu elde edilen uçucu yağın GC-MS sonuçları

Sıra No	Bileşik adı	% Alan	Alınma zamanı
1	gamma.-Terpinene	0.54	5.610
2	alpha.-Pinene	77.11	6.005
3	Bicycloheptane	0.16	6.285
4	Camphene	0.55	6.337
5	beta-Phellandrene	0.16	6.944
6	beta-Pinene	2.58	7.121
7	beta-Myrcene	3.41	7.396
8	3-Carene	1.75	8.059
9	4-Carene	0.18	8.328
10	o-Cymene	0.12	8.586
11	D-Limonene	2.16	8.757
12	Bicyclohex-2-ene	0.47	8.815
13	gamma-Terpinene	1.39	9.782
14	Cyclohexene, 1-methyl-4	2.27	10.806
15	2-Bornanone	0.11	13.289
16	endo-Borneol	0.11	14.308
17	1,3,5-Undecatriene	0.10	14.456
18	Terpinen-4-ol	0.14	14.680

Çizelge 3 (Devamı). Hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini işlemi sonucu elde edilen uçucu yağın GC-MS sonuçları

Sıra No	Bileşik adı	% Alan	Alıkonma zamanı
19	alpha.-Terpineol	0.11	15.298
20	Bornyl acetate	0.66	19.097
21	gamma-Murolene	1.08	24.579
22	Caryophyllene	0.14	24.756
23	1H-3a,7-Methanoazulene	0.16	24.928
24	cis-Thujopsene	0.22	25.380
25	Humulene	0.10	26.221
26	1,6-Cyclodecadiene	0.09	26.558
27	Di-epi-.alpha.-cedrene	0.09	26.673
28	1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1	0.31	27.033
29	1H-Cyclopentacyclopropabenzene	1.41	27.279
30	Phenol, 3-(1-methylethyl)	0.13	27.829
31	2,4,6-Octatriene, 3,4-dimethyl	0.12	28.481
32	Naphthalene, 1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)	0.19	28.773
33	1H-Cyclopropazulene	0.15	31.748
34	Cedrol	1.72	32.246



Şekil 2. Hidrodestilasyon yöntemi ile elde edilen uçucu yağın GC-MS kromotogramı

Uçucu yağların GC-MS analizleri incelendiğinde mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri neticesinde elde edilen uçucu yağın yapısında hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinde elde edilen uçucu yağın yapısından daha fazla bileşen rastlandığı saptanmıştır.

SONUÇ

Mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemleri ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda

hidrodestilasyon yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneylerinden elde edilen uçucu yağ veriminin daha fazla olduğu belirlenmiştir. Mikrodalga yöntemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucu elde edilen uçucu yağda 36 adet bileşene rastlanırken hidrodestilasyon sistemi ile gerçekleştirilen uçucu yağ tayini deneyleri sonucunda elde edilen uçucu yağda 34 adet bileşene rastlanmıştır. Mikrodalga ve hidrodestilasyon yöntemleri ile elde edilen uçucu yağların GC-MS analizleri incelendiğinde iki sistemde etken madde olarak α -pinen belirlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Uçucu yağların GC-MS analizinde yardımcı olan Bursa Teknik Üniversitesi Kimya bölümü Dr. Öğr. Üyesi Burçak Kaya Özsel'e ve Arş. Gör. Berna Niş'e teşekkür ederim.

Bu makale, 4-6 Ekim 2018 tarihinde "4th International Non-Wood Forest Products Symposium"nda sözlü bildiri olarak sunulmuş ve özetini yayımlanmıştır.

KAYNAKLAR

- Bakkali F, Averbeck S, Averbeck D, Idaomar M (2008) Biological effects of essential oils: a review Food Chem Toxicol, 46, pp 446-75.
- Bassole IH, Juliani HR (2012) Essential oils in combination and their antimicrobial properties Molecules, 17, pp,3989-4006.
- Başer KHC (1993) Essential oils of Anatolian Labiatae: A profile. Acta Horticulture. 333, pp. 217–238.
- Bendahou M., Muselli A., Grignon-Dubois M., Benyoucef M., Desjobert J.-M. (2007) Antimicrobial activity and chemical composition of *Origanum glandulosum* Desf. essential oil and extract obtained by microwave extraction: Comparison with hydrodistillation, Food Chemistry 106, 132–139.
- Cosentino S., Barra A., Pisano B., Cabizza M., Pirisi F., Palmas F., (2003) Composition and Antimicrobial Properties of Sardinian Juniperus Essential Oils against Foodborne Pathogens and Spoilage Microorganisms, Journal of Food Protection, 7, Pages 1288–1291
- Çivğa A, (2015) Diken ardıç (*Juniperus oxycedrus* L.) kozalaklarının uçucu yağ özellikleri ve çevresel faktörlerle ilişkileri. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen bilimleri enstitüsü Yüksek lisans tezi, Isparta,111s.
- Dorman HJ, Deans SG (2000) Antimicrobial agents from plants:antibacterial activity of plant volatile oils. J Appl Microbiol,88,pp.308-16.
- Fakir H (2014) Türkiye'nin doğal egzotik ağaç ve çalıları. 1. TC Orman ve Su İşleri Bakanlığı Orman Genel Müdürlüğü Yayınları.1, pp. 115-174.
- Öztürk M., Tümen İ., Uğur A., Aydoğmuş-Öztürk F., Topçu G., (2010) Evaluation of fruit extracts of six Turkish Juniperusspecies for their antioxidant,anticholinesterase and antimicrobial activities, J Sci Food Agric, 91, 867–876
- Peruc D, Gobin I, Abram M, Broznic D., Svalina T, Stifter S, Staver MM, Ticac B (2018) Antimycobacterial potential of the juniper berry essential oil in tap water, Arh Hig Rada Toksikol., vol. 69, pp.46 – 54.
- Pichersky E, Noel JP, Dudareva N (2006) Biosynthesis of plant volatiles: nature's diversity and ingenuity, Science,311, pp.808-11.
- Toroğlu S, Çenet M (2006) Tedavi amaçlı kullanılan bazı bitkilerin kullanım alanları ve antimikrobiyal aktivitelerinin belirlenmesi için kullanılan metodlar. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 9, pp. 12-20.