

**T. C.
CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DEPOLAMA SÜRESİNİN MİKROENKAPSÜLE EDİLMİŞ KETEN
TOHUMU YAĞI İLE ZENGİNLEŞTİRİLMİŞ YOĞURTLARDA
OKSİDATİF STABİLİTE ÜZERİNE ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Sena PEKŞEN
(201492141166)**

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Nursel DEVELİ IŞIKLI

**SİVAS
Haziran 2018**

SENA PEKŞEN'in hazırladığı ve “**Depolama Süresinin Mikroenkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yağı ile Zenginleştirilmiş Yoğurtlarda Oksidatif Stabilité Üzerine Etkisi**” adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından **GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Nursel DEVELİ IŞIKLI**
Cumhuriyet Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Filiz ÖZÇELİK**
Ankara Üniversitesi

Prof. Dr. Nursel DEVELİ IŞIKLI
Cumhuriyet Üniversitesi

Dr.Öğr. Üyesi Nene Meltem KEKLİK
Cumhuriyet Üniversitesi

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. İsmail ÇELİK
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRÜ

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Senatosu'nun 20.08.2014 tarihli ve 7 sayılı kararı ile kabul edilen Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzu (Yönerge)'nda belirtilen kurallara uygun olarak hazırlanmıştır.

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (CÜBAP) Komisyonu tarafından M - 650 Nolu proje kapsamında desteklenmiştir.



Bütün hakları saklıdır.

Kaynak göstermek koşuluyla alıntı ve gönderme yapılabilir.

© Sena PEKŞEN, 2018

TEŐEKKÜR

Öncelikle alıŐma sırasında bilgisini ve yardımını esirgemeyen danıŐman hocam Prof. Dr. Nursel Develi IŐıklı'ya,
Bana her zaman maddi ve manevi destek olan canım aileme,
En büyük motivasyon kaynađım, müstakbel eŐim Ođuzhan'a,
Varlıđıyla beni güçlü tutan doktorların en güzeli, bitanecik arkadaşım Nur'a,
Özellikle tez yazım aşamasında bütün stresimi alıp beni başka bir dünyaya götüreren ailemizin en yeni üyesi küçük aşkım Göktürk'e teşekkür ederim,..

ETİK

Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tez Yazım Kılavuzu (Yönerge)'nda belirtilen kurallara uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- ✓ Bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- ✓ Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- ✓ Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere, bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu ve atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- ✓ Bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- ✓ Tezin herhangi bir bölümünü, Cumhuriyet Üniversitesi veya bir başka üniversitede, bir başka tez çalışması olarak sunmadığımı; beyan ederim.

Tarih

İmza

Sena PEKŞEN

ÖZET

DEPOLAMA SÜRESİNİN MİKROENKAPSÜLE EDİLMİŞ KETEN TOHUMU YAĞI İLE ZENGİNLEŞTİRİLMİŞ YOĞURTLARDA OKSİDATİF STABİLİTE ÜZERİNE ETKİSİ

Sena PEKŞEN

Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Nursel DEVELİ IŞIKLI

2018, 90+xviii sayfa

Bu çalışmada, ω -3 yağ asitleri ve içerdiği diğer doymamış yağ asitleri nedeniyle oksidasyona açık olan keten tohumu yağının, lipit oksidasyonu riskini önlemek amaçlanmıştır. Bu amaçla keten tohumu yağı dondurarak kurutma tekniği kullanılarak mikroenkapsüle edilmiştir. Enkapsüle edilen keten tohumu yağları sevilerek tüketilen bir ürün olan yoğurda katılmış ve yoğurtların depolama süresinin oksidatif stabilite üzerine etkisi incelenmiştir.

Çalışmada enkapsüle edilmiş keten tohumu yağları ağırlıkça %10 keten tohumu yağı, %20 sodyum kazeinat, %20 maltodekstrin ve %50 su ilavesi ile hazırlanmıştır. Elde edilen toz ürünlerde enkapsülasyon etkinliği (85,42), su aktivitesi ($0,171 \pm 0,002$) ve nem değeri ($4,183 \pm 0,047$) belirlenmiştir. Keten tohumu yağı ve mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarının farklı sıcaklıklardaki ($30-40^{\circ}\text{C}$) depolamada ve de yoğurt ortamında oksidatif stabiliteleri izlenmiştir. Farklı sıcaklıklarda depolanmış keten tohumu yağlarının oksidatif stabilitesi, 10 hafta boyunca belli aralıklarla alınan örneklerin peroksit ve anisidin değerlerinin ölçülmesi ile belirlenmiştir. Oksidasyonun başlama anı (IP) her iki parametredeki değişimi gösteren eğrilerdeki ayırt edilebilen aşamalar için çizilen iki doğrusal çizginin kesişme noktası ile belirlenmiştir. Başlama anı bu noktadaki peroksit ve anisidin değerlerini açıklamada kullanılmıştır. Oksidasyonun başlama anından önceki ve sonraki değişimler 0. derece reaksiyon kinetiğiyle açıklanmıştır. Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağında peroksit ve anisidin

değerlerine ilişkin IP'den önce ve sonraki k_1 ve k_2 hız sabitleri, enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağları için hesaplanan hız sabitlerinden daha düşük değerlerde bulunmuştur. Bu durum enkapsülasyonun, keten tohumu yağlarının depolamadaki oksidatif kararlılığının daha yüksek olduğunu göstermiştir. Çalışmada kullanılan modelde keten tohumu yağlarında IP öncesi ve sonrası peroksit ve anisidin değerleri için hesaplanan R^2 değerlerinin 0,91'den yüksek, RSME değerlerinin birden (1) küçük olması, modelin gözlenen peroksit ve anisidin verilerindeki değişimi açıklamak için uygun olduğunu göstermiştir.

Yoğurt ortamında oksidatif stabilitenin izlenmesinde ise, keten tohumu yağı içermeyen, enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağı içeren üç farklı formülasyonda yoğurt üretilip, +4°C'de depolanmıştır. Depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde peroksit değeri, anisidin değeri ve tiyobarbütirik asit reaktif maddeleri analizleri yapılarak oksidatif stabilite izlenmiştir. Çalışma sonunda enkapsüle edilmiş keten tohumu yağının yoğurt ortamındaki stabilitesinin diğerlerine göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca keten tohumu yağı ilavesinin yoğurdun fizikokimyasal ve fiziksel özellikleri üzerine etkisini belirlemek için pH, su salma ve renk analizleri gerçekleştirilmiştir.

Anahtar kelimeler: Keten tohumu yağı, Mikroenkapsülasyon, Oksidatif stabilite

ABSTRACT

EFFECT OF STORAGE TIME ON OXIDATIVE STABILITY IN YOGHURT FORTIFIED WITH MICROENCAPSULATED FLAXSEED OIL

Sena PEKŞEN

Master Thesis, Department of Food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Nursel DEVELİ IŞIKLI

2018, 90 + xviii pages

In this study, it is aimed to prevent the risk of lipid oxidation of flaxseed oil which is open to oxidation due to ω -3 fatty acids and other unsaturated fatty acids contained. For this purpose, flaxseed oil was microencapsulated using freeze-drying technique.

Flaxseed oil encapsulated in the study was prepared with 10% flaxseed oil, 20% sodium caseinate, 20% maltodextrin and 50% water. Encapsulation efficiency (85,42), water activity ($0,171 \pm 0,002$) and moisture value ($4,183 \pm 0,047$) were determined in the obtained powder products. Flaxseed oil and microencapsulated flaxseed oils are observed at different temperatures (30-40 ° C) in storage and oxidative stability in the yoghurt environment. The oxidative stability of flaxseed oils stored at different temperatures was determined by measuring the peroxide and anisidine values of samples taken at regular intervals over a period of 10 weeks. The moment of initiation of oxidation (IP) was determined by the intersection of two linear lines drawn for the distinguishable phases of the curves showing the change in both parameters. The moment of initiation was used to describe the peroxide and anisidine values at this point. The changes before and after the start of the oxidation are explained with a 0. degree reaction kinetics. The rate constants k_1 and k_2 before and after IP for peroxide and anisidine values in encapsulated flaxseed oil were found to be lower than the calculated rate constants for non-encapsulated flaxseed oil. This indicates that the

encapsulation has a higher oxidative stability in the storage of flaxseed oils. In the model used in the study, R^2 values calculated for peroxide and anisidine values before and after IP in flaxseed oils are higher than 0.91 and RSME values are smaller than one (1) showed that the model is appropriate to explain the change in observed peroxide and anisidine values.

In the observing of oxidative stability in the environment of yoghurt, yoghurt is produced in three different formulations containing no flaxseed oil, encapsulated and non encapsulated flaxseed oil. Then, yogurt was stored at +4°C. Oxidative stability was observed by analysis of peroxide value, anisidine value and thiobarbituric acid reactivities on days 1, 7, 14 and 21 of storage. At the end of the study, it was observed that the encapsulated flaxseed oil has higher stability in the yoghurt environment. In addition, pH, syneresis and color analysis were performed to determine the effect of flaxseed oil extraction on the physicochemical and physical properties of the yoghurt.

Keywords: Flaxseed oil, Microencapsulation, Oxidative stability

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	vii
ABSTRACT	xi
TEŞEKKÜR	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
SİMGELER DİZİNİ	xvi
KISALTMALAR DİZİNİ	xviii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	3
2.1 Keten tohumu ve yağı.....	3
2.2 Lipit oksidasyonu reaksiyonunun genel özellikleri ve ölçme yöntemleri.....	4
2.3 Mikroenkapsülasyon	9
2.3.1 Mikroenkapsülasyon teknikleri	10
2.3.2 Kaplama materyali ve özellikleri.....	16
2.3.2.1 Sodyum Kazeinat.....	18
2.3.2.2 Maltodekstrin.....	18
2.4 Yoğurt.....	19
2.5 Raf Ömrü.....	21
3. MATERYAL ve METOT	23
3.1 Materyal.....	23
3.1.1 Keten tohumu yağı.....	23
3.1.2 Sodyum kazeinat ve maltodekstrin.....	23
3.1.3 Süt.....	23
3.1.4 Starter kültür.....	23
3.1.5 Çalışmada kullanılan çözelti ve araçlar.....	23
3.2 Metot.....	24
3.2.1 Keten tohumu yağı mikroenkapsülasyonu.....	24
3.2.2 Yoğurt üretimi.....	26
3.2.3 Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarında yapılan analizler.....	28
3.2.3.1 Emülsiyon stabilitesi.....	28
3.2.3.2 Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozlarında serbest yağ içeriği ve enkapsülasyonun etkinliği.....	28
3.2.3.3 Damlacık boyut analizi.....	29
3.2.3.4 Su aktivitesi.....	30
3.2.3.5 Nem tayini	30
3.2.4 Mikroenkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının oksidatif stabilitesinin belirlenmesi	31
3.2.4.1 Mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozundan yağ ekstraksiyonu.....	31
3.2.4.2 Peroksit değerinin (PD) belirlenmesi.....	32
3.2.4.3. Anisidin değerinin (AD) belirlenmesi.....	33
3.2.5 Keten tohumu yağının yoğurt ortamındaki oksidatif stabilitesinin belirlenmesi.....	33
3.2.5.1 Süt yağı ekstraksiyonu.....	34

3.2.5.2 Tiyobarbütirik asit reaktif maddelerin (TBARS) analizi.....	34
3.2.6 Yoğurt analizleri.....	35
3.2.6.1 Serum ayrılması.....	35
3.2.6.2 pH tayini.....	36
3.2.6.3 Renk analizi.....	36
3.2.6.4 Yağ asitleri kompozisyonu.....	37
3.2.7 Depolama örneklerinde lipit oksidasyonunun matematiksel modellenmesi.....	37
3.2.8 İstatistiksel analiz.....	40
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	41
4.1 Emülsiyon Stabilitesi.....	41
4.2 Yüzeyde Serbest Yağ İçeriği ve Enkapsülasyon Etkinliği.....	42
4.3 Emülsiyon Damlacık Boyut Özelliği.....	43
4.4 Mikroenkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yağının Nem tayini ve Su Aktivitesi Özellikleri.....	44
4.5 Depolamada Oksidatif Stabiledeki Değişim.....	45
4.5.1 Oksidatif Stabileden İlişkin Kinetik Parametreler.....	49
4.5.2 Raf Ömrü.....	56
4.6 Keten Tohumu Yağının Depolanan Yoğurt Özelliklerine Etkisi.....	58
4.6.1 Depolamada yoğurt örneklerinin peroksit değerlerindeki değişim (PD).....	59
4.6.2 Depolamada yoğurt örneklerinde anisidin değerlerinin değişimi (AD).....	62
4.6.3 Tiyobarbütirik asit reaktif maddelerin (TBARS) miktarı.....	63
4.6.4 Serum ayrılması.....	67
4.6.5 pH değeri.....	70
4.6.6 Renk.....	72
4.6.7 Yağ asitleri kompozisyonu.....	76
5. SONUÇLAR.....	78
KAYNAKLAR.....	84
ÖZGEÇMİŞ.....	90

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1	Keten tohumu ve yağı 3
Şekil 2.2	Alfa linolenik asit (ALA) (Asif, 2011)..... 4
Şekil 2.3	Hidroperoksitlerdeki parçalanma..... 7
Şekil 2.4	Mikroenkapsülasyonda çekirdek materyali ve kaplama materyali (Özcan ve Altun, 2013) 10
Şekil 2.5	Püskürtmeli kurutma prosesinin şematik sunumu (Burgain ve ark., 2011)..... 11
Şekil 2.6	Liyofilaztörde dondurarak kurutma işlemi görüntüsü..... 13
Şekil 2.7	Akışkan yatakta kaplama tekniğinin şematik sunumu (Burgain ve ark., 2011) 14
Şekil 2.8	Koazervasyon/faz ayırma yöntemi (Özcan ve Altun, 2013)..... 15
Şekil 2.9	Ekstrüzyon tekniğinin şematik sunumu (Burgain ve ark., 2011)... 16
Şekil 2.10	Sodyum kazeinat görüntüsü..... 18
Şekil 2.11	Maltodekstrinin kimyasal yapısı (Carareto N.D.D ve ark., 2010)... 19
Şekil 3.1	Amber renkli cam şişelerde keten tohumu yağı..... 23
Şekil 3.2	Liyofilizatör cihazı..... 25
Şekil 3.3	Mikroenkapsüle keten tohumu yağının havanda öğütülürken görüntüsü 26
Şekil 3.4	Yoğurt üretimi..... 27
Şekil 3.5	Yoğurtların inkübatördeki görüntüsü..... 27
Şekil 3.6	Yoğurtların buzdolabındaki görüntüsü..... 28
Şekil 3.7	Malvern Zetasizer (Nano series – Nano ZS) cihazı..... 29
Şekil 3.8	Su aktivitesi cihazı..... 30
Şekil 3.9	Vakum etüv 30
Şekil 3.10	Etüvde, amber renkli şişeler içerisinde keten tohumu yağı ve mikroenkapsüle keten tohumu yağı 31
Şekil 3.11	Rotary evaporatör..... 32
Şekil 3.12	Demir III standart kalibrasyon eğrisi..... 33
Şekil 3.13	Ayırma hunisindeki yoğurttaki faz ayrımı görüntüsü..... 34
Şekil 3.14	Buzdolabında serum ayrılması için bekletilen yoğurt örnekleri..... 35
Şekil 3.15	pH metre cihazı 36
Şekil 3.16	Renk ölçüm cihazı..... 36
Şekil 3.17	30°C de keten tohumu yağında oksidasyon başlama aşamasının ölçümleri..... 38
Şekil 4.1	Damlacık boyut analizi..... 44
Şekil 4.2	Depolama süresinde, peroksit değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimi 47
Şekil 4.3	Depolama süresinde, anisidin değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimi. 47
Şekil 4.4	Gecikme süreli bir izotermal lipid oksidasyonu eğrisinin kinetik modelinin şematik gösterimi (Aragao ve ark., 2008)..... 55
Şekil 4.5	Peroksit değerlerinin (PD), sigmoidal modelle uyumu..... 56
Şekil 4.6	Sıcaklığa bağlı olarak peroksit değerlerine ilişkin raf ömrü sürelerindeki değişim..... 58
Şekil 4.7	Yoğurtların peroksit değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi..... 61
Şekil 4.8	Yoğurtların anisidin değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi..... 63

Şekil 4.9	Yoğurtların 450 nm'deki TBA değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.....	65
Şekil 4.10	Yoğurtların 532 nm'deki TBA değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.....	65
Şekil 4.11	Yoğurtların serum ayrılması değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.....	69
Şekil 4.12	Yoğurtların pH değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi	71
Şekil 4.13	Yoğurtların L değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.....	73
Şekil 4.14	Yoğurtların "a" değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.....	74
Şekil 4.15	Yoğurtların "b" değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.....	75



ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 3.1 Mikroenkapsülasyonda kullanılan formülasyonlar	24
Çizelge 3.2 Yoğurt sütlerinin hazırlanmasına ilişkin deneme deseni	26
Çizelge 4.1 Emülsiyon stabilitesi ve enkapsülasyon etkinliği bulguları.....	41
Çizelge 4.2 Depolamada peroksit ve anisidin değerlerine ilişkin kinetik parametreler ve regresyon katsayıları (R^2).....	50
Çizelge 4.3 Depolamada peroksit ve anisidin değerlerine ilişkin modele uyum verileri.....	53
Çizelge 4.4 Peroksit değerlerine ilişkin sigmoidal model için hesaplanan kinetik parametreler.....	55
Çizelge 4.5 Farklı peroksit düzeylerine ulaşmak için gerekli raf ömrü süreleri.....	57
Çizelge 4.6 Yoğurt örneklerinde oksidasyona ilişkin analiz sonuçlarının ortalamaları ve standart sapmaları	59
Çizelge 4.7 Yoğurtlarda oksidasyona ilişkin varyans analizi.....	60
Çizelge 4.8 Tüm yoğurt örneklerinde oksidasyon parametreleri arasındaki korelasyon.....	67
Çizelge 4.9 Uygulama şekli farklı yoğurt örneklerinde oksidasyon parametreleri arasındaki korelasyon	67
Çizelge 4.10 Tüm yoğurt örneklerinde analiz sonuçlarının ortalamaları ve standart sapmaları	68
Çizelge 4.11 Yoğurtların fizikokimyasal ve fiziksel özelliklerinin varyans analizi.	69
Çizelge 4.12 Enkapsüle keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerinde renk parametreleri arasındaki korelasyon	76
Çizelge 4.13 Yağ asitleri kompozisyonu analiz sonuçları	76

SİMGELER DİZİNİ

$^{\circ}\text{C}$	Santigrat derece
Δp	Yoğunluk
$a(T)$	Uygulanan sıcaklığa bağlı olarak peroksitlerin engelsiz olarak oluştuğunda ulaşacağı asimtot değeri
AD_0	Depolama denemesi başında enkapsüle edilmiş veya edilmemiş keten tohumu yağlarında ölçülen anisin düzeyi
AD	Oksidasyonun başlama aşamasından sonra depolamanın belli bir anındaki anisidin değeri
AD_{IP}	Oksidasyonun başlama aşamasındaki anisidin değeri
A_f	Doğruluk faktörü
A_{bl}	500 nm'deki kör absorbanı
A_{sm}	500 nm'deki örnek absorbanı
A_b	Yağ içeren solüsyonun absorbanı
A_s	Yağ içeren solüsyon + 1 ml p-anisidin ayracının absorbanı
B_f	Yanlılık faktörü
b	Sıcaklık - ln raf ömrü süresi arasında çizilen eğrinin eğimi
D_0	Başlangıç peroksit veya anisidin değeri
G_i	Gözlemlenen değer
g	Yerçekimi ivmesi
IP_{PD}	Hidroperoksitlerin başlama zamanı
IP_{AD}	Anisidinin başlama zamanı
k	Hız sabiti
k_{1PD}	Oksidasyonun başlama aşamasında hidroperoksitlerin oluşumuna ilişkin hız sabiti (mEq/kg gün)
k_{1AD}	Oksidasyonun başlama aşamasında anisidin oluşumuna ilişkin hız sabiti (AD/gün)
k_{2PV}	Oksidasyonun gelişme aşamasında hidroperoksitlerin oluşumuna ilişkin hız sabiti (mEq/kg gün)
k_{2AD}	Oksidasyonun gelişme aşamasında anisidin oluşumuna ilişkin hız sabiti (AD/gün)
$k_{cf}(T)$	Üstel gelişme bölgesinde oksidasyon eğrisinin dikliğini temsil eden bir hız parametresi (1/gün)
m	Yağ miktarı (g)
m	Fe^{+3} içeren çözeltilerle hazırlanan kalibrasyon eğrisinin eğimi
n	Gözlem sayısı
η	Viskozite
θ_0	Sıcaklık - ln raf ömrü süresi arasında çizilen eğrinin intersepti
θ_s	Raf ömrü süresi (ln)
PD_0	Depolama denemesi başında enkapsüle edilmiş veya edilmemiş keten tohumu yağlarında ölçülen hidroperoksit derişimi
PD	Oksidasyonun başlama aşamasından sonra depolamanın belli bir anındaki peroksit düzeyi
PD_{IP}	Oksidasyonun başlama aşamasındaki peroksit düzeyi

- Q₁₀** Her 10°C'lik sıcaklık artışında reaksiyon hız sabitlerindeki veya raf ömürlerindeki değişim
- r** Damlacık çapı
- t_{cf} (T)** Çalışma aralığında, peroksit sentezinin bükülme noktasını işaret eden süre (gün)
- T_i** Modelle tahmin edilen değer
- V_s** Kremalanma hızı,
- W_{sm}** Tartılan örnek kütlesi (g)



KISALTMALAR DİZİNİ

AD	:	Anisidin Deęeri
ALA	:	α Linoleic Asit
AOCS	:	American Oil Chemists Society
DHA	:	Dokosahekzanoik Asit
EFSA	:	Avrupa Güvenli Gıda Otoritesi
Enkap. yağ	:	Mikroenkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yaęı İlaveli Yogurt
EPA	:	Eikosapentaenoik Asit
GA	:	Gam Arabik
GRAS	:	Genel Olarak Güvenilir Kabul Edilir
IP	:	Başlama Zamanı
Kontrol	:	Kontrol Grubu Yoęurt
MD	:	Maltodekstrin
MKY	:	Mikroenkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yaęı
MUFA	:	Tekli Doymamış Yaę Asitleri
PD	:	Peroksit Deęeri
PUFA	:	Çoklu Doymamış Yaę Asitleri
R[·]	:	Serbest Radikal
(R²)	:	Regresyon Katsayısı
RH	:	Doymamış Yaę Asiti
RMSE	:	Ortalama Hata Karenin Kare Kökü
ROO[·]	:	Serbest Radikal
ROOH	:	Hidrojen Peroksit
SAFA	:	Doymuş Yaę Asitleri
TBA	:	Tiyobarbitirik Asit
TBARS	:	Tiyobarbitürik Asit Reaktif Maddeleri
TCA	:	Triklorik Asit
TOZ	:	Enkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yaęı
UHT	:	Ultra Yüksek Isı
UV	:	Ultraviyole
WPC	:	Peynir Altı Suyu Protein Konsantresi
Yaę	:	Keten Tohumu Yaęı ve Kaplama Materyali İlaveli Yoęurt
YAę	:	Enkapsüle Edilmemiş Keten Tohumu Yaęı

1. GİRİŞ

Biyoaktif gıda bileşenlerinin insan sağlığı üzerine olan olumlu etkileri nedeni ile son yıllarda tüketicilerin bu bileşenleri içeren gıdalara olan ilgisi artmıştır. Biyoaktif bileşenlerden omega (ω)-3 ve ω -6 çoklu doymamış yağ asitleri, memelilerin hücre membranında yer alan biyolojik yapıların temel bileşenidir ve bu yağ asitleri elzem yağ asitleri olarak kabul edilirler. Omega-3 çoklu doymamış yağ asitlerinden eikosapentaenoik asit (EPA) ve dokosaheksanoik asit (DHA) ağırlıklı olarak balık ve alg gibi deniz kaynaklarında bulunurken, F vitamini olarak bilinen α -linolenik asit (ALA) ceviz ve keten tohumu gibi bitkisel kaynaklarda bulunur. Sağlık yönünden bu yağ asitlerinin düzenli olarak tüketilmesi ve diyetlerdeki günlük EPA ve DHA tüketim düzeyinin 250 mg, ALA tüketim düzeyinin ise 2 g olması önerilmiştir.

İçme sütü, peynir ve yoğurt gibi süt ürünlerinde EPA ve DHA takviyesi ile zenginleştirme işlemi son yıllarda oldukça önem kazanmıştır. Ancak enkapsüle edilen EPA ve DHA'nın sıvı halde bulunanlara göre fermente süt ürünleri üretiminde oksidasyon riskine ve istenmeyen tat oluşumuna karşı daha etkili bir şekilde kullanılabilirdiği araştırmalar sonucunda görülmüştür (Canbulat ve Özcan, 2008). Ve önceki çalışmalardan elde edilen sonuçlar, ω -3 PUFA'larla zenginleştirilmiş yoğurtun çok iyi oksidatif stabiliteye sahip olduğunu göstermiştir.

Yaygın olarak üretilen ve sevilerek tüketilen gıda ürünlerinin ω -3 yağ asitleri içeren yağlarla zenginleştirilmesi, marketlerdeki ürün çeşitliliğinin ve toplumun ω -3 tüketiminin artırılmasına katkı sağlayacaktır. Bu nedenle gıdaların bu yağ asitleri ile zenginleştirilmesi üzerine yapılan çalışmalar yaygınlaşmıştır. Yoğurt ise bu anlamda elzem yağ asitlerinin taşınması için mükemmel bir araç olarak kabul edilmiştir (Gerdes, 2007). Gıdaların EPA ve DHA ilavesiyle ω -3 yağ asitlerince zenginleştirilmesinde, yaygın olarak balık yağı kullanılmasına karşın, gıdalardaki balık yağı kokusu balık yağlarının bu amaçla kullanımını sınırlandırmıştır. Bu nedenle gıdaların ω -3 yağ asitlerince zenginleştirilmesinde bu yağ asitlerini içeren bitkisel yağların kullanımı daha uygun alternatif bir yol olarak kabul edilmektedir.

Keten tohumu yağı, yağ asitlerinin yaklaşık %57'sini oluşturan ω -3 yağ asitlerinden α -linolenik asit (ALA) yönünden oldukça zengin bir kaynaktır ve ALA vücutta EPA ve

DHA'ya metabolize edilir. Keten tohumu yağı içerdiği çoklu doymamış yağ asitleri nedeni ile hızlı okside olmakta ve polimerleşmektedir. Yüksek miktarda, kararsız çoklu doymamış yağ asitleri söz konusu olduğunda, oksidatif bozulmaya sebep olan oksidasyon reaksiyonları, gıda sektöründe ciddi bir problem olup, kontrol edilmesi oldukça önem kazanmıştır (McClements ve Decker, 2000). Ancak keten tohumu yağının mikroenkapsülasyon yöntemi ile korunup, mikron büyüklüğünde parçacıklar içine hapsedilmesi, oksidatif stabilitesini artırmakta ve kontrollü salınımını sağlamaktadır (Liu ve ark.,2010). Bu nedenle mikroenkapsüle edilecek materyalin hangi amaçla kapsülleneceği, nasıl bir yararın elde edilmek istendiği, seçilecek mikroenkapsülasyon yöntemi ve kaplama materyalleri özellikleri tam olarak ortaya konulmalıdır.

Bu çalışmada sudaki aşırı düşük çözünürlüğü sebebiyle gıdalarda kolay çözünmeyen ve çoklu doymamış yağ asitlerince zengin olduğu bilinen keten tohumu yağı oksidatif stabilitesi incelenmek amacıyla kapsüllenmiş, kapsüllerin keten tohumu yağını oksidasyona karşı koruması amaçlanmıştır. Mikroenkapsülasyon yöntemi ise keten tohumu yağının sıcaklığa duyarlı olması sebebiyle dondurarak kurutma olarak belirlenmiştir. Çalışmada iyi emülsiyon oluşturabilme, kolay işlenebilme, çekirdek materyalinin özelliğini bozacak reaksiyona girmeme, kaplayabilme – koruyabilme özellikleri ve maliyeti dikkate alınarak kaplama materyali olarak sodyum kazeinat ve maltodekstrin seçilmiştir.

2.KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1 Keten Tohumu ve Yağı

Linum usitatissimum L veya Latin usitatissimum olarak bilinen keten tohumu 'en yararlı' anlamına gelmektedir (Amin ve Thakur, 2014). İngilizce olarak flaxseed ya da linseed olarak adlandırılan keten tohumu var olan verilere göre en eski kültür bitkilerinden biri olup, binlerce yıl öncesine ait olduğu düşünülmektedir (Newkirk, 2008). Tohumları 4-6 mm uzunlukta, yumurta biçiminde, yassı, parlak, kırmızımtırak esmer renkli, kokusuz, lezzetli ve yağlıdır (Bozdemir, 2007).

Keten tohumu, fitokimyasallar açısından önemli bir fonksiyonel gıdadır. Keten tohumu, α -linolenik asit ve lignanlarca zengin olmasının yanı sıra, yüksek kaliteli protein, fenolik bileşikler ve çözünebilir liflerin önemli bir kaynağı olarak ciddi bir potansiyele sahiptir (Oomah, 2001). Genellikle, keten tohumu yaklaşık olarak % 40 yağ, % 30 lif, % 20 protein, % 4 kül ve % 6 nem içermektedir (Oomah ve Mazza, 1998).

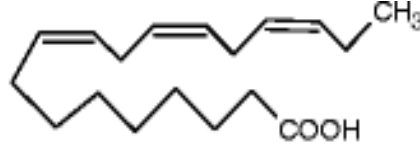
Amin ve Thakur (2014) 'ın çok yönlü fonksiyonel gıda olarak ele aldıkları keten tohumu ile yaptıkları çalışmada, ilk olarak keten tohumunun binlerce yıl öncesinde de var olduğuna ve dünyanın en eski kültür bitkilerinden biri olduğuna değinilmiştir. Şekil 2.1'de gösterilen tane keten tohumu, keten tohumu yağı, lignan ve onun müsilağlarının çeşitli hastalıkların önlenmesi ve tedavisinde birçok potansiyel kullanıma sahip olduğu ileri sürülmüştür.



Şekil 2.1 Keten tohumu ve yağı.

Keten tohumu yağı ise günümüzde soğuk sıkım ve solvent ekstraksiyonuyla keten tohumundan elde edilmektedir (Zhang ve ark., 2008). Keten tohumu yağı, yağ asitlerinin yaklaşık %57'sini oluşturan omega (ω) - 3 yağ asitlerinden, kimyasal yapısı Şekil 2.2'de gösterilen α -linolenik asit (ALA) yönünden oldukça zengin bir kaynak

olup, tüketimi sağlık üzerinde olumlu etki yaptığından fonksiyonel gıda sınıfında yer almaktadır (Carneiro ve ark, 2013). Ancak Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi EFSA tarafından bir yetişkinin alabileceği ALA miktarı, günlük 2 gram olarak tavsiye edilmiştir. Ayrıca, Avrupa, Çin ve Hindistan’da yüzlerce yıldır tüketilen keten tohumu yağının, hızlı okside olabilmesi ve polimerleşmesi gerekçe gösterilerek çoğu batı ülkelerinde yenmeyen bir yağ olarak değerlendirildiği, GRAS (genel olarak güvenilir kabul edilir) statüsüne sahip olmadığı bilinmektedir (İşleroğlu ve ark., 2005).



Şekil 2.2 Alfa linolenik asit (ALA) (Asif, 2011).

2.2 Lipit Oksidasyonu Reaksiyonunun Genel Özellikleri ve Ölçme Yöntemleri

Lipit oksidasyonu, yenilebilir yağların, özellikle de keten tohumu yağı gibi çoklu doymamış bitkisel yağların, üretim, nakliye ve esas olarak depolama esnasında bozunmasına yol açan en temel reaksiyondur (Bravi ve ark., 2011). Oksidatif bozulma ve buna bağlı olarak meydana gelen arzu edilmeyen tat oluşumu çoklu doymamış yağ asitleri bakımından zengin yağlar ile ilgili önemli sorunlardan birisidir (Augustin ve ark., 2006). Oksidasyon, doymamış yağ asitlerindeki çift bağların oksijen ile reaksiyona girerek peroksi radikalleri ve hidroperoksitlerin oluşması olayıdır.

Başlangıç, gelişme ve sonlandırma olmak üzere 3 aşamada sınıflandırabileceğimiz oksidasyon reaksiyonlarında moleküler (triplet) oksijenden ($^3\text{O}_2$) daha reaktif olan singlet oksijen ($^1\text{O}_2$) başlatıcı rol oynamaktadır (Walstra ve ark., 2006).

Şekilde de görüldüğü gibi triplet halde; $^3\text{O}_2$, 2 p orbitalindeki iki elektron aynı spine sahiptir, fakat bunlar farklı orbitallerdedir. Bu nedenle elektrostatik itme enerjileri çok düşüktür.



Singlet halde; $^1\text{O}_2$, iki elektron zıt spine sahiptir. Eğer elektronlar aynı orbitalde ise itme enerjileri 22 kcal, farklı orbitalde ise itme enerjileri 37 kcal’dir.



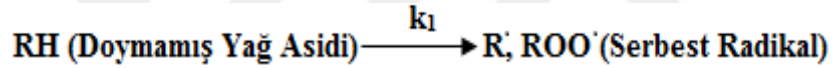
Singlet haldeki oksijen, triplet haldeki oksijenden daha elektrofildir ve karbonlar arasındaki çift bağ ile daha hızlı reaksiyona girer. Singlet oksijen çeşitli şekillerde oluşturulur (Taoukis ve Labuza, 1996) ve bunlar;

1. Fotooksidasyon sonucu; örneğin ışık varlığında triplet oksijenle riboflavin arasındaki reaksiyonla
2. Peroksidaz ve /veya oksidaz enzimlerinin etkisi ile
3. Cu^{+2} ve askorbik asit aracılığı ile
4. Süperoksit anyon radikali ve hidrojen peroksit (H_2O_2) arasındaki reaksiyon ile
5. Yağların otooksidasyonu sırasında hidroperoksitlerin degradasyonu şeklinde sıralanabilmektedir (Walstra ve ark., 2006).

Oksidasyonun Aşamaları;

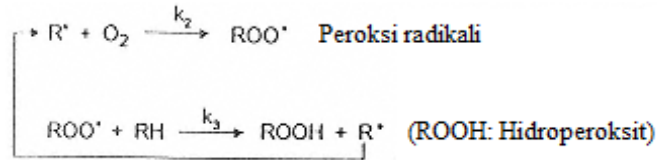
a. Başlangıç Aşaması

Bu aşama doymamış yağ asitlerinden serbest radikallerin oluştuğu aşamadır. Bu aşama oldukça yüksek aktivasyon enerjisine ihtiyaç duymaktadır.



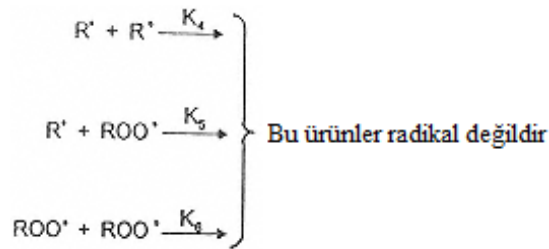
b. Gelişme Aşaması

Bu aşamada ise serbest radikal oluşumu ısı veya katalist yok ise uzun zaman almaktadır ve bu aşama hidroperoksit oluşumu ile belirlenmektedir.



c. Sonlanma Aşaması

Aşağıdaki reaksiyonlar sonucunda ise oksidasyon reaksiyonları sonlanmaktadır.

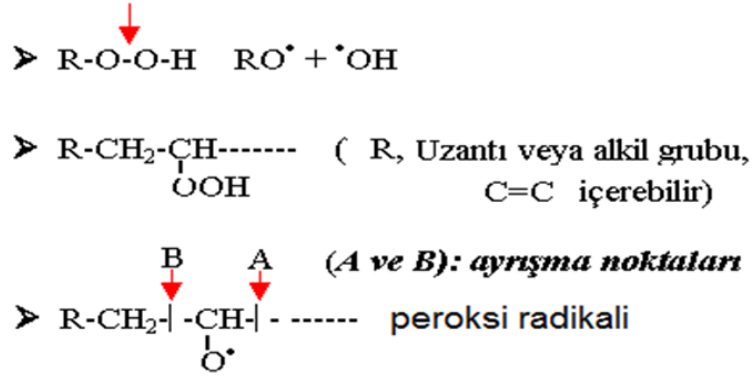


Lipitlerin oksidasyonu sonucunda gıdalarda istenmeyen koku ve tatların açığa çıkmasının yanı sıra, pişirme ve işleme sonrası ikincil ürünlerin oluşumu ile besin

kalitesi ve güvenliğini azaltabileceğinden, lipit oksidasyonu gıda endüstrisinin birçok sektöründe ciddi bir problemdir (Frankel, 2014). Gıda ürünü içerisinde tüketilen ya da depolanan yağların veya yenilebilir yağların muhtemel raf ömrü, oksidatif stabilite ölçülüp gerekli önlemler alındığında uzayabilmektedir. Bu amaçla gıda ürünlerinin kabul edilebilirliği ve beslenme kalitesi açısından önemli bir kriter olan oksidatif stabilitenin değerlendirilmesi için de birçok yöntem geliştirilmiştir. Bununla birlikte, tek bir test tüm oksidatif olayları bir kerede ölçemeyip, oksidatif sürecin tüm aşamalarında ve tüm yağlar, tüm gıdalar ve tüm işleme koşulları için eşit derecede yararlı olamayacağı için birçok farklı test ve kombinasyonlarına ihtiyaç duyulmaktadır. Bu kapsamda yaygın olarak kullanılan yöntemler ise; peroksit değeri (PD), tiyobarbütirik asit (TBA) testi, anisidin değeri (AD), toplam ve uçucu karbonil bileşikleri miktarı, Kreis testi, ultraviyole (UV) spektrofotometri, Oxirane testi, iyodin değeri, floresan, kromatografik yöntemler, duyuşal değerlendirme, Schaal Oven testi, aktif oksijen yöntemi, ransimat yöntemi ve oksijen absorpsiyonu şeklinde sıralanabilmektedir (Taoukis ve Labuza, 1996).

Lipit oksidasyonunun ilk aşamasında, çoklu doymamış yağ asitlerinden hidrojenin ayrılması ile konjuge çift bağlar oluşur. Bu nedenle birincil oksidasyon ürünleri, oluşan konjuge dienler ve trienlerin UV'deki ölçümü ile belirlenir. Ancak, bu aşamada oluşan hidroperoksit konjuge dien sistemi içerdiğinden, peroksit değerinin (PD) ölçümü ile konjuge dienlerin UV ölçümleri çoğu kez birbirinin yerine kullanılır. Konjuge dienlerin UV ölçümlerinden farklı olarak, hidroperoksitlerin düzeyi kantitatif olarak ölçülebildiğinden bu aşama genellikle peroksit değerinin ölçülmesi ile belirlenir (Semb, 2012). Peroksit değerinin belirlenmesinde iyodometrik titrasyon ve spektrofotometrik ferrik (Fe^{+3}) tiyosiyanat gibi çeşitli yöntemler bulunmaktadır (Taoukis ve Labuza, 1996).

Oksidasyon sürecinin başlangıç aşamasında oluşan hidroperoksitler, kararsızdırlar ve süreç içerisinde parçalanırlar ve ikincil oksidasyon ürünleri şekillenir. Hidroperoksitlerdeki ayrışma Şekil 2.3'te verilmiştir.



Şekil 2.3 Hidroperoksitlerdeki parçalanma.

Hidroperoksitlerin ayrışması ile gelişen ileri oksidasyonda aldehit, keton gibi ve çoğu uçucu özellikteki çeşitli ikincil oksidasyon ürünleri şekillenir (Fenaille ve ark.,2001). İkincil oksidasyon ürünlerinin miktarlarının azlığı ve özellikle de kimyasal yapılarındaki büyük farklılıklar bu bileşiklerin tümünün aynı anda ölçülmesini zorlaştırır. Bu nedenle ikincil oksidasyon ürünlerinin belirlenmesi için gerçekleştirilen analizler, tek bir bileşik veya bileşikler grubuna odaklanma eğilimindedir. İkincil oksidasyon ürün ölçümlerinin diğer bir dezavantajı, birincil ürünlerin yüksek olduğu oksidasyon işleminin ilk aşamasında düzeylerinin oldukça düşük olmasıdır. Ayrıca, birçok gıda sistemlerinde bulunan amin ve sülfidril grupları, örneğin ikincil oksidasyon ürünü olan aldehidlerle reaksiyona girerek bunların konsantrasyonlarını düşürürler. Ancak ikincil oksidasyon ürünlerinin ölçümü ile duyusal analizler arasında iyi bir korelasyon vardır (Semb, 2012).

İleri oksidasyon sonucu oluşan aldehitlerin ölçümüne dayanan anisidin değeri ve tiyobarbitürik asit reaktif maddeleri (TBARS) analizleri ikincil oksidasyon ürünlerinin belirlenmesinde yaygın olarak uygulanan yöntemlerdir. Anisidin değerini ölçen yöntemde, oksidasyon sırasında yağlarda oluşan aldehitler, asetik asit varlığında aldehit ile p-anisidin'in reaksiyona girerek oluşturduğu sarımsı reaksiyon ürünlerinin ölçülmesi ile belirlenir. Oluşan sarımsı bileşiklerin yoğunluğu sadece var olan aldehit bileşiklerinin miktarı ile değil, aynı zamanda yapıları ile ilişkilidir. Karbon zincirindeki bir çift bağ, absorbans değerini dört veya beş kat arttırdığından, oksidasyonda oluşan 2-alkenaller ve dienallerin, anisidin değerine katkısı önemlidir. Bu nedenle, anisidin değeri, yağlarda bulunan aldehidlerden esas olarak 2-alkenals ve 2,4-dienallerin miktarını belirler. Anisidin değeri, izooktan ve p-anisidin ayracı içeren 100 ml çözücüye 1.00 g yağ ilavesiyle hazırlanan çözeltinin absorbansı olarak tanımlanır (Kasbo, 2012).

İleri oksidasyon ürünlerinin belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan Tiyobarbitürik asit reaktif maddeler (TBARS) analizi, lipid oksidasyonunun saptanması için kullanılan en eski yöntemlerden birisidir. Yöntem, tiyobarbitürik asit (TBA) ve doymamış yağ asitlerinden gelen oksidasyon ürünleri tepkimeye girdiğinde 532-535 nm'de kuvvetli bir absorbansa sahip pembe kompleksin oluşmasına dayanmaktadır. Reaksiyon birkaç ikincil oksidasyon ürünü içerebileceğinden, reaksiyona giren ikincil ürünler genellikle TBA ile reaksiyona giren maddeler veya kısaca TBARS olarak adlandırılır (Jardine ve ark.,2002).

Yüksek miktarda kararsız çoklu doymamış yağ asitleri söz konusu olduğunda, oksidatif bozulmaya sebep olan bu oksidasyon reaksiyonlarının incelenmesinin yanı sıra kontrol edilmesi de oldukça önem kazanmaktadır (McClements ve Decker, 2000). Yetişkin ve bebek gıdalarında sentetik antioksidanlar ve demir takviyesi kullanımı kesildikten sonra, balık yağları ve çoklu doymamış bitkisel yağların kullanımının önemi giderek artmaktadır (Frankel, 2014). Bu nedenle, oksidatif stabilitesi; gliseridlerinin doymamışlığının derecesine ve niteliğine, antioksidan içeriğine, prooksidanların varlığına ve saklama koşullarına bağlı olan bu yağların, içerisinde buldukları gıdaların, lezzetini ve kalitesini korumak için, taşıma, işleme ve depolama esnasında daha stabil olması için korunmaya ihtiyaçları vardır (Augustin ve ark., 2006, Kochhar ve Henry, 2009). Doymamış yağ asitlerine sahip bu yağları mikroenkapsülasyon yöntemiyle koruyup, böylece raf ömrünü artırmak ise birçok araştırmacı tarafından kullanılan bir yöntemdir (Koç ve ark., 2008; Minemoto ve ark., 1997; Cerimedo ve ark., 2008; Heinzelmann ve ark., 2000; Selim ve ark., 2000; Liu ve ark., 2010; Carneiro ve ark., 2013; Partanen ve ark., 2008; Tonon ve ark., 2011).

Selim ve arkadaşlarının (2000), amorf polimer matrisler içinde enkapsüle ettiği safran karotenoidlerinin degradasyonu üzerinde yaptığı kinetik çalışmada, dondurarak kurutma yöntemi kullanılıp, enkapsülasyon gerekçesi olarak da oksidasyonun önlenmesi gerekçe gösterilmiştir. Kaplama materyali olarak pullulan/polivinilpirolidon kullanılan bu çalışmada enkapülasyon işleminin, safran karotenoidlerinin oksidasyona karşı kararlılığını artırdığı sonucuna varılmıştır.

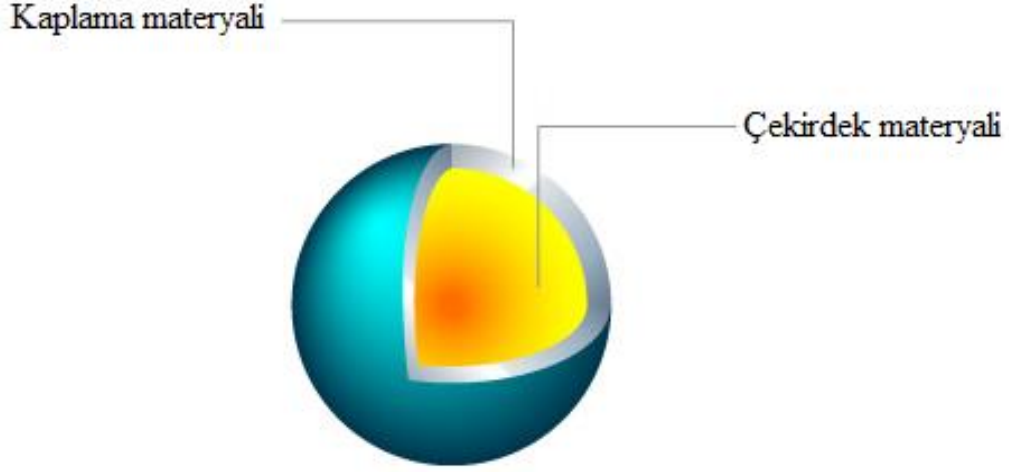
Liu ve arkadaşlarının (2010), keten tohumu yağını jelatin - gam arabik (GA) ile kapsüllediği çalışmada ise emülsiyon verimliliğinde homojenizasyon oranlarının (3,000-15,000 rpm) ve toplam biyopolimer konsantrasyonlarının (1-2% w/v) etkisi ile

duvar matrisini optimize etmek amaçlanmıştır. Kurutulan tozun fizikokimyasal özellikleri ve depolama sırasında oksidasyonu inhibe etmek için kapsül yeteneği değerlendirilmiştir. Homojenizasyon oranları 3000 rpm'den 9000 rpm'e arttıkça kapsülün yapısının küresel mononükleer tipten düzensiz şekilli multinükleer tipe geçtiği, toplam biyopolimer konsantrasyonu % 1'den 2'ye (w/v) yükseltildiğinde de kapsüllerin boyutunun ve kapsüllenmemiş yağların miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Oluşan kapsüllerin % 84 oranında bir kapsülleme etkinliği olup oda sıcaklığında 25 gün boyunca depolandığında, kapsüllenmemiş bir yağla kıyasla birincil ve ikincil oksidatif ürünlerin üretimine karşı koruyucu bir etki gösterdiği ifade edilmiştir.

Partanen ve arkadaşları (2008) peynir altı suyu protein izolatu içinde emülsifiye edilmiş ve püskürtülerek kurutulmuş keten tohumu yağının oksidasyonunda bağıl nem etkisi üzerinde çalışmışlardır. 37°C'de, % ~ 0 - 91 arasında değişen bağıl nemde toz özellikleri ve oksidatif stabilitesini incelemişlerdir. Peroksit değeri ile belirlenen oksidasyon oranının, peynir altı suyu protein izolatu içindeki keten tohumu yağında, izolat içinde olmayan keten tohumu yağına göre daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Peynir altı suyu protein izolatu içinde dağılmış keten tohumu yağı oksidasyonunun ise düşük bağıl nemde de yüksek bağıl nemde de gözlemlendiği belirtilmiştir. Yüksek nemde, matris içyapısında kekleşme benzeri değişiklikler, taramalı elektron mikroskopu ile gözlemlenmiştir. Toz matris içindeki oksidasyonun ise, artan nem ile proteinin artan reaktivitesi ile açıklanabileceği belirtilmiştir.

2.3 Mikroenkapsülasyon

Mikroenkapsülasyon katı, sıvı veya gaz halindeki gıda bileşenlerinin, enzimlerin, hücre ve diğer maddelerin, mikroorganizmaların, protein veya karbonhidrat esaslı bir kaplama materyaliyle paketlenmesi şeklinde tanımlanabilmektedir (Madena ve ark., 2006). Mikroenkapsülasyon tekniğinin gıda endüstrisinde; depolama sırasında oluşabilecek tat ve koku maddelerinin kaybını önlemek, aroma maddeleri arasındaki arzu edilmeyen etkileşimlerin meydana gelmesini engellemek ve meydana gelebilecek oksidatif bozulmaların önüne geçebilmek, aroma maddelerinin ortama salınımını kontrollü bir şekilde sağlamak ve bu salınım hızını kontrol edebilmek gibi bir çok amacı vardır (Kınık ve ark., 2003).



Şekil 2.4 Mikroenkapsülasyonda çekirdek materyali ve kaplama materyali (Özcan ve Altun, 2013).

Çapı birkaç mikrometre ile birkaç milimetre arasında değişen mikrokapsül Şekil 2.4'te de görüldüğü gibi, kabuk ve öz kısımlarından oluşmaktadır. Mikrokapsülün içerisindeki çekirdek materyali; öz (core), iç faz veya dolgu olarak adlandırılırken, kaplama materyali ise kabuk, duvar veya membran olarak ifade edilmektedir (Gökmen ve ark., 2012).

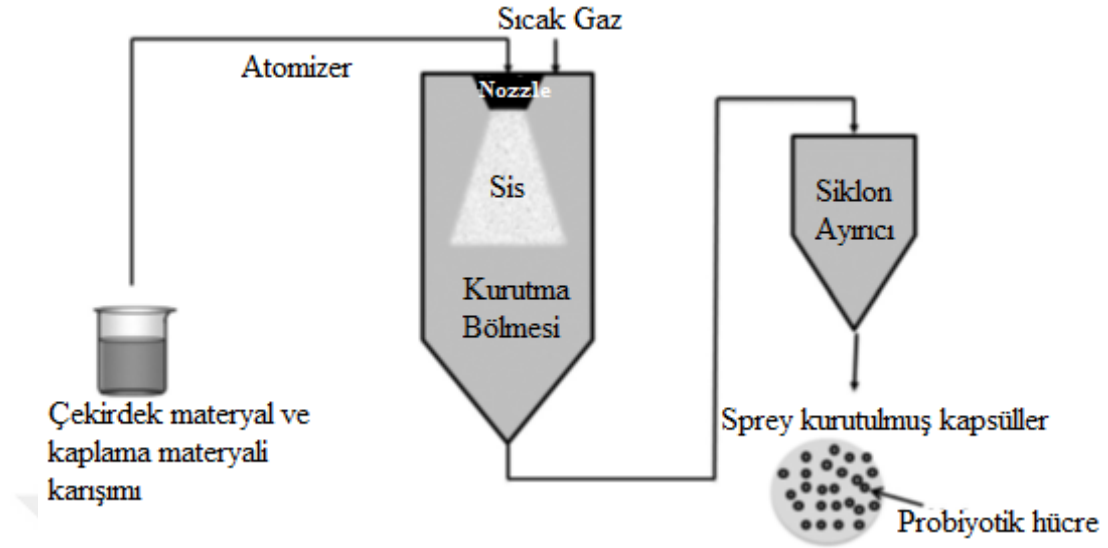
Kaplama materyallerinin içine gıda bileşenlerinin enkapsülasyonu çeşitli yöntemlerle yapılabilir. Kaplanacak olan gıda bileşenine uygulanacak mikroenkapsülasyon işlemi, çekirdek ve kaplama materyalinin fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre seçilmelidir. Püskürtmeli kurutma, püskürtmeli serinletme/soğutma, akışkan yatakta kaplama, ekstrüzyon, dondurarak kurutma (liyofilizasyon), koazervasyon ve kokristalizasyon gibi birçok mikroenkapsülasyon tekniği vardır (Desai ve Jin Park, 2005).

2.3.1 Mikroenkapsülasyon Teknikleri:

a. Püskürtmeli Kurutma Tekniği

Püskürtmeli kurutma, sıvı bir ürünün, hızlı bir şekilde bir toz haline getirilebilmesi için, sıcak gaz akımı ile atomize edildiği bir kurutma işlemidir. Şekil 2.5'te şematik sunumu verilen püskürtmeli kurutma tekniği, suyun uzaklaştırılarak su aktivitesinin azaltılması temeline dayanır. Bu teknikle besleme karışımı ve çalışma koşullarına da bağlı olarak, çok ince parçacıklı tozlar (10-50 μm) veya daha büyük boyutlu parçacıklar (2-3 mm) üretilmektedir (Gharsallaoui ve ark., 2007). Püskürtmeli kurutma tekniğinde çekirdek materyali ve kaplama materyalinden oluşan karışımın dispersiyonu hazırlanır. Hazırlanan dispersiyon homojenize edildikten sonra atomize edilir ve püskürtmeli

kurutma işlemi, elde edilen atomize parçacıkların kurutulmasıyla tamamlanır (Desai ve Jin Park, 2005).



Şekil 2.5 Püskürtmeli kurutma prosesinin şematik sunumu (Burgain ve ark., 2011).

Püskürtmeli kurutma ekonomik ve materyallerin korunması için etkili bir yöntemdir (Gibbs ve ark., 1999), fakat balık yağı, aroma maddeleri gibi sıcaklığa duyarlı olan gıda maddelerinin mikroenkapsülasyonunda püskürtmeli kurutma tekniğinin dezavantajları göz ardı edilmemelidir (Heinzelmann ve ark., 2000). Püskürtmeli kurutma tekniği ile mikroenkapsülasyonun dezavantajları; yapışma tehlikesi, renk ve aroma değişimi olarak sayılabilmektedir (Gökmen ve ark., 2012). Bunun yanı sıra püskürtmeli kurutma tekniği ile mikroenkapsülasyonda, mikrokapsüllerin oksidasyondan daha çok etkilendikleri de araştırmalar sonucunda görülmüştür. Bunun sebebinin ise kaplama materyallerinin kalınlıklarının veya yoğunluklarının düşük olması, dolayısı ile elde edilen toz ürünlerin yüzey alanlarının da çok geniş olması sebebiyle oksidasyona daha açık olması şeklinde açıklanmıştır (Cerimedo ve ark., 2008).

Tonon ve arkadaşları (2011), sprey kurutma ile mikrokapsüllediği keten tohumu yağında emülsiyon bileşimi ve hava giriş sıcaklığının etkisini incelemiştir. Kaplama materyali olarak Gam Arabik'in seçildiği bu çalışmada enkapsülasyon verimliliğinin, yağ konsantrasyonu ve toplam katı madde içeriğinden etkilendiği belirtilmiştir. Yağ konsantrasyonunun daha yüksek, katı madde içeriğinin daha düşük olduğu durumda; daha büyük damlacıklarına sahip ve viskozitesi daha düşük olan emülsiyonların oluştuğu, buna bağlı olarak da kapsülleme etkinliğinin ve veriminin daha düşük olduğu

gözlemlenmiştir. Lipid oksidasyonunun ise enkapsülasyon veriminin düşük olduğu, yüksek yağ konsantrasyonu ve düşük katı içeriğe sahip emülsiyonlar için yüksek olduğu ve hava giriş sıcaklığından etkilendiği ifade edilmiştir. Toz kütle yoğunluğu, düşük hava giriş sıcaklığı ve yüksek katı içeriğine sahip emülsiyon için yüksek bulunmuştur.

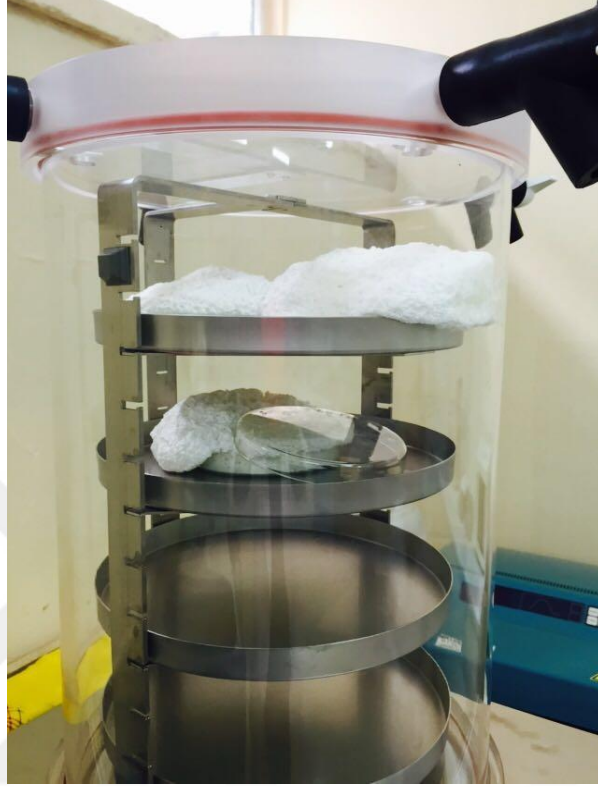
b. Püskürtmeli Soğutma/Serinletme Tekniği

Püskürtmeli soğutma/serinletme tekniğinde de çekirdek materyali ve kaplama materyalinden oluşan karışımın dispersiyonu hazırlanır ve hazırlanan dispersiyon homojenize edilir. Homojenizasyon işleminden sonra beslenen dispersiyonun atomizasyonu sağlanır ve elde edilen partiküller düşük sıcaklıklarda tutulur (Desai ve Jin Park, 2005). Püskürtmeli soğutmada uygulanan sıcaklık 45 – 122 derece arasında iken, püskürtmeli serinletmede 32 – 42 derece gibi daha düşük sıcaklıklarla işlem yapılır (Gibbs ve ark., 1999).

c. Liyofilizasyon (Dondurarak Kurutma) Tekniği

Ürünün dondurulması ve meydana gelen buz kristallerinin süblimleştirilerek üründen uzaklaştırılması temeline dayanan liyofilizasyon ya da dondurarak kurutma, hemen hemen ısıya duyarlı tüm madde ve aromaların dehidratasyonu için kullanılan bir işlemdir (Koç M. ve ark., 2010, Desai ve Jin Park, 2005). Bu işlem suda çözünür esanslar ve doğal aromaların yanı sıra ilaçları da enkapsüle etmek için kullanılmıştır. Uzun süre (genellikle 20 saat) gerektiren dehidratasyon işlemi dışında, dondurarak kurutma, özellikle aroma maddelerinin kapsüllenmesi için uygun olan basit bir tekniktir (Desai ve Jin Park, 2005). Ancak, püskürtmeli kurutma yöntemi ile kıyaslandığında 30 – 50 kat daha pahalı bir teknik olan dondurarak kurutma tekniği sonucunda elde edilen ürünün açık gözenekli yapıya sahip olması ve bu sebeple kabuk ile aktif materyal arasında iyi bir bariyer olamaması dezavantaj olarak karşımıza çıkabilmektedir (Gharsallaoui ve ark., 2007). Buna karşın, aroma kaybının çok düşük olması, elde edilen ürünün rekonstitüsyon özelliklerinin çok iyi olması, çözünen maddelerin gıda içerisindeki hareketi dolayısıyla kayıpların minimum olması, dondurarak kurutma yönteminin önemli avantajları olarak sayılmaktadır. Bunun yanı sıra bu teknikte, donmamış kısımda suyun kristallenmesine bağlı olarak yoğunluğun arttığı, oluşan katı yüzeyin ise şekilsiz olduğu, bu sebeple de difüzyonunu engelleyip geciktirdiği de bilinmektedir (Koç ve ark., 2010).

Bu teknikte çekirdek materyali ve kaplama materyalinden oluşan karışımın dispersiyonu hazırlanır ve disperse edilen bu karışım Şekil 2.6’da gösterildiği gibi liyofilizatörde dondurularak kurutulur (Desai ve Jin Park, 2005).



Şekil 2.6 Liyofilizatörde dondurarak kurutma işlemi görüntüsü

Dondurarak kurutma tekniği; metil linoleat (Minemoto ve ark., 1997), safran karotenoidleri (Selim ve ark., 2000), trans yağ içeriği düşük katı yağ (Cerimedo ve ark., 2008), balık yağı (Heinzelmann ve ark., 2000; Koç ve ark., 2008) gibi materyallerin kapsüllenmesinde kullanılan bir mikroenkapsülasyon tekniği olarak karşımıza çıkmaktadır.

Minemoto ve arkadaşlarının (1997) dondurarak kurutma ve püskürtmeli kurutma kullanılarak yapılan bir enkapsülasyon çalışmasında, dondurarak kurutma yönteminin oksidasyonun geciktirilmesi üzerinde püskürtmeli kurutma yöntemine göre daha etkin bir yöntem olduğu saptanmıştır.

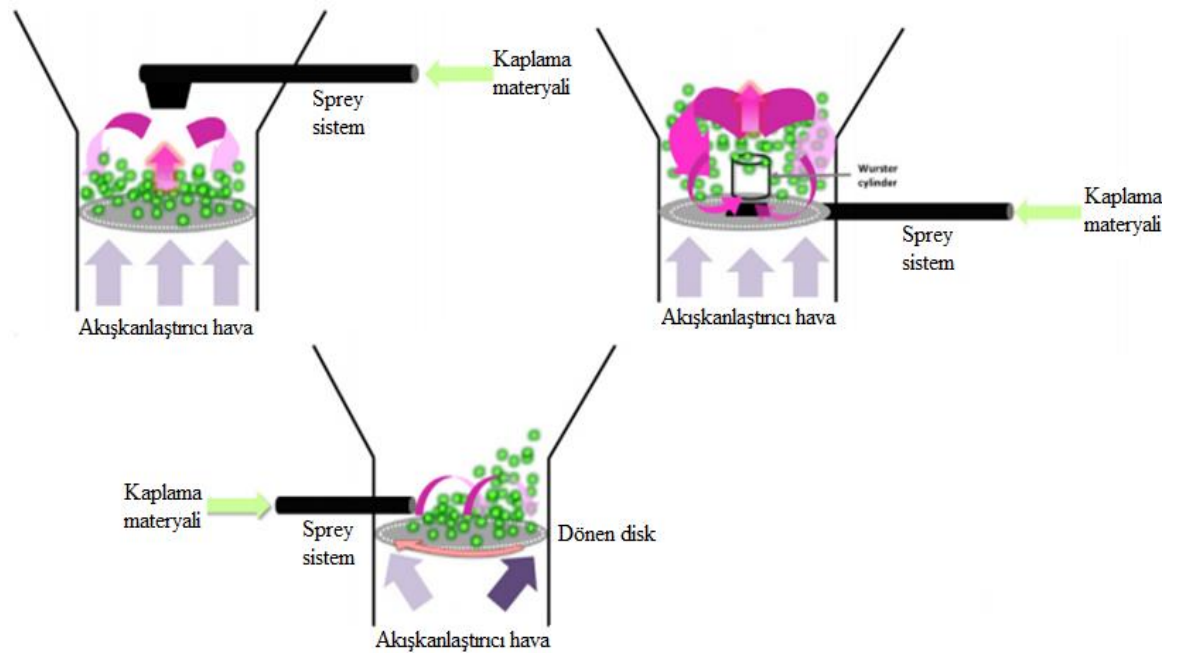
d. Akışkan Yatakta Kaplama Tekniği

Eczacılık sektöründe, ilaçların tadını maskelenmesi, stabilitesinin artması ve etkiyi istenilen bölgede gösterebilmesi amaçlanarak kullanılan akışkan yatakta kaplama tekniğinin, pahalı olması sebebiyle gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılmadığı

bilinmektedir (Koç M. ve ark., 2010). Akışkan yatakta kaplama tekniği; kaplama sıvısının hazırlanması, kaplanacak olan maddenin akışkanlaştırılması ve kaplanacak olan maddenin kaplanması işlemlerine dayanır.

Şematik sunumu Şekil 2.7’de gösterildiği gibi akışkan yatakta kaplama yöntemi üstten püskürtmeli, alttan püskürtmeli ve açılı püskürtmeli olmak üzere 3 farklı yöntemle sahiptir (Desai ve Jin Park, 2005).

Bu yöntemle elde edilen partiküllerin boyutunun ise 50 ve 500 mikron arasında değiştiği bilinmektedir (Gibbs ve ark., 1999).



Şekil 2.7 Akışkan yatakta kaplama tekniğinin şematik sunumu (Burgain ve ark., 2011).

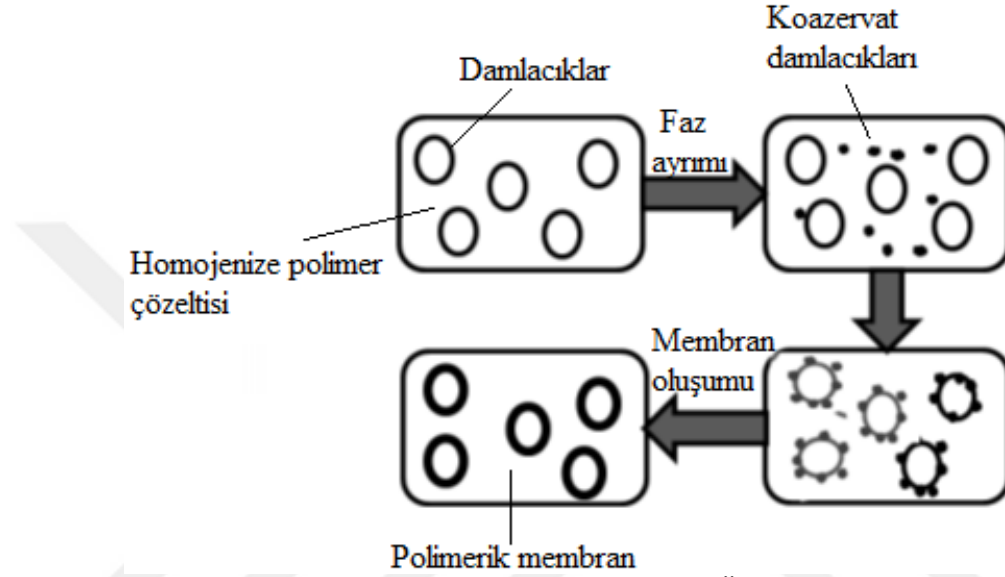
e. Kokristalizasyon Tekniği

Kokristalizasyon tekniği diğer enkapsülasyon prosesleri ile karşılaştırıldığında ekonomik ve esnek bir alternatif sunar (Madene ve ark., 2006). Kokristalizasyon tekniği; süper doymun sakkaroz sıvısının hazırlanması, çekirdek materyalinin süper doymun sıvıya eklenmesi ve sıvının sakkarozun kristalizasyon sıcaklığına ulaşması ile gerekli ısının emilimi ile gerçekleştirilir (Desai ve Jin Park, 2005).

f. Koazervasyon (Birlikte Faz Oluşturma) Tekniği

Koazervasyon, kolloidal çözeltilerde ortaya çıkan bir olay olup, genellikle enkapsülasyonun asıl yöntemi olarak kabul edilir (Madene ve ark., 2006).

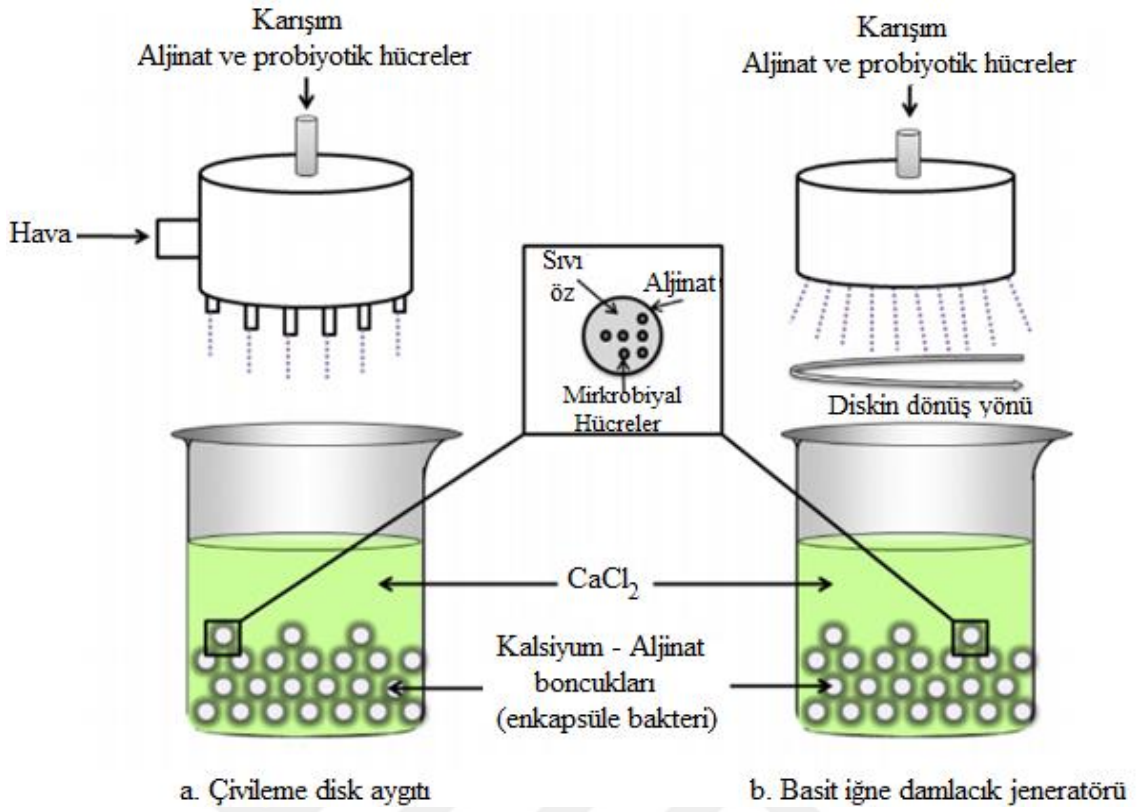
Koazervasyon ya da birlikte faz oluşturma tekniği olarak adlandırılan bu teknikte, Şekil 2.8’de görüldüğü gibi öncelikle birbirine karışmayan üçlü kimyasal sıvı bir faz oluşturulur. Sonrasında kaplama materyali dinlendirilir ve ardından kaplama materyali katılaştırılarak koazervasyon işlemi tamamlanır (Desai ve Jin Park, 2005). Ancak bu tekniğin, maliyetinin yüksek olması ve işleminin çok karmaşık olması sebebiyle gıda endüstrisinde sık kullanılmadığı bilinmektedir (Koç ve ark., 2010).



Şekil 2.8 Koazervasyon/faz ayırma yöntemi (Özcan ve Altun, 2013).

g. Ekstrüzyon Tekniği

Şematik sunumu Şekil 2.9’deki gibi olan ekstrüzyon tekniğinde, ilk olarak eritilmiş kaplama sıvısı hazırlanır. Erimiş polimerle kaplanacak maddenin dispersiyonu sağlanır. Kaplama maddesi - kaplanacak madde dispersiyonunun soğutulması veya dehidre edici sıvı içerisinden geçirilmesi ile işlem son bulur (Desai ve Jin Park, 2005). Bu teknikle özellikle aroma maddelerinin enkapsülasyonunda oksidasyona dayanıklı ürünlerin elde edildiği bilinmektedir (Koç ve ark., 2010).



Şekil 2.9 Ekstrüzyon tekniğinin şematik sunumu (Burgain ve ark., 2011).

2.3.2 Kaplama Materyali ve Özellikleri

Mikroenkapsülasyon işleminde kaplama materyali olarak genellikle jelatin, peynir altı suyu proteinleri, kazein ve kazeinatlar gibi proteinler; nişasta, maltodekstrin, pullulan, sakkaroz, maltoz gibi karbonhidratlar, ve gam arabik gibi gamlar tercih edilmektedir (Koç ve ark., 2010).

Kaplama materyalinin bileşimi mikrokapsülün fonksiyonel özelliklerinin en önemli belirleyicisidir ve kaplama materyalleri aşağıdaki bazı özelliklere sahip olmalıdır.

1. Yüksek konsantrasyonda reolojik özellikleri iyi olmalı ve kapsülleme işlemi esnasında kolay işlenebilmelidir.
2. Emülsiyon ve dispersiyon özelliği olmalıdır ve ayrıca emülsiyon stabilitesi yüksek olmalıdır.
3. Çekirdek materyal ile kaplama işlemi esnasında ve depolama sırasında çekirdek materyalin özelliğini bozacak şekilde reaksiyona girmemelidir.
4. Kaplama, işleme ve depolama sırasında çekirdek materyalini kendi bünyesinde tutabilme kabiliyeti yüksek olmalıdır.

5. Tam kurutma veya diğer desolventizasyon koşulları altında, kapsülleme işlemi sırasında kullanılan solvent ya da diğer malzemeleri serbest bırakabilmelidir.
6. Çevresel koşullara (oksijen, ısı, ışık, nem) karşı aktif materyale maksimum koruma sağlamalıdır.
7. Gıda endüstrisinde kabul edilen çözücüler içerisinde çözünebilmelidir (su, etanol vb.).
8. Aktif çekirdek materyalleri ile kimyasal reaksiyona girmemelidir.
9. Ucuz olmalıdır (Desai ve Jin Park, 2005).

Koç ve arkadaşlarının (2008), balık yağının dondurarak kurutma yöntemiyle mikroenkapsüle edilmesi üzerine yaptığı çalışmada, balık yağının oksidasyonunun önlenmesi veya geciktirilmesi amaçlanmıştır. Kaplama materyali olarak protein ve karbonhidrat esaslı jelatin, laktoz, sakkaroz ve pullulan kullanılıp, metot olarak da dondurarak kurutma tekniği seçilmiştir. Serbest (kaplanmamış) yağ asidi miktarının tespitiyle belirlenen mikroenkapsülasyon verimi, laktoz ve pullulan için incelenip, laktozun pullulana göre daha yüksek mikroenkapsülasyon verimi sağladığı tespit edilmiştir. Bu durumun, pullulanın pelet yapısından ve laktozun yarattığı mikrokapsüllerin depolama sırasında kırılmış olma olasılığından kaynaklanabileceği sonucuna varılmıştır.

Kaushik ve Roos'un (2007), dondurarak kurutma yöntemi ile yaptığı enkapsülasyon çalışmasında çekirdek materyali olarak limonen, kaplama materyali olarak da gam arabik, sakkaroz ve jelatin gibi farklı materyaller tercih edilmiştir. Enkapsülasyon gerekçesi olarak aromanın korunması sebep gösterilen bu çalışmada limonenin dondurarak kurutma yöntemi ile enkapsülasyonunda, mükemmel emülsifikasyon ve film oluşturması özelliğiyle dikkatleri üzerine çeken gam arabikin limonenin enkapsülasyonunda en etkin kaplama materyali olduğu sonucuna varılmıştır.

Yağların mikroenkapsülasyonunda kullanılacak kaplama materyali, emülsifiye etme ve dehidratasyon yeteneğine sahip olmalıdır, bu kapsamda sodyum kazeinat ve serum protein konsantrasyonları bu yeteneklere sahip materyallerdir (Keogh ve O'Kennedy, 1999).

2.3.2.1 Sodyum Kazeinat

Asit kazeinin sodyum hidroksit ile tepkimeye girmesi sonucu elde edildiđi bilinen sodyum kazeinat, Őekil 2.10’da grldđ gibi krem-beyaz renkte olup, toz haline getirildikten sonra satıŐa sunulmaktadır (Balkır P., 2006).



Őekil 2.10 Sodyum kazeinat grnts

Bir st proteini olan sodyum kazeinat kıvamı iyileŐtirmekte, yađ ve suyu birbirine bađlamaktadır. Ayrıca yađ partikllerini kçltc etkisiyle grnm olumlu ynde etkileyen sodyum kazeinat, emlsifiyer ve stabilizr olarak gıda endstrisinde yaygın bir Őekilde kullanılmaktadır (Vega ve ark., 2005; Erdođrul ve Ergn, 2004).

Enkapslasyon iŐleminde kaplama materyali olarak sıkŐa karŐımıza Őıkan sodyum kazeinatın kullanıldıđı birŐok ŐalıŐmanın mevcut olduđu bilinmektedir (KoŐ ve ark., 2010).

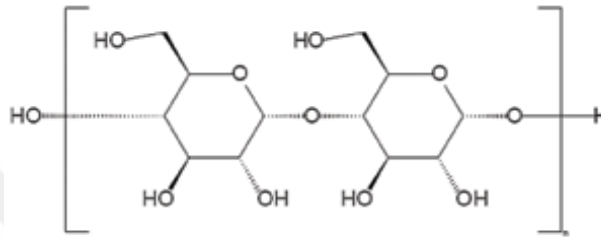
Fldt ve Bergensthl’in (1996) Őekirdek materyali olarak soya yađını kullandıđı enkapslasyon ŐalıŐmasında yksek enkapslasyon verimi sađlayan sodyum kazeinatın, peynir altı suyu proteinlerinden daha iyi bir kaplama materyali olduđu sonucuna varılmıŐtır.

Cerimedo ve arkadaşlarının (2008) trans yađ iŐeriđi dŐk katı yađın oksidasyonunu nlemek iŐin yaptıđı bir enkapslasyon ŐalıŐmasında ise kaplama materyali olarak palmitik sakkaroz esterini ve sodyum kazeinat, yntem olarak da dondurarak kurutma yntemi tercih edilmiŐtir. Yapılan bu ŐalıŐmada enkapslasyon etkinliđinde emlsifiyerlerin gçl bir rol oynadıđı ve sodyum kazeinat formlasyonunun depolama sırasında Őekirdek materyalini korumada daha etkili olduđu gzlemlenmiŐtir.

2.3.2.2 Maltodekstrin

Mikroenkapslasyon teknolojisinde nemli bir kaplama materyali olan maltodekstrin; mısır niŐastasının asidik veya enzimatik yntemle, kısmi hidrolizi sonucunda elde edilir

(Madene ve ark., 2006). 100 °C gibi yüksek bir sıcaklıkta ve 4.00–5.00 pH koşullarında nişastanın α amilaz ünitelerine parçalanması işlemi sonunda mısır nişastası ile birlikte elde edilen maltodekstrin, kristalleştirici olmayan, ucuz, neredeyse tatsız bir materyal olmakla birlikte gıda ve ilaç sanayiinde taşıyıcı olarak görev yaptığından oldukça yaygın kullanıma sahiptir (Kaçar, A., & Şahan, N. 2003; Carareto N.D.D ve ark., 2010). Yüzey aktif bileşikler olduğu bilinen maltodekstrinler düşük viskoziteye sahiptir ve yapılan çalışmalar sonucunda maltodekstrinlerin, mikroenkapsüle edilmiş yağlarda iyi bir oksidatif stabilite sağladığı gözlemlenmiştir (Koç ve ark., 2010). Maltodekstrinin kimyasal yapısı ise Şekil 2.11’de gösterilmiştir.



Şekil 2.11 Maltodekstrinin kimyasal yapısı (Carareto N.D.D ve ark., 2010).

Carneiro ve arkadaşlarının (2013) keten tohumu yağı üzerinde yaptığı enkapsülasyon çalışmasında; farklı kaplama materyallerinin kombinasyonları kullanılarak, sprey kurutma ile mikrokapsülenmiş keten tohumu yağının oksidatif stabilitesi ve enkapsülasyon verimliliği üzerinde durulmuştur. Kaplama materyali olarak ise Hi-Cap ve Kapsül TA olmak üzere iki adet modifiye nişasta, maltodekstrin (MD), peynir altı suyu protein konsantresi (WPC) ve gum (GA) kullanılmıştır. Yapılan bu çalışmada enkapsülasyon verimi en yüksek olan kaplama materyalinin MD ve Hi-Cap kombinasyonu olduğu, MD ve WPC karışımının ise depolamada oksidasyona karşı koruyucu etki yaptığı ifade edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre keten tohumu yağının mikrokapsülasyonu için; oksidatif stabilitesinin, kapsülleme etkinliği ve veriminin daha iyi olması sebebiyle MD, WPC Hi-Cap karışımı alternatif bir kaplama materyali olarak önerilmiştir.

2.4 Yoğurt

Fermente bir süt ürünü olan ve ilk olarak Türkler tarafından yapıldığı bilinen yoğurt, dünyada insanların beslenmesinde önemli bir rol oynamaktadır (Özdemir ve Bodur, 1994) ve Türk Gıda Kodeksi tarafından, fermantasyonda spesifik olarak *Streptococcus thermophilus* ve *Lactobacillus delbrueckii subsp. bulgaricus* kültürlerinin kullanıldığı fermente bir süt ürünü olarak tanımlanmaktadır. Bu *Streptococcus thermophilus* ve

Lactobacillus delbrueckii subsp. bulgaricus kültürleri, yoğurt üretiminde laktozun parçalanarak asit üretilmesinden, ekzopolisakkarit üreterek tekstür oluşumundan ve yoğurdun kendine özgü aromasını oluşturmaktan sorumludur (Chaves ve ark., 2002).

Endüstriyel üretimde, yoğurt üretim prosesi sahip olduğu bir takım farklılıklardan dolayı, set tipi yoğurt ve stir tipi yoğurt olmak üzere iki farklı grupta ele alınabilmektedir. Set tipi yoğurtta paketlenildikten sonra fermantasyon gerçekleşirken, stir tip yoğurtta fermantasyon paketleme işleminden önce neredeyse bitmiş durumdadır. Yoğurt prosesi genel olarak; süt standardizasyonu, homojenizasyon, pastörizasyon, soğutma, inokülasyon, inkübasyon ve paketleme aşamalarını kapsamaktadır. (Walstra ve ark., 2006). Ülkemizde yoğurt üretiminin pastörizasyon aşamasında genellikle yüksek sıcaklık ve kısa süre uygulamasının kullanıldığı bilinmektedir (Atamer ve Yetişmeyen, 1986). Ayrıca yoğurt sütüne uygulanan bu ısıl işlemin, sütteki serum proteinlerini denatüre ettiği, kazeinle etkileşerek yoğurtta yapının ve viskozitenin gelişmesini sağladığı, su salmayı engellediği bilinmektedir (Walstra ve ark., 2006).

Yoğurtlarda önemli bir kalite parametresi olan fiziksel özellikler göz önüne alındığında, pıhtı stabilitesi önemli bir rol oynamakta ve buna bağlı olarak su salma ciddi bir problem haline gelmektedir (Küçükakgöl ve ark., 2009). Daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde; karbonhidrat esaslı yağ ikame maddesi kullanımının yağsız yoğurdun konsistens ve viskozitesini artırdığı, serum ayrılmasını azalttığı ve duyu özelliklerini olumlu yönde etkilediği (Kömürlü ve ark., 2005); yoğurt üretiminde kullanılan proteinlerin tampon ve su bağlama özelliği nedeniyle pıhtı stabilitesini artırdığı gözlemlenmiştir. Bu amaçla protein miktarının artırılıp su salmanın engellenmesi ve istenilen yapıda yoğurt oluşması için standartlara uygun oranda kuru madde eklenebilmekte (Güven ve Karaca 2003) ve özellikle son yıllarda gıdalarda besleyiciliğin ve kalitenin artırılması, gıdaların fonksiyonel özelliklerin iyileştirilmesi amacıyla zenginleştirilme yapılmaktadır.

Ayrıca, yoğurdun fonksiyonel özelliklerine olan ilgi fazla olsa da reolojik ve duyu özellikler de fiziksel özellikler gibi birer kalite parametresi olup, ürünün tüketici tarafından kabul görmesi açısından önem taşımaktadır (Kumar ve Mishra, 2004). Bu kapsamda laktik asit bakterileri aktivitesi sonucu azalan pH değeri de ürünün yapı ve lezzetini etkileyeceğinden oldukça önem kazanmaktadır. Bir gıdanın duyu olarak kabul görmesi onun bir takım duyu özellikleri ile ilişkilidir. Renk ise tüketici

tarafından önemli rol oynayan ve ilk fark edilen özelliştir. Bu nedenle Hunter L,a,b ve CIELAB skalalarının yaygın olarak kullanıldığı renk ölçümlerinde hassas renk ölçüm cihazları kullanılmaktadır.

Diğer bir yandan fermente süt ürünlerinde temel biyokimyasal reaksiyonlar ise hidroliz, oksidasyon, lipoliz ve proteoliz şeklinde sıralanabilmektedir. Bu reaksiyonların belirli bir düzeyin üstünde olmasının tat ve kokuda bozulmaya sebep oldukları bilinmektedir. Özellikle kalitenin bozulmasına neden olan lipit oksidasyonu gıdalarda oluşan temel kimyasal reaksiyonlardan biridir ve lipit oksidasyonunun önlenmesi süt - süt ürünleri gibi gıdalarda, kalitenin korunmasında ve raf ömrünün uzatılmasında önemli bir faktördür (Oymael, 2008). Süt ve süt ürünlerinin oksidatif stabilitesi, yağ asitlerinin doymamışlık ölçüsüne, metal iyonlarının ve antioksidanların miktarına bağlı olarak etkilenen antioksidatif ve pro-oksidatif reaksiyonların dengesi sonucu meydana gelmektedir (Smet et al., 2008) ve yoğurtlarda oksidatif stabilitenin peroksit sayısı, anisidin değeri ve TBA yöntemiyle incelendiği çalışmalar mevcuttur.

2.5 Raf Ömrü

Bir ürünün tüketici tarafından kullanılabilir olduğu depolama süreci, raf ömrü olarak tanımlanabilmektedir (Armutak ve Bayındırlı, 1995). Gıdalarda raf ömrünü uzatmak için uygulanan işlemler, bozulmaya neden olan etmenleri sınırlama veya tamamen ortadan kaldırma prensibine dayanmaktadır. Bu amaçla kullanılan yöntemler ise tek başına kullanılabileceği gibi, bir arada veya ardışık olarak da kullanılabilir. Gıdaların raf ömrü, proses öncesi ve depolama sırasındaki sıcaklık, bağıl nem, oksijen ve ışık gibi etkenlerin yanında; proses sırasında besin değerindeki kayıplar ile renk, tat ve koku, tekstür değişimlerine de bağlıdır. Gıdaların raf ömrünü belirleyen çevresel faktörler ise bağıl nem, ışık şiddeti ve oksijen kısmi basıncı şeklinde sıralanırken, bileşimsel faktörleri pH, su aktivitesi, oksidasyon - redüksiyon potansiyeli ve mikrobiyal yük olarak sıralayabilmek mümkündür (Gökmen ve Öztan, 1995).

Bir gıda maddesinin raf ömrü belirlenirken, ilk olarak çalışılan ürünün formülasyonu göz önünde bulundurularak proses için kaliteye etki eden parametreler ve mikrobiyolojik kriterler belirlenir. Hammadde ve katkı maddeleri ele alınarak kalite kaybını en çok etkileyen kimyasal reaksiyon mekanizması saptanır, ürüne uygun kullanılacak ambalaj materyali seçilir, depolama sıcaklıkları belirlenir (ki bunun için en az iki ayrı sıcaklık seçilmelidir.) ve test sıcaklığında ürünün ne kadar süre tutulması

gerektiđi belirlenir. Ayrıca her test sıcaklıđı için hangi analizlerin ne sıklıkla yapılacađı saptanır (Taoukis ve Labuza 1996).

Bravi ve arkadaşları (2011) keten tohumu yağlarını koyu yeşil cam şişelerde 4°C'de karanlıkta, oda sıcaklığında karanlıkta ve oda sıcaklığında ışığa maruz bir şekilde depolayarak yaptıkları çalışmada karanlık ve düşük sıcaklıkta depolamanın keten tohumu yağını oksidatif bozunmaya karşı daha iyi koruduđunu belirtmişlerdir.

Gıdalarda kalite kaybını en çok etkileyen reaksiyonlardan biri olan oksidasyon, organizmada olumsuz fizyolojik etkilere sahip olabilen serbest radikal oluşumunu teşvik etmenin yanı sıra, hoş olmayan tat ve kokuların oluşmasına ve dolayısıyla ürünün raf ömrünün azalmasına neden olmaktadır. Bu amaçla yağların mikrokapsülasyonu ile doymamış yağ asitlerini lipit oksidasyona karşı korumak, raf ömrünü uzatan bir alternatif olarak kabul edilmiştir (Tonon ve ark., 2011). Bu kapsamda enkapsülasyon çalışmasında kullanılacak kaplama materyallerinin çekirdek materyalini koruyacak şekilde seçilmesi de oldukça önemli hale gelmiştir.

Mikroenkapsülasyon işleminin keten tohumu yağının oksidatif stabilitesi üzerine etkisinin incelendiđi bir çalışmada; keten tohumu yağları farklı oranlarda soya lesitini ve ksantan gam ile karıştırılmış ve (28±2°C)'de 10 hafta depolanmıştır. Oksidasyona karşı güçlü bir fiziksel bariyer olduđu belirlenen uygun formülasyona, stabil bir keten tohumu yađı damlacıđı ve yüksek mikroenkapsülasyon verimi incelenerek karar verilmiştir (Omar ve ark., 2009).

Raf ömrü çalışmalarının genel kuralları dikkate alındığında, keten tohumu yađı ile zenginleştirilmiş yođurtlarda yapılan bu çalışmada lipit oksidasyonu depolama süresini kısıtlayacak en önemli reaksiyonlardan biri olduğundan, çalışma oksidatif stabilitenin incelenmesi üzerine kurulmuştur.

3. MATERYAL ve METOT

3.1. Materyal

3.1.1 Keten Tohumu Yağı

Çalışmada, hiçbir karışım ve koruyucu içermeyen, Gaziantep'in Nizip ilçesinde soğuk pres yöntemiyle üretilen Origo marka keten tohumu yağı kullanılmıştır. Şekil 3.1'de görüldüğü gibi amber renkli cam şişelerde gönderilen keten tohumu yağları çalışmada kullanılabilecek kadar karanlık ve serin bir yerde muhafaza edilmiştir.



Şekil 3.1 Amber renkli cam şişelerde keten tohumu yağı.

3.1.2 Sodyum Kazeinat ve Maltodekstrin

Kaplama materyali olarak kullanılan maltodekstrin ve sodyum kazeinat Kimbiotek Kimyevi Maddeler San. Tic. A.Ş.'den temin edilmiş, çalışmada kullanılabilecek kadar karanlık ve serin bir yerde depolanmıştır.

3.1.3 Süt

Yoğurt üretimi için Pınar marka yağsız UHT süt kullanılmıştır.

3.1.4 Starter Kültür

Starter kültür olarak kullanılan *Streptococcus thermophilus* ve *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* karışımı Chr. Hansen Gıda San. Tic. A.Ş.'den temin edilmiştir. Temin edilen starter kültür uygulamada kullanılmaya kadar -18°C'de muhafaza edilmiştir.

3.1.5 Çalışmada Kullanılan Çözeltiler ve Ayraçlar

Çalışmada kullanılan tüm kimyasallar ve çözenler analitik saflıkta olup Sigma ve Merck firmalarından sağlanmıştır.

p-anisidin ayracı

0,5 g p-anisidin tartılıp hacim 100 mL'ye asetik asitle tamamlanmıştır.

Amonyum tiyosiyanat solüsyonu

30 g amonyum tiyosiyanat tartılıp hacim 100 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır.

Demir II Klorit solüsyonu

FeSO₄.7H₂O solüsyonuna çok yavaş bir şekilde BaCl₂.2H₂O eklenmiştir. Bu karışıma 2 mL 10 N HCl ilave edildikten sonra çöken BaSO₄ (baryum sülfat) filtre edilerek uzaklaştırılmıştır. Elde edilen berrak sıvı karanlıkta amber renkli şişelerde depolanmıştır.

a) *BaCl₂.2H₂O hazırlanması:* 0,4 gram BaCl₂.2H₂O (baryum klorür di hidrat) 50 mL suda çözülerek hazırlanmıştır.

b) *FeSO₄.7H₂O hazırlanması:* 0,5 gram FeSO₄.7H₂O (demir sülfat hepta hidrat) 50 mL suda çözülerek hazırlanmıştır.

%15'lik triklorasetik asit (TCA)

15 g TCA tartılıp hacim 100 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır.

Tiyobarbütirik asit (TBA) (0,06 M)

0,43 g TBA tartılıp hacim 100 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır.

3.2 Metot

3.2.1 Keten Tohumu Yağının Mikroenkapsülasyonu

Keten tohumu yağlarının mikroenkapsülasyonu için su, keten tohumu yağı, maltodekstrin ve sodyum kazeinat ile 6 farklı kombinasyonda emülsiyonlar hazırlanmış (Çizelge 3.1) ve hazırlanan emülsiyonlar dondurularak kurutulmuştur. Mikroenkapsüllerin hazırlanmasında kullanılan aşamaların ayrıntıları aşağıda açıklanmıştır.

Çizelge 3.1 Mikroenkapsülasyonda kullanılan formülasyonlar

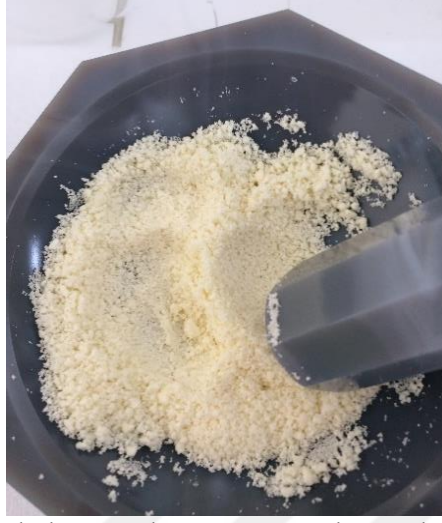
<i>Kod</i>	<i>Formülasyon Kaplama/Çekirdek Materyali</i>	<i>Bileşime Giren Oranlar (Ağırlıkça)</i>
1:1	1 maltodekstrin – 1 sodyum kazeinat; 2 yağ	(%5 maltodekstrin, %5 sodyum kazeinat, %10 yağ, %80 su)
2:1	1 maltodekstrin, 1 sodyum kazeinat, 1 yağ	(%10 maltodekstrin, %10 sodyum kazeinat, %10 yağ, %70 su)
3:1	2 maltodekstrin, 1 sodyum kazeinat, 1 yağ	(%20 maltodekstrin, %10 sodyum kazeinat, %10 yağ, %60 su)
4:1 – A	4 maltodekstrin, 1 yağ	(%40 maltodekstrin, %10 yağ, %50su)
4:1 – B	5 maltodekstrin, 3 sodyum kazeinat, 2 yağ	(%25 maltodekstrin, %15 sodyum kazeinat, %10 yağ, %50 su)
4:1 – C	2 maltodekstrin, 2 sodyum kazeinat, 1 yağ	(%20 maltodekstrin, %20 sodyum kazeinat, %10 yağ, %50 su)

- a. **Emülsiyonun Hazırlanması ve Homojenizasyon:** Tüm emülsiyonlar hazırlanırken öncelikle maltodekstrin su içinde tamamen çözdürülmüş ve karışıma sodyum kazeinat ilave edilerek karıştırılmıştır. Ardından keten tohumu yağı damla damla ilave edilerek karışım WiseTis marka ultraturrax aracılığıyla homojenize edilmiştir.
- b. **Dondurma:** Dondurma, $-22 - -24^{\circ}\text{C}$ 'de yavaş dondurma işlemi ile gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla hazırlanan emülsiyon ağzı kapaklı cam petrilere ince bir tabaka halinde yayılıp bir gece $-22 - -24^{\circ}\text{C}$ 'de dondurulmuştur.
- c. **Dondurarak Kurutma:** Kurutma işlemi Şekil 3.2'de görülen Scanvac marka liyofilizatörde -109°C 'de, 0,030 mbar basınçta 10 saatte gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2 Liyofilizatör cihazı.

Liyofilizatörden çıkan ürünler Şekil 3.3'te görüldüğü gibi havan yardımıyla öğütülerek toz haline getirilmiştir.



Şekil 3.3 Mikroenkapsüle keten tohumu yağının havanda öğütülürken görüntüsü.

Mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı 2 tekerrürlü olarak üretilmiştir. Kurutulmuş mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağları denemelerde kullanılıncaya kadar desikatör içerisinde +4°C'de muhafaza edilmiştir.

3.2.2 Yoğurt Üretimi

Yoğurt üretiminde UHT yöntemiyle üretilmiş sterilize yağsız süt kullanılmıştır. Süt, 50°C'ye getirildikten sonra eşit miktarda 3 ayrı kaba bölünmüştür. Her bir kaba sırasıyla, %2 oranında mikrokapsüllenmiş keten tohumu yağı, keten tohumu yağı + kaplama materyalleri karışımı ve %1.34 oranında sadece kaplama materyalleri karışımı eklenmiştir. Sadece kaplama materyali karışımını içeren yoğurt sütü kontrol grubu olarak kullanılmıştır. Yoğurt sütlerinin hazırlanmasına ilişkin deneme deseni Çizelge 3.2'de, akım şeması ise Şekil 3.4'te verilmiştir.

Çizelge 3.2 Yoğurt sütlerinin hazırlanmasına ilişkin deneme deseni

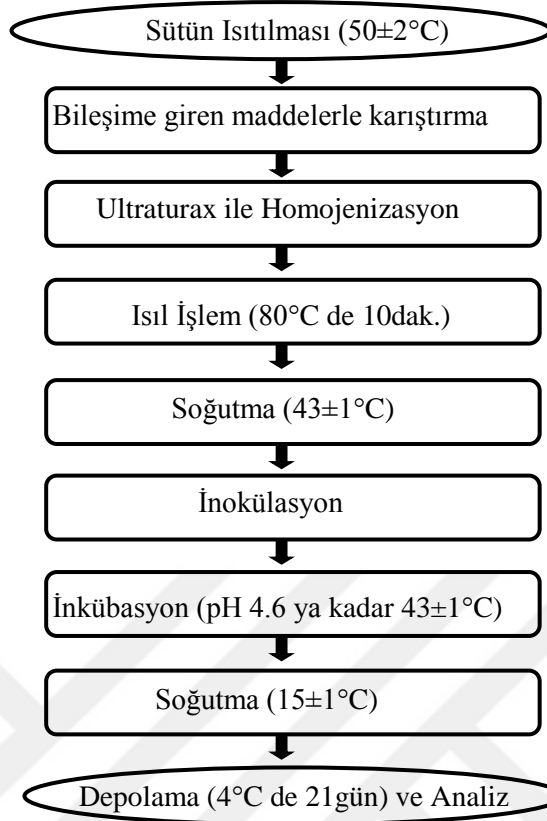
Bileşime giren maddeler	Katılma oranı (%)	Ürün kodu*		
		Kontrol	Yağ	Enkap. yağ
Süt (g)		3946,4	3919,6	3919,6
Maltodeksrin (g)	0,67	26,8	26,8	-
Kazein (g)	0,67	26,8	26,8	-
Keten tohumu yağı (g)	0,67	-	26,8	-
MKY** (g)	2	-	-	80,4

*Kontrol: Kontrol grubu yoğurt;

Yağ: keten tohumu yağı ve kaplama materyali ilaveli yoğurt;

Enkap. yağ: mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı ilaveli yoğurt.

**MKY: mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı



Şekil 3.4 Yoğurt üretimi.

Hazırlanan yoğurt sütü karışımları ultraturaks ile homojenize edildikten sonra, 80°C 'de 10 dakika ısıl işlem uygulanmış ve sıcaklık hızla $43 - 45^{\circ}\text{C}$ 'ye düşürülüp, sütlere %2 oranında (2 g/100 mL) starter kültür (*Streptococcus thermophilus* ve *Lactobacillus delbrueckii subsp. bulgaricus* karışımı) ilave edilmiştir. Ardından her bir parti kodlanmış, 100'er mL'lik kaplara bölünüp 43°C 'de, pH 4.5 - 4.6'ya düşünceye kadar inkübasyona bırakılmıştır (Şekil 3.5).



Şekil 3.5 Yoğurtların inkübatördeki görüntüsü.

İnkübasyon sonrasında yoğurtların sıcaklığı kısa sürede oda sıcaklığına düşürülerek ardından +4°C’de depolanmıştır (Şekil 3.6).



Şekil 3.6 Yoğurtların buzdolabındaki görüntüsü.

Yoğurt üretimleri üç tekerrürlü olarak gerçekleştirilmiş ve üretimin 1, 7, 14 ve 21. günlerinde aşağıda belirtilen analizler yapılmıştır.

3.2.3 Enkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yağlarında Yapılan Analizler

3.2.3.1 Emülsiyon Stabilitesi

Oluşturulan emülsiyonlar 25 mL’lik ölçü silindirine alınıp oda sıcaklığında 24 saat boyunca, ilk 6 saat saat başı, son 18 saat ise 6 saatte bir olmak üzere belli aralıklarla kontrol edilerek faz ayrımı olup olmadığına bakılmıştır.

3.2.3.2 Enkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yağı Tozlarında Serbest Yağ İçeriği ve Enkapsülasyonun Etkinliği

Ağız kapaklı cam vialer 2 g mikrokapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozu ve 15 mL hekzan ilave edilmiş ve oda sıcaklığında 10 dakika boyunca karıştırılarak yüzeydeki serbest yağ ekstrakte edilmiştir. Karışım, Whatman no.1 filtre kağıdından filtre edilmiş ve filtre kağıdı üzerinde toplanan toz, üç kez 20 mL hekzan ile yıkanmıştır. Filtrat temiz ve darası alınmış balona aktarılmış ve rotary evaporatörde vakum altında çözgen uzaklaştırılmıştır. Yağ içeren balon 105°C’de sabit bir ağırlığa gelinceye kadar kurutulup tartılmış ve bu tartımla balonun darası arasındaki farktan % serbest yüzey yağı miktarı gravimetrik olarak hesaplanmıştır. Keten tohumu yağı uçucu olmadığından,

toplam yağ % başlangıçtaki yağa eşit olacağından enkapsülasyon etkinliği aşağıdaki eşitlikten hesaplanmıştır (Tonon ve ark., 2011):

$$\text{Enkapsülasyon Etkinliği} = \left[\frac{\text{Toplam Yağ} - \text{Yüzey Yağı}}{\text{Toplam Yağ}} \right] * 100 \quad [3.1]$$

3.2.3.3 Damlacık Boyut Analizi

Emülsiyon stabilitesi ve enkapsülasyon etkinliği göz önünde bulundurularak belirlenen uygun formülasyon 4:1 - C (2 sodyum kazeinat, 2 maltodekstrin, 1 yağ)'de damlacık boyut analizi, lazer difraksiyon tekniği ile, Şekil 3.7'de gösterilen tek küvetli Malvern Zetasizer (Nano series - Nano ZS) cihazı kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.7 Malvern Zetasizer (Nano series - Nano ZS) cihazı.

Damlacık boyutları 25°C'de, 173°'lik açı ile ölçülmüştür. 0,1 nm ile 10.000 nm arası ölçüm yapan bu cihazda, örnek üzerine lazer ışınları gönderilerek, lazer ışınlarının kırılıp yansması detektörlerle incelenmekte ve saçılan ışığın açısı ile şiddeti, örneğin damlacık boyut dağılımını belirlemektedir. Çalışılan formülasyonun damlacık boyutunu ölçebilmek için hazırlanan emülsiyondan çok az bir miktar alınıp %99'luk etanol içinde çözülmüştür (Carneiro ve ark, 2013). Çözücü olan etanolün kırılma indisi 1,36 ve emülsiyon içerisinde kırılma indisi en büyük olan maltodekstrinin kırılma indisi 1,67 değerleri, ölçüm yapılmadan cihaza kaydedilmiştir. Ardından hazırlanan her bir çözelti küvet (disposable sizing cuvette) içine konularak okuma yapılmış ve damlacık çapları nm cinsinden bulunmuştur.

3.2.3.4 Su Aktivitesi

Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozlarının su aktivitesi Şekil 3.8’de gösterilen Novasina marka su aktivitesi cihazı ile belirlenmiştir.



Şekil 3.8 Su aktivitesi cihazı.

3.2.3.5 Nem Tayini

Mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozlarının nem içeriği 70°C’de, Şekil 3.9’da gösterilen vakum etüvde sabit tartıma gelinceye kadar kurutulup gravimetrik olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.9 Vakum etüv.

3.2.4 Mikroenkapsüle Edilmiş ve Edilmemiş Keten Tohumu Yağlarının Oksidatif Stabilitésinin Belirlenmesi

Mikroenkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağları Şekil 3.10'da görüldüğü gibi amber renkli ağız kapaklı cam şişelere tepe boşluğu olmayacak şekilde doldurulmuş, 30 ve 40°C'de 10 hafta depolanmıştır. Depolama denemesi 3 paralelli olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.10 Etüvde, amber renkli şişeler içerisinde keten tohumu yağı ve mikroenkapsüle keten tohumu yağı

Farklı sıcaklıklarda depolanmış mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozu ve keten tohumu yağından her hafta kapağı açılmamış viallerden alınarak, alınan örneklerin peroksit ve anisidin değerleri ölçülmüş ve toplam oksidasyon değerleri hesaplanarak oksidatif stabiliteleri izlenmiştir. Mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağı tozunda peroksit ve anisidin değerlerinin belirlenebilmesi için öncelikle mikrokapsüllerden aşağıdaki yöntemle yağ ekstrakte edilmiştir.

3.2.4.1 Mikroenkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yağı Tozundan Yağ Ekstraksiyonu

Keten tohumu yağı tozundan test tüplerine 1 gram tartılmış ve üzerine 4 mL 40°C'deki ılık su eklenip tozun çözünmesi için 2 dakika karıştırılmıştır. Karışıma, 3:1 oranında hazırlanan hekzan/izopropanol çözelisinden 45 mL eklenmiş ve 15 dakika orbital karıştırıcıda 400 rpmde karıştırılmıştır. Test tüpleri karıştırma sonrası 3000 rpmde 4 dakika santrifüj edilip organik fazın ayrılması sağlanmıştır. Organik faz Şekil 3.11'de

gösterilen rotary evaparatörde uzaklaştırıldıktan sonra kalan yağ, peroksit ve anisidin analizlerinde kullanılmıştır (Bae ve Lee, 2008).



Şekil 3.11 Rotary evaparatör.

3.2.4.2 Peroksit Değerinin (PD) Belirlenmesi

Keten tohumu yağı ve mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağından ekstrakte edilen yağdan 0,1-0,3 gram alınacak ve üzerlerine 9,6 mL kloroform/metanol (7:3) karışımı ilave edilmiştir. Karışımlara, 50'şer μL demir (II) klorit ve amonyum tiyosiyanat solüsyonu eklenmiştir. Örnekler kısa bir süre vortekslelendikten sonra tam 5 dakika karanlıkta bekletilmiş ve spektrofotometrede 500 nm dalga boyunda absorbans ölçümü yapılmıştır (Partanen ve ark., 2008). Örneklerdeki hidroperoksit derişimi, 1-25 $\mu\text{g/mL}$ arasında değişen düzeyde Fe^{+3} içeren çözeltilerle hazırlanan, hazırlama yöntemi aşağıda açıklanan kalibrasyon eğrisinden hesaplanmıştır (Shantha and Decker, 1994).

$$PD \text{ (mEq peroksit/kg örnek)} = \frac{A_{sm} - A_{bl}}{55,84 \times 2 \times m \times W_{sm}} \quad [3.2]$$

A_{sm} : 500 nm'deki örnek absorbansı

A_{bl} : 500 nm'deki kör absorbansı

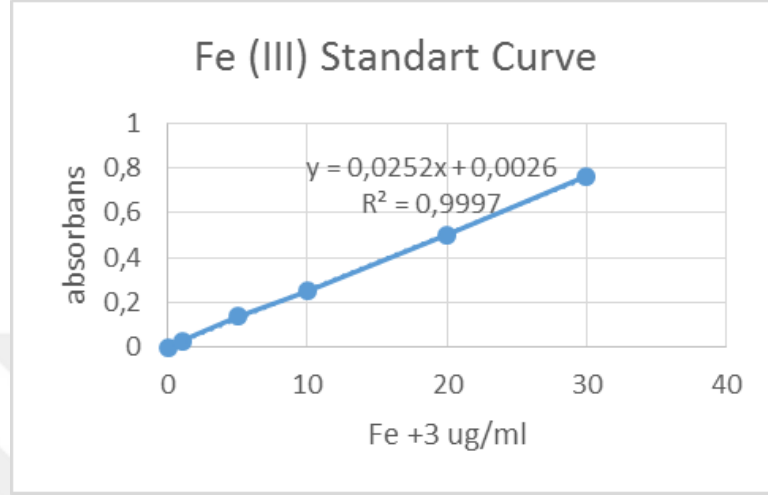
55.84: Demirin (Fe) atomik kütlesi

m : Fe^{+3} içeren çözeltilerle hazırlanan kalibrasyon eğrisinin eğimi

W_{sm} : Tartılan örnek kütlesi

Kalibrasyon Eğrisinin Hazırlanması: Demir (III) klorür ile mL'sinde 10 μg Fe olacak şekilde stok çözelti hazırlanmıştır. 0,5 gram demir (III) klorür 50 mL 10 N HCl içerisinde çözülmüştür. Ardından 1-2 mL %30'luk H_2O_2 (hidrojen peroksit) eklenerek 5

dakika kaynatılıp oda sıcaklığına soğutulmuştur. 500 mL'ye saf su ile tamamlanmıştır. Elde edilen bu stok çözeltilerden 1 mL alınıp 7:3 klorofom-metanol çözeltisi(kör) ile 100 mL'ye tamamlanmıştır. Gerekli seyreltmeler yapılarak 1-30 µg/ml arasında değişen düzeyde Fe⁺³ içeren çözeltilerle hazırlanan Şekil 3.12'de gösterilen kalibrasyon eğrisi çizilmiştir.



Şekil 3.12 Demir III standart kalibrasyon eğrisi.

3.2.4.3 Anisidin Değerinin (AD) Belirlenmesi

Anisidin değerinin belirlenmesinde, American Oil Chemists Society (AOCS) tarafından önerilen resmi yöntem uygulanmıştır (Estrada ve ark., 2011). Bu amaçla 25 mL'lik balon jöjeye 1g yağ örneği tartılarak %99.8 lik 2, 2, 4 – trimetilpentan ile hacim 25 mL tamamlanmıştır. Bu solüsyonun absorbansı (A_b) 350 nm dalga boyunda sadece çözen içeren köre karşı okunmuştur. Daha sonra bu yağ içeren solüsyondan test tüplerine 5 mL alınmıştır. Ayrıca 2 nci bir test tüpüne yine tam 5 mL çözen eklenmiştir. Bu her iki tüpe 1'er ml %99 luk p-anisidin ayracı eklenip tüpler şiddetli bir şekilde karıştırılmış ve tam 10. dakikada yağ içeren solüsyonun absorbansı (A_s), ikinci tüpteki çözen içeren köre karşı spektrofotometerde 350 nm dalga boyunda okunmuştur.

Anisidin değeri (AD) aşağıdaki eşitlikten hesaplanmıştır.

$$AD = \frac{25 \times (1.2 \times A_s - A_b)}{m} \quad [3.3]$$

A_s = yağ içeren solüsyon+1 ml p-anisidin ayracının absorbansı

A_b = yağ içeren solüsyonun absorbansı

m = Yağ miktarı (g)

3.2.5 Keten Tohumu Yağının Yoğurt Ortamındaki Oksidatif Stabilitésinin Belirlenmesi

Bu amaçla +4°C’de depolanan tüm yoğurt örneklerinde, depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde, peroksit, tiyobarbütirik asit reaktifi maddelerin (TBARS) düzeyi ve anisidin değerleri belirlenmiştir. Peroksit ve anisidin değerlerinin belirlenmesinde yukarıda belirtilen yöntemler kullanılmış, ancak bu analizler öncesinde yoğurt örneklerinden aşağıdaki yöntemle yağ ekstrakte edilmiştir. TBARS yöntemi ise aşağıda açıklanmıştır.

3.2.5.1 Süt yağı ekstraksiyonu

Yaklaşık 70 g yoğurt örneğine 200 mL 1:1 oranındaki kloroform: metanol karışımı eklenip örnek homojenize edilmiştir. Bu karışıma 100 mL kloroform eklenip 2 dakika daha homojenize edildikten sonra ayırma hunisi kullanılarak fazların ayrılması beklenmiştir.



Şekil 3.13 Ayırma hunisindeki yoğurtta faz ayrımı görüntüsü.

Şekil 3.13’te görülen kloroform ve prespite proteinleri içeren orta ve alttaki fazlar filitre edilerek prespite partiküller uzaklaştırılmıştır. Filtrat ise, susuz Na₂SO₄ tan geçirilerek filitre edilmiş ve filitre kağıdının üzerindeki Na₂SO₄ 3 kez 10’ar mL toplam 30 mL kloroformla yıkanmıştır. Elde edilen lipid ekstraktı rotary evaporatörde yaklaşık 50°C’de vakum altında kurutulmuş ve yağ 5mL’lik kahverengi renkli viallere konularak azot altında analiz edilinceye kadar -18°C’de depolanmıştır (Meshref, 2008).

3.2.5.2 Tiyobarbütirik asit reaktifi maddelerin (TBARS) analizi

Yoğurt örneğinden 10 g alınarak üzerine 10 mL destile su ve 10 mL %15 lik triklorasetik asit eklenip bir dakika WiseTis marka homojenizatör ile homojenize edilmiştir. Homojenize edilen karışım Whatman No4 filitre kağıdı kullanılarak filitre edildikten sonra, filtrattan 6 mL alınıp üzerine 2 mL 0,06 M tiyobarbütirik asit eklenmiştir. Karışım kaynar su banyosunda 45 dakika tutulup, buz banyosunda hızla soğutulduktan sonra spektrofotometrede 450 ve 532 nm dalga boyundaki absorbanları ölçülmüştür. TBARS düzeyi absorban birimi/g olarak ifade edilmiştir. (Ouattara ve ark., 2002).

3.2.6 Yoğurt Analizleri

3.2.6.1 Serum Ayrılması

Serum ayrılmasını belirlemek için, Gasse ve Frank (1991) tarafından tanımlanan yöntem kullanılmıştır. Bu amaçla, 25 g yoğurt örneği ıslatılmış kaba filtre kağıdı ile kaplanmış huni üzerine konulmuş ve düzenek buzdolabı sıcaklığında Şekil 3.14'te gösterildiği gibi, 3 saat tutulduktan sonra kaba filtre kağıdından geçerek ayrılan serumun hacmi (mL) ölçülmüştür.

Serum ayrılması analizleri her bir yoğurt örneğinde depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde yapılmıştır.



Şekil 3.14 Buzdolabında serum ayrılması için bekletilen yoğurt örnekleri.

3.2.6.2 pH Tayini

Depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde yoğurt örneklerinin pH'ları 4 ve 7 pH'lı tampon çözeltilerle kalibre edilmiş Hanna Instruments (HI 2221) marka, Şekil 3.15'te gösterilen pH metre cihazı kullanılarak ölçülmüştür.



Şekil 3.15 pH metre cihazı.

3.2.6.3 Renk Analizi

Farklı formülasyonla hazırlanan yoğurtlardan depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde alınan örneklerde renk ölçümleri, Şekil 3.16'da gösterilen Konica Minolta CM-600 (Konica Minolta Sensing Europe Belgium) marka renk tayin cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Renk ölçüm sonuçları, örneklerin üç farklı noktasında okunan renk değerlerinin ortalaması alınarak verilmiştir. Ölçümler yapılmadan önce cihaz beyaz seramik kalibrasyon plakası ile kalibre edilmiş ve renk ölçümünde CIE L*a*b* sistemi kullanılarak L*, a* ve b* değerleri belirlenmiştir.



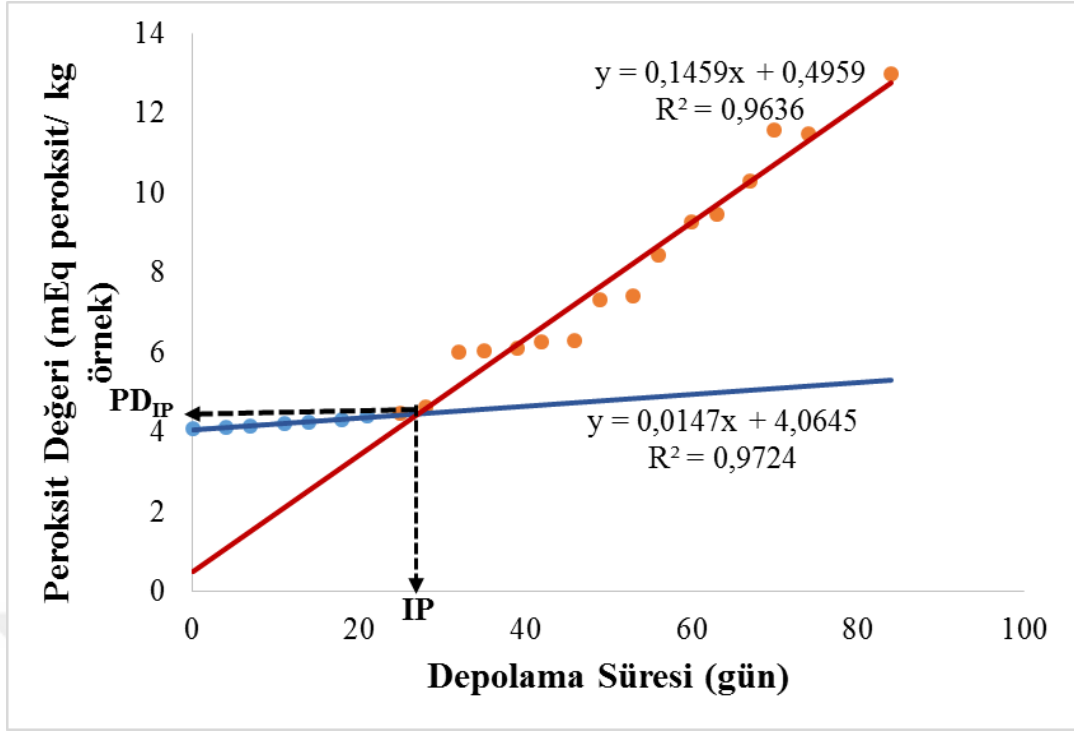
Şekil 3.16 Renk ölçüm cihazı.

3.2.6.4 Yağ Asitleri Kompozisyonu

Depolamanın 1 ve 21. günlerinde alınan yoğurt örneklerinden yağ ekstrakte edildikten sonra, ekstrakte edilen yağın, yağ asitlerinin metil esterleri türevleri hazırlanarak, hazırlanan metil esterleri gaz kromatografinde, alev iyonizasyon dedektör kullanılarak analiz edilmiştir. Yağ asidi metil esterlerinin düzeyi, ölçülen toplam yağ asidi metil esterlerinin yüzdesi ile ifade edilmiştir (IUPAC, 1992). Yoğurtlarda yağ asitleri kompozisyonu hizmet alımı ile Sivas Gıda Kontrol Laboratuvarı tarafından yapılmıştır.

3.2.7 Depolama Örneklerinde Lipit Oksidasyonunun Matematiksel Modellemesi

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının depolamadaki kararlılığı 30 ve 40°C’de oksidasyonun ilk aşamasında oluşan hidroperoksit ve ikinci aşamada oluşan anisidin değerlerindeki değişim izlenerek belirlenmiştir. Depolama süresi boyunca bu iki parametredeki değişimi anlamak ve açıklamayı basitleştirmek için, daha önce zeytin yağı (Gómez-Alonso ve ark., 2004; Farhoosh ve Hoseini-Yazdi, 2013) ve perilla yağında (Shim ve Lee, 2011) kullanılan matematiksel yaklaşım kullanılmıştır. Bu amaçla, her iki sıcaklıkta depolama süresi boyunca elde edilen hidroperoksit ve anisidin değerlerindeki değişime ilişkin kinetik eğriler çizilmiştir. Peroksit değerleri plato değerine ulaşıncaya kadar, anisidin değerlerinde ise tüm depolama süresi boyunca çizilen eğriler ayırt edilebilen iki aşamaya ayrılmıştır. Ayırt edilen bu aşamalardan eğimi düşük olan aşama oksidasyonun başlama aşaması, yüksek eğimli aşama ise, gelişme aşaması olarak değerlendirilmiş ve bu aralıklar iki düz çizgi ile donatılarak iki doğrusal bölgeye ayrılmıştır (Şekil 3.17). Peroksit ve anisidin eğrilerinde iki doğrusal çizginin kesişme noktaları, başlama zamanı (IP) ve bu noktadaki peroksit ve anisidin değerlerini açıklamada kullanılmıştır. Peroksit ve anisidin için başlama zamanları sırasıyla IP_{PD} ve IP_{AD} harfleri ile ifade edilmiştir. Başlangıç aşamasındaki (IP) peroksit ve anisidin değerleri ise, sırasıyla PD_{IP} ve AD_{IP} şeklinde tanımlanmıştır.



Şekil 3.17 30°C de keten tohumu yağında oksidasyon başlama aşamasının ölçümleri.

Başlama aşamasının öncesi ve sonrası değişimler, sıfırıncı derece reaksiyon kinetiği ile açıklanmıştır. Başlama aşaması öncesi peroksit ve anisidin değerlerindeki değişimi açıklamada, okside olabilen substrat derişimine bağlı olmayan [3.4] ve [3.5] nolu eşitlikler, başlama aşaması sonrası değişimleri açıklanmada ise, başlama aşaması sabitleri ile birleştirilerek türetilen [3.6] ve [3.7] nolu eşitlikler kullanılmıştır.

$$PD_{IP} = PD_0 + k_{1PD}(IP_{PD}) \quad [3.4]$$

$$AD_{IP} = AD_0 + k_{1AD}(IP_{AD}) \quad [3.5]$$

$$PD = PD_{IP} + k_{2PD}(t - IP_{PD}) = PD_0 + k_{1PD}(IP_{PD}) + k_{2PD}(t - IP_{PD}) \quad [3.6]$$

$$AD = AD_{IP} + k_{2AD}(t - IP_{AD}) = AD_0 + k_{1AD}(IP_{AD}) + k_{2AD}(t - IP_{AD}) \quad [3.7]$$

Eşitliklerde yer alan;

PD_{IP}: Oksidasyonun başlama aşamasındaki peroksit düzeyi; **AD_{IP}**: Oksidasyonun başlama aşamasındaki anisidin değeri; **PD₀**: Depolama denemesi başında enkapsüle edilmiş veya edilmemiş keten tohumu yağlarında ölçülen hidroperoksit derişimi; **AD₀**: Depolama denemesi başında enkapsüle edilmiş veya edilmemiş keten tohumu yağlarında ölçülen anisin düzeyi; **IP_{PD}**: hidroperoksitlerin başlama zamanı; **IP_{AD}**: Anisidin başlama zamanı; **PD**: oksidasyonun başlama aşamasından sonra depolamanın belli bir anındaki peroksit düzeyi; **AD**: oksidasyonun başlama

aşamasından sonra depolamanın belli bir anındaki anisin düzeyini; **k_{1PD}**: Oksidasyonun başlama aşamasında hidroperoksitlerin oluşumuna ilişkin hız sabiti; **k_{1AD}**: Oksidasyonun başlama aşamasında anisidin oluşumuna ilişkin hız sabiti; **k_{2PV}**: Oksidasyonun gelişme aşamasında hidroperoksitlerin oluşumuna ilişkin hız sabiti; **k_{2AD}**: Oksidasyonun gelişme aşamasında anisidin oluşumuna ilişkin hız sabitini ifade etmektedir.

Çalışmada modellerin gözlemlenen verilere uygunluğunun belirlenmesi amacıyla regresyon katsayısı (R^2), ortalama hata karenin karekökü (RMSE), yanlılık (Bias; B_f) ve doğruluk (accuracy; A_f) faktörleri, hesaplanmıştır. RMSE, B_f ve A_f değerleri aşağıdaki eşitlikler kullanılarak hesaplanmıştır.

$$RSME = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_i - G_i)^2}{n}} \quad [3.8]$$

T_i : modelle tahmin edilen değer

G_i : gözlemlenen değer

n: Gözlem sayısı

$$B_f = 10 \frac{\sum (\log T_i - \log G_i)}{n} \quad [3.9]$$

$$A_f = 10 \frac{\sum |\log T_i - \log G_i|}{n} \quad [3.10]$$

Çalışmada ayrıca, enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında peroksit değerlerinin depolamadaki değişimi aşağıda verilen sigmoidal model kullanılarak açıklanmıştır (Aragao ve ark., 2008).

$$PD(t) = PD_0 + [a(T) - PD_0] \times \left\{ \frac{1}{1 + \exp\{k_{cf}(T)[t_{cf}(T) - t]\}} - \frac{1}{1 + \exp\{k_{cf}(T)t_{cf}(T)\}} \right\} \quad [3.11]$$

Burada, **a (T)**:, uygulan sıcaklığa bağlı olarak peroksitlerin engelsiz olarak oluştuğunda ulaşacağı asimtot değerini; **k_{cf} (T)**: Üstel gelişme bölgesinde oksidasyon eğrisinin dikliğini temsil eden bir hız parametresini; **t_{cf} (T)**: Çalışma aralığında, peroksit sentezinin bükülme noktasını işaret eden süreyi ifade etmektedir.

Eşitlik [3.11]'in sağ tarafında yer alan en son terim, “t=0 olduğunda, PD(0)=PD₀” koşulunu sağlamak için eklenmiştir.

3.2.8 İstatistiksel Analiz

Yoğurt örneklerinde faktörlerin test edilen bağımlı değişkenler üzerine etkisi STATISCA paket program (1995) kullanılarak varyans analizi ile incelenmiştir. Varyans analiz sonuçlarının önemli bulunması durumunda hangi gruplar arasında fark olduğu çoklu karşılaştırma testlerinden en küçük önemli fark testi uygulanarak belirlenmiştir ($p<0,05$).



4.BULGULAR ve TARTIŞMA

Çalışmada çoklu doymamış yağ asitlerine sahip keten tohumu yağının, maltodekstrin ve sodyum kazeinatla kaplanarak oksidasyonunu geciktirmek amaçlanmıştır. 30 ve 40°C’lerde depolanan keten tohumu/mikroenkapsüle keten tohumu yağlarının raf ömrü, +4°C’de muhafaza edilen yoğurt içerisindeki oksidatif stabiliteleri araştırılmıştır.

Bu amaçla ilk olarak keten tohumu yağı dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edilmiştir. Enkapsülasyon işleminde kullanılacak formülasyona 3 aşamada karar verilmiştir. İlk aşamada hazırlanan emülsiyonların emülsiyon stabilitesi, ikinci aşamada iyi stabilite gösteren formülasyonlar ile üretilen mikroenkapsüle keten tohumu yağlarının enkapsülasyon etkinliği incelenmiştir. Üçüncü aşamada ise yüksek emülsiyon stabilitesi ve en yüksek etkinliğe sahip formülasyon doğrultusunda hazırlanan emülsiyonlarda damlacık boyutu incelenmiştir.

4.1 Emülsiyon Stabilitesi:

Emülsiyonlar, birbiri ile karışmayan, biri diğerinde küçük küresel damlacıklar formunda dağılabilen iki sıvıdan oluşmaktadır. Emülsiyon, yağ ve su fazları arasındaki yüzey alanını arttırmak için gerekli olan pozitif serbest enerji nedeniyle termodinamik olarak kararsız bir sistemdir. Buna bağlı olarak da zamanla, emülsiyonlar, yüksek yoğunluktan daha düşük yoğunluktaki sisteme ayrılma eğilimindedir (Coupland ve McClements, 1996). Birçok enkapsülasyon yönteminin en önemli aşamalarından biri olan emülsiyon hazırlama işleminin amacı stabil bir emülsiyon oluşturmaktır.

Çizelge 4.1 Emülsiyon stabilitesi ve enkapsülasyon etkinliği bulguları

<i>Formülasyon Kodları*</i>	<i>Faz ayrımı gözlenme süresi (saat)</i>	<i>Kıvam**</i>	<i>Enkapsülasyon Etkinliği (%)***</i>
1:1	1	Çok az kıvamlı	-
2:1	18	Kıvamlı	43,29
3:1	24	Çok kıvamlı	74,04
4:1-A	2	Az kıvamlı	-
4:1-B	24	Çok kıvamlı	76,22
4:1-C	24	Çok kıvamlı	85,42

* Bu kodların ayrıntıları Çizelge 3.1’de verilmiştir.

**Duyusal olarak belirlenmiştir.

*** (-) işaretli olan formülasyonlarda stabilite yetersiz olduğu için inceleme yapılmamıştır.

Bu çalışmada enkapsülasyon etkinliğini etkileyen en önemli faktörlerden biri olan emülsiyon stabilitesi, 6 farklı formülasyonda hazırlanan emülsiyonlarda faz ayrımı olup

olmadığına ve duyuşal olarak belirlenen kıvama bakılarak belirlenmiş olup sonuçlar Çizelge 4.1'de gösterilmiştir.

Farklı formülasyonlarda hazırlanan emülsiyonların emülsiyon stabilitesi incelendiğinde, emülsiyonlardaki kaplama materyali oranları ve buna bağılı olarak kıvamları arttıka emülsiyonların daha stabil olduđu gözlemlenmiştir. Ayrıca kaplama materyali olarak tek başına maltodekstrin kullanılan (4:1-A) emülsiyonlarda, faz ayrımı 24 saat dolmadan gözlemlenmiş olduğundan stabilite bakımından en zayıf özelliğı göstermiştir. Bu durum daha önce yapılan araştırmalarda belirtildiğı gibi, maltodekstrinlerin enkapsüle edilmiş yağı oksidasyondan iyi koruması fakat emülsiyon oluşturma özelliklerinin düşük olması ile açıklanabilmektedir (Gharsallaoui ve ark., 2007).

Emülsiyon özelliğinin zamanla meydana gelen değışimlere karşı gösterdiği direnç, yani emülsiyon stabilitesi; kaplama materyali özelliğine, damlacık boyutuna, viskoziteye, katı madde içeriğine, yağ konsantrasyonuna bağılı olduğu yapılan çalışmalarda belirtilmiştir (Carneiro ve ark., 2013, Güngör ve ark., 2013, Gökmen S ve ark., 2012; Desai ve Park, 2005). Emülsiyonların stabilitesini belirlemek amacıyla yaygın olarak kullanılan Stokes eşitliğı incelendiğinde, emülsiyon stabilitesindeki bozulma hızının; damlacık boyutu ve yoğunluk farkı azaldıkça, viskozite arttıka azaldığı görülmektedir.

$$V_s = \frac{\Delta p \cdot r^2 \cdot g}{18\eta} \quad [4.1]$$

Burada V_s , kremalanma hızı, Δp yoğunluk, r damlacık çapı, g yerçekimi ivmesi, η ise viskoziteyi göstermektedir (Taoukis ve Labuza, 1996). Yapmış olduğumuz çalışmada da emülsiyonların viskozitesi ölçülmemiş olmasına karşın viskozite ile ilişkili olan ve duyuşal olarak belirlemiş olduğumuz emülsiyon kıvamındaki artış emülsiyon stabilitesinin artmasını sağlamıştır.

4.2 Yüzeyde Serbest Yağ İçeriğı ve Enkapsülasyon Etkinliğı:

Enkapsülasyon etkinliğı, sadece mikrokapsüllerin yüzeyinde mevcut olan kapsüllenmemiş yağı değıl, aynı zamanda kapsül yüzeyi incelik deforme olduğunda yüzey yakınından çıkarılmış yağ oranını da yansıtmaktadır (Estrada ve ark., 2011).

Bu çalışmada enkapsülasyon etkinliğı, toplam yağdan yüzey yağı çıkarılarak hesaplanmış olup, keten tohumu yağı uçucu olmadığı için toplam yağın başlangıçtaki

yağa eşit olduğu kabul edilmiştir. Enkapsülasyon etkinliği 24 saat boyunca stabil kalan 4 farklı formülasyonda incelenmiştir ve sonuçlar Çizelge 4.1’de verilmiştir.

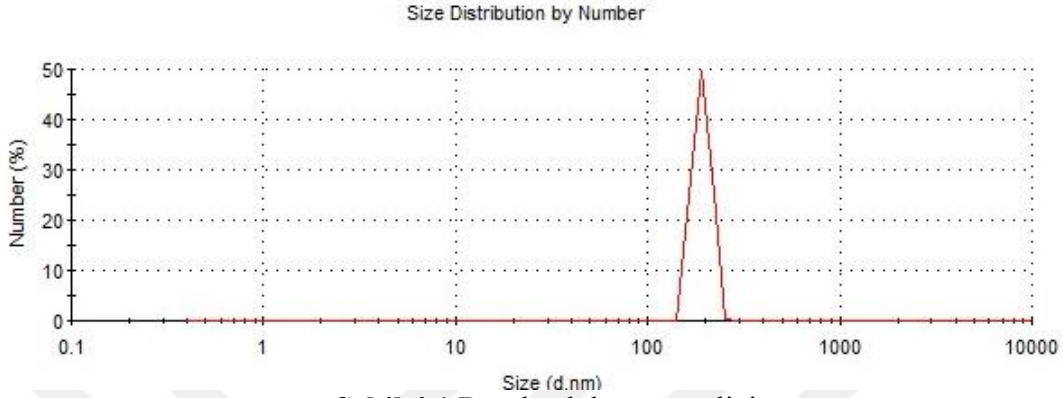
Yaptığımız deneyler sonucunda kaplama materyali/çekirdek materyali(yağ) oranı ve emülsiyonların kıvamı arttıkça enkapsülasyon etkinliğinin de arttığı görülmüştür (Çizelge 4.1). Kaplama materyali/yağ oranı aynı olan (4:1-B–4:1-C) iki formülasyonda, bileşime giren sodyum kazeinat oranının artması (4:1-C) enkapsülasyon etkinliğini artırırken, maltodekstrin oranının artmasının (4:1-B) enkapsülasyon etkinliğini azalttığı gözlemlenmiştir. Bu durum maltodekstrinin emülsiyon oluşturma özelliğinin düşük olması ile açıklanabilir (Gharsallaoui ve ark., 2007, Estrada ve ark., 2011).

Daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde de, benzer şekilde enkapsülasyon etkinliğinin kaplama materyali/yağ oranına, kaplama materyalinin türüne, viskoziteye ve emülsiyon stabilitesi, dolayısı ile de emülsiyon damlacık boyutuna bağlı olduğu belirtilmiştir (Güngör Ö. ve ark; 2013, Tonon ve ark., 2011, Minemoto ve ark., 2002, Hogan ve ark., 2001, Omar ve ark., 2009, Carneiro ve ark., 2013). Yağ konsantrasyonu ve enkapsülasyon etkinliğinin ters orantılı olduğu, yağ miktarı arttıkça verimin düştüğü bir çok çalışmada gözlemlenmiştir (Tonon ve ark., 2011, Minemoto ve ark., 2002) Bizim çalışmamızda da 2:1, 3:1, 4:1-A ve 4:1-B kodlu örneklerin enkapsülasyon etkinlikleri karşılaştırıldığında, yağ içeriği en yüksek olan 2:1 kodlu örnekte en düşük enkapsülasyon etkinliği elde edilmiştir (Çizelge 4.1). Farklı formülasyonlarda hazırladığımız emülsiyonlarda, kıvam arttıkça veya kaplama materyali/yağ oranı arttıkça enkapsülasyon etkinliğinin artması; atomize damlaların içindeki yağ damlacıklarının difüzyonunu azaltıp, partikül yüzeyine yağın göçünü zorlaştırmasıyla açıklanabilmektedir. Aynı zamanda kaplama materyali oranının artması, damlacık boyutunu da küçülteceğinden enkapsülasyon etkinliğini artırdığı bilinmektedir (Hogan ve ark., 2001, Tonon ve ark., 2011). Diğer bir yandan daha yüksek kaplama materyali oranı, daha kısa sürede kabuk oluşturacağından kapsüllerin yüzeyine yağ difüzyonunun zorlaştırılmasını sağlamaktadır (Tonon ve ark., 2011).

4.3 Emülsiyon Damlacık Boyut Özelliği

Keten tohumunun oksidasyona karşı korunmasını hedefleyen bu çalışmada, emülsiyon damlacık boyutunun oksidasyon üzerindeki önemi bilinmektedir. Emülsiyon damlacık boyutu büyüdükçe kapsüllenmeyen yağ miktarı artacağından oksidasyonun daha hızlı gerçekleşeceği yapılan çalışmalarda belirtilmiştir (Minemoto ve ark., 2002).

Çalışmada 4:1-C ile kodlanan %50 su, %10 keten tohumu yağı, %20 maltodekstrin ve %20sodyum kazeinat içeren formülasyonda damlacık boyut analizi 3 tekerrürlü olarak yapılmış, damlacıkların boyutları; Şekil 4.1'de görüldüğü gibi 176,47nm (0,176µm) olarak bulunmuştur.



Şekil 4.1 Damlacık boyut analizi.

Damlacık boyutu ile ilgili yapılan bazı çalışmalar incelendiğinde emülsiyonlardaki damlacık boyutunun homojenizasyon basıncı, yağ/katı oranı, kaplama materyali, ve viskoziteye bağlı olarak değiştiği ifade edilmiştir (Güngör ve ark., 2013; Hogan ve ark., 2001; Carneiro ve ark., 2013; Kaushik ve Roos, 2007; Tonon ve ark., 2011). Enkapsüle keten tohumu yağı üzerinde yapılan çalışmalarda hazırlanan emülsiyonlardaki damlacık boyutunun 0,14 µm ile 2,19 µm aralığında değiştiği gözlenmiştir (Partanen ve ark.,2008; Tonon ve ark.,2011; Carneiro ve ark.,2013). Yapmış olduğumuz çalışmada da damlacık boyutu bu aralığa girmiştir.

4.4 Mikroenkapsüle Edilmiş Keten Tohumu Yağının Nem tayini ve Su aktivitesi Özellikleri

Nem içeriği ve buna bağlı olarak su aktivitesi tozların raf ömrünün belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Mikroenkapsülasyon işlemi sonucunda elde edilen tozların su aktivitesinin 0,2'den ve nem içeriğinin %5'ten küçük olması durumunda partiküllerde kekleşme, yapışma gözlemlenmediği, depolama boyunca daha stabil olduğu bilinmektedir (Turchiuli ve ark., 2005).

Bu çalışmada mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağında vakum etüv kullanılarak yapılan nem tayininde nem değeri % 4,183±0,047 bulunmuştur.

Soya yağının ve trans içeriği düşük katı yağların enkapsülasyonu ile hazırlanan tozlarda yapılan çalışmalarda nem içerikleri sırasıyla, %1-3 ve % 2,08– 3,67 olarak bulunmuştur

(Hogan ve ark., 2001; Cerimedo ve ark., 2008). Keten tohumu yağının farklı kaplama materyalleri kullanılarak enkapsüle edildiği iki ayrı çalışmada ise tozların nem değerlerinin %1,11 – 1,65 ve %3,88- 3,98 olduğu belirtilmiştir (Carnerio ve ark., 2013; Goyal 2014). Bu çalışmaların bulguları değerlendirildiğinde enkapsülasyonda kullanılan kaplama ve çekirdek materyalleri türü ve oranlarının, uygulanan enkapsülasyon yöntem farkının, kurutucu çeşidi gibi özelliklerin ürünlerin nem içeriğini etkilediği görülmüştür. Bu nedenle yapmış olduğumuz çalışmada bulduğumuz nem değerleri bu bulgulardan farklılık göstermiş olmakla birlikte kurutulmuş bir üründe kabul edilebilir maksimum nem değerinin altında bulunmuştur.

Yaptığımız bu çalışmada incelenen su aktivitesi değeri ise $0,171 \pm 0,002$ olarak kaydedilmiştir.

Goyal'in (2014) yaptığı bir enkapsülasyon çalışmasında, farklı formülasyonlarda üretilen mikrokapsüllenmiş keten tohumu yağı tozunda incelenen su aktivitesi değerleri 0,34 – 0,35 arasında değişmekte olup kaplama materyallerinin istatistiksel olarak önemli bir etkilerinin olmadığı belirtilmiştir. Tontul (2011), çekirdek materyali olarak seçtiği keten tohumu yağı ve farklı kaplama materyalleri kullanarak hazırladığı formülasyonlardan püskürtmeli kurutma yöntemi ile elde ettiği mikrokapsüllerin su aktivitesi değerlerini 0,27 – 0,36 arasında bulmuştur. Özdemir (2010), bergamut ve limon kabuğu uçucu yağını kapsüllediği çalışmada elde ettiği mikrokapsüllerin su aktivitesi değerini 0,120-0,145 arasında bulmuştur.

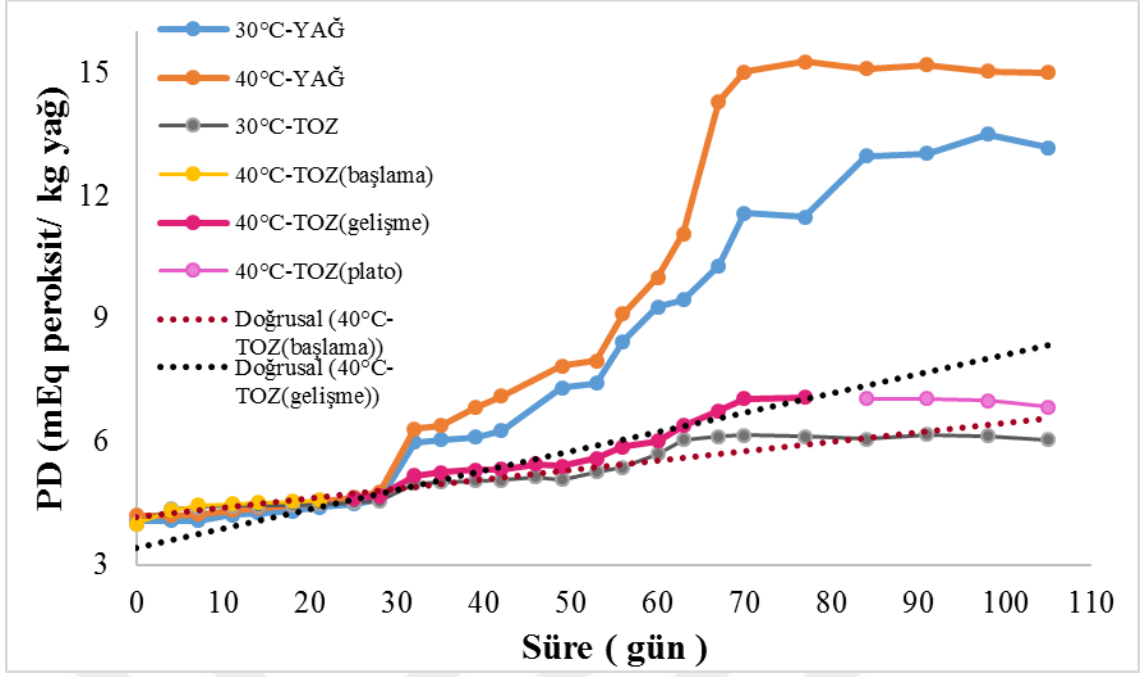
Yaptığımız çalışmada bulduğumuz su aktivitesi değeri mikroenkapsüle edilmiş toz örnekleri için uygun bir değerde olduğu, yapılan araştırmalar incelendiğinde ise su aktivitesi değerlerinin kaplama ve çekirdek materyalleri türü ve oranlarına, kullanılan yöntemle bağlı olduğu görülmektedir.

4.5 Depolamada Oksidatif Stabiledeki Değişim

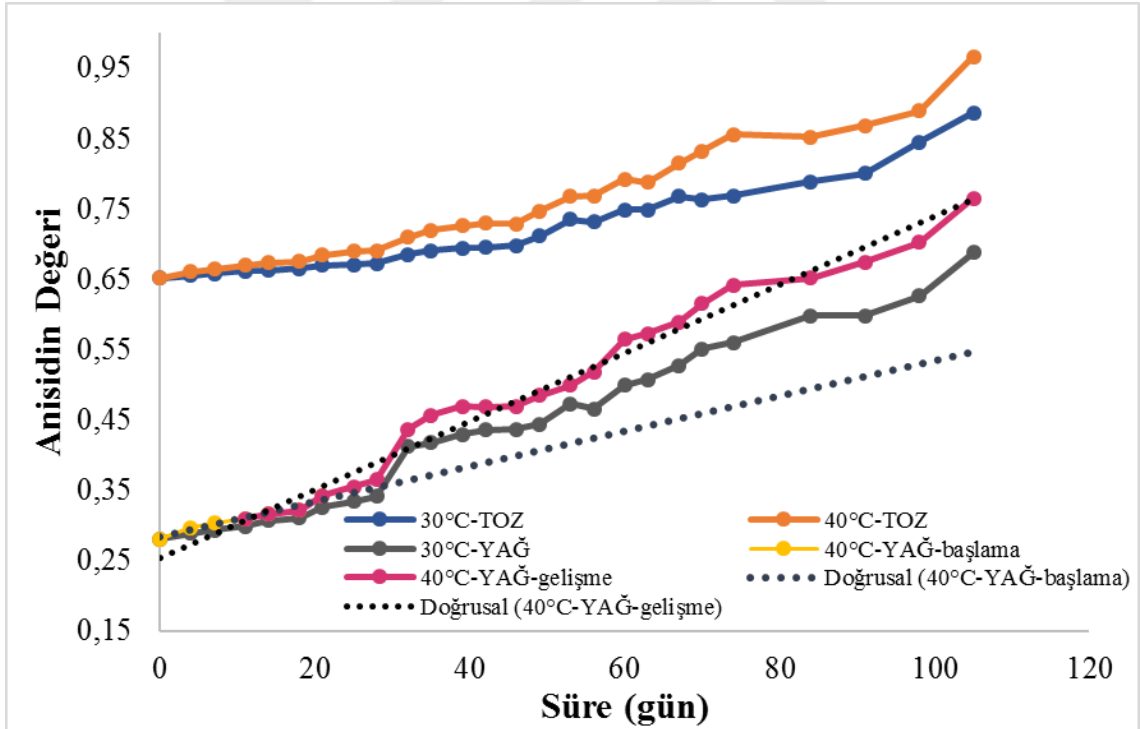
Lipitlerin oksidasyona duyarlılığı çoğu zaman belli depolama koşullarındaki depolama süresi içinde başlangıç ve son ürünlerin düzeylerinin belirlenmesi ile değerlendirilir. Lipit oksidasyonunun ilk aşamalarında oluşan hidroperoksitler ve ikincil oksidasyon ürünlerini ölçen anisidin değeri, yenilebilir yağların oksidatif stabilitenin ve raf ömrünün belirlenmesinde yararlanılan önemli kalite parametreleridir. Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında da, depolama sıcaklığı ve süresinin lipit

oksidasyonu üzerine etkisi peroksit ve anisidin deęerleri belirlenerek izlenmiřtir. Bu amala rnekler 30 ve 40°C’de 105 gn boyunca depolanmıř ve belli aralıklarla rnek alınarak analizler gerekleřtirilmiřtir. Peroksit ve anisidin deęerlerindeki deęiřim Őekil 4.2 ve Őekil 4.3’te verilmiřtir.

Peroksit deęerlerindeki deęiřimi gsteren Őekil 4.2 incelendięinde, enkapsle edilmiř ve edilmemiř keten tohumu yaęlarındaki peroksit deęerlerindeki deęiřimin kesintili olduęu gzlenmiřtir. Oksidasyonun bařlangı ařamasına karřılık gelen yaklařık ilk 25 /28 gn boyunca peroksit deęerlerinin hafif bir Őekilde, bu srelerin sonunda ise peroksit deęerlerinin belirgin bir Őekilde artmıř ve test rneęine baęlı olarak 77 veya 84 gnden sonra hemen hemen deęiřmemiř ve 105 gn boyunca belli bir plato deęerinde sabit kalmıřtır. Enkapsle edilmiř ve edilmemiř keten tohumu yaęlarında ve farklı sıvı yaęlarda yapılan dięer alıřmalarda da peroksit deęerlerinin depolama sresi iindeki deęiřimi benzer eęilim gstermiřtir (Bae ve Lee, 2008; Partanen ve ark., 2008; Anwar ve Kunz, 2011; Carneiro ve ark., 2013; Kaya ve ark., 2017). Lipit oksidasyonun birincil rnleri olan peroksitler son derecede reaktif ve kimyasal olarak dengesiz olduklarından, sıcaklıęa baęlı olarak paralanırlar. Bařka bir ifade ile mevcut peroksitlerden bazıları paralanırken, bazı lipit moleklleri veya bunların paraları okside olmaya devam eder (Aragao ve ark., 2008). Bu nedenle, depolamada denemesinde keten tohumu yaęlarının peroksit deęerlerindeki deęiřim kesintili bir davranıř gstermiřtir.



Şekil 4.2 Depolama süresinde, peroksit değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimi. (YAĞ: Enkapsüle edilmemiş; TOZ: Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarını ifade etmektedir)



Şekil 4.3 Depolama süresinde, anisidin değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimi. (YAĞ: Enkapsüle edilmemiş; TOZ: Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarını ifade etmektedir)

Enkapsüle edilmemiş ve edilmiş keten tohumu yağlarında başlangıç peroksit düzeyleri sırasıyla 3,97 ile 4,32 mEq peroksit/kg yağ olarak bulunmuştur. Keten tohumu yağlarında yapılan çalışmalarda başlangıç peroksit düzeyleri üreticiye, uygulanan

özütleme yöntemine ve olgunlaşma düzeyine bağlı olarak farklılık göstermiştir. Farklı üreticilerden üretimden hemen sonra alınan keten tohumu yağlarındaki peroksit düzeyleri 0,6-1,0 mEq peroksit/kg yağ arasında değişirken (Tańska ve ark., 2016), keten tohumu yağın özütlenmesinde sokseletde çözgen ekstraksiyonu, süper kritik sıvı ve hızlandırılmış çözgen ekstraksiyonunun karşılaştırıldığı çalışmada ise peroksit değerleri sırasıyla 6,92, 5,42, 7,20 mEq peroksit/kg yağ olarak bulunmuştur (Khattab and Zeitoun, 2013). El-Nakhlawy (1987) tarafından yapılan çalışmada, farklı lokasyonlardan alınan 30 farklı keten tohumu yağında peroksit değerlerinin 1,0- 8,0 mEq peroksit /kg yağ arasında değiştiği belirtilmiştir (Khattab and Zeitoun, 2013). Peroksit değerleri üzerine tohumların olgunlaşma sürelerinin etkisinin incelendiği çalışmada, olgunlaşmanın erken döneminde peroksit değeri 1,3 mEq peroksit/kg yağ, olgunlaşmanın 42. gününde 3,2 mEq peroksit/kg yağ ve 52 gün sonra ise tekrar başlangıç düzeyine düştüğü belirtilmiştir (Herchi ve ark., 2012). Yapmış olduğumuz çalışmadaki peroksit düzeyleri diğer çalışmalara benzer olmakla birlikte sonuçların tam olarak örtüşmemesi kullanmış olduğumuz keten tohumu yağının elde edildiği tohumların olgunlaşma süresinin farklılığından kaynaklandığı sonucuna varılmıştır.

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarındaki anisidin değişimini gösteren Şekil 4.3 incelendiğinde anisidin değerlerinin, peroksit oluşumu ile eş zamanlı olarak arttığı gözlenmiştir. Sıcaklıktaki artış her iki uygulamada da, anisidin değerlerinin artmasına neden olmuştur.

Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarındaki başlangıç anisidin değeri (0,7), kapsüle edilmemiş keten tohumu yağlarındakinden (0,23) daha yüksek bulunmuştur. Bu durum enkapsüle yağdan yağın özütlenmesi sırasında uygulanan işlemlerin bu örneklerdeki anisidin değerini artırmış olabileceğini düşündürmüştür. Çalışma başında enkapsüle edilmemiş yağ için de aynı özütleme işlemi uygulanması düşünülmüş ancak, keten tohumu yağındaki değişimin gözlenebilmesi için ve depolamadaki değerlendirmenin % değişim olarak değerlendirilebileceği düşünüldüğünden özütleme işleminden vazgeçilmiştir.

Altı farklı firmadan üretimin hemen sonunda alınan keten tohumu yağlarında yapılan çalışmada, başlangıç anisidin değerlerinin 0,56-1,07 arasında değiştiği, +4°C'deki üç aylık depolama sonunda ise anisidin değerlerindeki değişimin istatistiki olarak önemli olmadığı ifade edilmiştir (Tańska ve ark 2016). Benzer şekilde market raflarından

alınan soğuk pres ile üretilen yedi farklı keten tohumu yağında anisidin değerlerinin 0,36-0,76 arasında değiştiği (Choo ve ark., 2007) ve iyi kaliteli soğuk preslenmiş sıvı yağlardaki anisidin değerinin 2'yi aşmaması gerektiği belirtilmiştir (Subramanian ve ark., 2000). Prescha ve arkadaşları (2014) soğuk preslenmiş keten tohumu yağlarında yapmış oldukları çalışmada başlangıçta anisidin değerinin 0,53-1,73 arasında değiştiğini, bu yağları 20°C'de 6 ay boyunca her gün 12 saat gün ışığında bırakarak depoladıklarında başlangıç ile 6 ay sonundaki anisidin değerleri arasında istatistiki olarak önemli bir fark olmadığı ifade etmişlerdir. Yapmış olduğumuz çalışmada da başlangıç anisidin değerlerinin diğer çalışmalarda bulunan anisidin değerlerine yakın olduğu belirlenmiştir.

4.5.1 Oksidatif Stabiliteye İlişkin Kinetik Parametreler

Oksidatif kararlılık, tanımlanan koşullar altında oksidasyona karşı direnç olarak bilinir ve farklı kriterlere göre seçilebilecek bir son noktaya ulaşmak için gereken süre olarak ifade edilir. Ancak bu süre genellikle oksidasyon hızındaki ani bir artışa karşılık gelen anda başlar. Oksidasyon, hızdaki ani artışa karşılık gelen noktaya ulaşıncaya kadar çok yavaş ilerlediğinden, bu zaman periyodu başlama (indüksiyon) dönemi olarak bilinir. Oksidasyon kararlılığı üzerinde yapılan çalışmalarda başlama döneminin belirlenmesinde, ransimat yöntemi (Tan ve ark., 2002), diferansiyel taramalı kalorimetre (Simon ve Kolman, 2001) ve elektron spin rezonans spektroskopisinden (Velasco ve ark., 2004) yararlanılmıştır.

Yapmış olduğumuz çalışmada ise, başlama zamanının belirlenmesinde Bölüm 3.2.7'de açıklanan yöntem kullanılmıştır. Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının depolamadaki kararlılığını belirlemek için 30 ve 40°C'de yapmış olduğumuz çalışma sonuçlarını gösteren eğriler incelendiğinde, peroksit değerleri plato değerine ulaşıncaya kadar, anisidin değerlerinde ise tüm analiz süresi boyunca çizilen eğrilerin ayırt edilebilen iki aşamadan oluştuğu gözlenmiştir. Şekil 4.2'de 40°C'de enkapsüle edilen keten tohumu yağındaki peroksit değerleri, Şekil 4.3'te ise, 40°C'de enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağındaki anisidin değerleri için belirlenen ayırt edilebilen aşamalar gösterilmiştir. Lipit oksidasyonunun başlama, gelişme ve sonlanma olmak üzere üç ardışık aşamadan oluştuğu dikkate alındığında, ayırt edilen bu aşamalardan eğimi düşük olan aşama başlatma aşaması, yüksek eğimli aşama ise, gelişme aşaması olarak değerlendirilmiştir. Bu nedenle oksidasyonun başlama anı, belirlenen aralıklar iki

düz çizgi ile donatılarak iki doğrusal bölgeye ayrılarak belirlenmiştir (Şekil 3.17). İki doğrusal çizginin kesişme noktaları, oksidasyonun başlama zamanını (IP) ve bu noktadaki peroksit ve anisidin değerlerini açıklamada kullanılmıştır. Peroksit ve anisidin değerlerindeki değişimlerin oksidasyonun başlama ve gelişme aşamalarındaki oksidasyon hızı sabitleri sırasıyla k_{1PD} , k_{1AD} ve k_{2PD} , k_{2AD} , kesişme noktasından (IP, PV_{IP}/AD_{IP}) önce ve sonraki iki bölümün eğimleri ile tanımlanmıştır. Anisidin değeri, izooktan ve p-anisidin ayracı içeren 100 ml çözücüye 1.00 g yağ ilavesiyle hazırlanan çözeltinin absorbansı olarak tanımlandığından anisidin değeri (AD) ile ilişkili hız sabitleri " k_{1AD} ve k_{2AD} "nin birimi AD/ gün olarak verilmiştir.

Peroksit ve anisidin değeri için k_{1PD} , k_{1AD} ve k_{2PD} , k_{2AD} değerleri, enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında sıcaklığa bağlı olarak artış göstermiştir (Çizelge 4.2).

Çizelge 4.2 Depolamada peroksit ve anisidin değerlerine ilişkin kinetik parametreler ve regresyon katsayıları (R^2)

Kullanılan yağ	Sıcaklık (°C)	Peroksit Değeri			
		k_{1PD} (mEq/kg gün)	R^2	k_{2PD} (mEq/kg gün)	R^2
Enkapsüle	30	0,007	0,963	0,035	0,916
	40	0,011	0,944	0,047	0,933
Enkapsüle edilmemiş	30	0,015	0,971	0,143	0,964
	40	0,024	0,943	0,210	0,917

Sıcaklık (° C)	Anisidin Değeri				
	k_{1AD} AD/gün	R^2	k_{2AD} AD/gün	R^2	
Enkapsüle	30	0,0008	0,984	0,0026	0,933
	40	0,0014	0,979	0,0029	0,977
Enkapsüle edilmemiş	30	0,0018	0,972	0,0040	0,982
	40	0,0024	0,958	0,0049	0,980

Ayrıca, başlama aşamasında, 30 ve 40°C'lerde peroksit ve anisidin değerleri için hesaplanan hız sabitleri (k_1), gelişme aşaması için hesaplanan hız sabitlerinden (k_2) daha düşük bulunmuştur (Çizelge 4.2). Örneğin 30°C de, enkapsüle yağlarda peroksit değerlerinin başlama aşamasındaki hız sabitleri 0.007 mEq/kg gün, gelişme aşamasında 0.035 mEq/kg gün olarak, enkapsüle edilmemiş yağlarda ise sırasıyla 0.015 ve 0.143

mEq/kg gün olarak belirlenmiştir. Aynı sıcaklıkta enkapsüle yağlarda anisidin değerlerinin başlama aşamasında hız sabitleri 0.0008 AD/gün, gelişme aşamasında 0.0026 AD/gün olarak, enkapsüle edilmemiş yağlarda ise sırasıyla 0.0018 ve 0.0040 AD/gün olarak bulunmuştur.

Zeytinyağında yapılan peroksit ve konjuge dienlerin belirlendiği çalışmalarda da, k_1 ve k_2 hız sabitlerinin sıcaklıkla arttığı ve başlangıç aşamasındaki hız sabitlerinin (k_1), gelişme aşamasına ilişkin hız sabitlerinden (k_2) daha düşük olduğu ifade edilmiştir. (Gómez-Alonso ve ark., 2004; Farhoosh ve Hoseini-Yazdi, 2013; Shim ve Lee, 2011) Perilla yağında yaptıkları çalışmada da peroksit değeri için başlangıç aşamasındaki hız sabitinin, gelişme aşamasına ilişkin hız sabitlerinden daha düşük olduğunu ve sıcaklığa bağlı olarak hız sabitlerinin artırdığını ifade etmişlerdir. Pirinç kepeği yağı tozunun serum proteinleri ve modifiye nişasta ile enkapsüle edildildiği çalışmada da benzer şekilde sıcaklık arttığında peroksit oluşumu ile ilişkili reaksiyon hız sabitlerinin arttığı belirtilmiştir (Charoen ve ark., 2015).

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının peroksit değeri için her bir sıcaklıkta başlama ve gelişme aşamalarında hesaplanan hız sabitleri karşılaştırıldığında, her iki aşamada enkapsüle edilen yağlardaki hız sabitlerinin daha düşük olduğu gözlenmiştir (Çizelge 4.2). Örneğin 40°C’de peroksit değeri için, enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarında k_{1PD} 0.011 mEq/kg gün, enkapsüle edilmemiş yağlarda k_{1PD} 0.024 mEq/kg gün, k_{2PD} düzeyleri ise sırasıyla, 0.047 mEq/kg gün ve 0.210 mEq/kg gün olarak bulunmuştur. Benzer durum anisidin değeri için hesaplanan hız sabiti değerlerinde de gözlenmiş ve 30 ve 40°C’lerdeki k_{1AD} ve k_{2AD} enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağında enkapsüle yağdakinden daha yüksek bulunmuştur. Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağında peroksit ve anisidin değerlerine ilişkin k_1 ve k_2 hız sabitlerinin, enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağları için hesaplanan hız sabitlerinden daha düşük değerlerde olması, enkapsülasyonun keten tohumu yağlarının depolamadaki oksidatif kararlılığının daha yüksek olduğunu göstermiştir.

Balık yağı ve soya proteinleri ile hazırlanan emülsiyonlarda yapılan çalışmada da, yapmış olduğumuz çalışma sonuçlarına benzer bir şekilde emülsiyonlardaki peroksit değeri hız sabitinin, balık yağındakinden düşük olduğu ve emülsiyonun yağı oksidasyona karşı koruduğu ifade edilmiştir (Asnaashari ve ark.,2014).

Oksidasyonun her iki aşaması için hesaplanan anisidin değerlerine ilişkin hız sabitleri, hidroperoksitler için hesaplanandan önemli ölçüde daha düşüktür (Çizelge 4.2). Bu durumun, birincil oksidasyon ürünleri olarak oluşan tüm hidroperoksitlerin eş zamanlı olarak parçalanıp ikincil ürünlere dönüşmemesinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Zeytinyağı, aspir, kolza ve ayçiçeği yağlarında yapılan çalışmada, başlangıç aşamasındaki anisidin değerlerinin çok düşük olduğu ve belli bir süreden sonra arttığı belirtilmiştir. Ayrıca bu çalışmada yapmış olduğumuz çalışma sonuçlarına benzer şekilde, kolza ve zeytinyağında, ikincil oksidasyon ürünlerinin, hidroperoksitlerin üretimi ile hemen hemen aynı anda başladığı ve ayçiçeği ve aspir yağında ise hidroperoksitlerin yıkımının, kayda değer belli bir derişime ulaştıktan sonra başladığı ifade edilmiştir (Guille'n ve Cabo, 2002).

Modelin, gözlenen peroksit ve anisidin değerlerine uygunluğu:

Gıdalarda meydana gelen süreçlerin modellenmesi, gıda üretimi, nakliyesi ve depolanması sırasında kalitenin sağlanmasında ve tehlike analizinde önemli bir role sahiptir. Bununla birlikte modelleme sonuçlarının kalitesi, modelin tüm önemli etkileri ve girdi parametrelerinin güvenilirliğine başka bir ifade ile kinetik modelin kalitesine bağlıdır (Şimon ve Kolman, 2001).

Keten tohumu yağlarının depolamadaki kararlılığını belirlemek için yapmış olduğumuz çalışmada sonuçların yorumlanmasında kullanılan modelin gözlemlenen verilere uygunluğu regresyon katsayısı, (R^2), ortalama hata karenin karekökü (RMSE), yanlılık (Bias; Bf) ve doğruluk (accuracy; Af) faktörleri ile değerlendirilmiş ve söz edilen parametrelere ilişkin sonuçlar Çizelge 4.2 ve 4.3'te de verilmiştir.

Çizelge 4.3 Depolamada peroksit ve anisidin değerlerine ilişkin modele uyum verileri

Kullanılan yağ	Sıcaklık (C)	Peroksit Değeri		
		RSME	Bf	Af
Enkapsüle	30	0,0259	0,9985	1,0200
	40	0,0364	0,9970	1,0222
Enkapsüle edilmemiş	30	0,0508	0,9941	1,0356
	40	0,0859	1,0171	1,0726

	Sıcaklık (C)	Anisidin Değeri		
		RSME	Bf	Af
Enkapsüle	30	0,0694	1,0111	1,0120
	40	0,0427	0,9958	1,0078
Enkapsüle edilmemiş	30	0,0387	1,0035	1,0254
	40	0,0381	1,0033	1,0338

Enkapsüle ve enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağlarında, oksidasyonun başlama aşamasında peroksit ve anisidin değerleri için hesaplanan R^2 değerlerinin sırasıyla 0.943 ve 0.958 ve gelişme aşamalarına ilişkin hesaplanan R^2 değerlerinin sırasıyla 0.916 ve 0.933'ten yüksek olması, RSME değerlerinin birden (1) küçük olması modelin gözlenen peroksit ve anisidin verilerindeki değişimi açıklamak için uygun olduğunu göstermiştir (Çizelge 4.2 ve 4.3). Perila yağı ve zeytinyağının oksidatif kararlılığını aynı yöntemle belirleyen çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir.

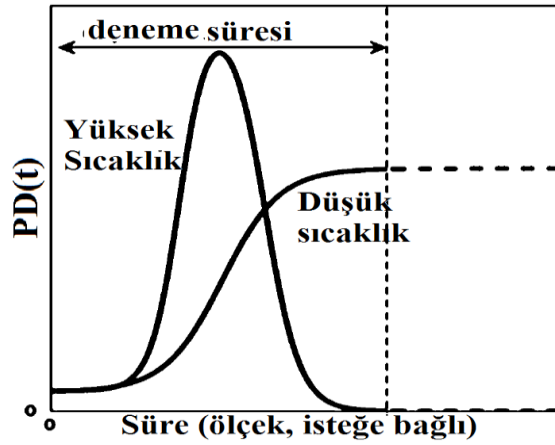
Yapmış olduğumuz çalışmada yukarıda söz edilen çalışmalardakinden farklı olarak model uygunluğunun belirlenmesinde, yanlılık faktörü, Bf ve doğruluk faktörü Af değerlerinden yararlanılmıştır. Tahmin edilen değerlerin ortalamasının, gözlemlenen değerler ortalamasına ne kadar yakın olduğunu gösteren yanlılık faktörü, Bf, "1" e eşit olduğunda model mükemmel olarak kabul edilir. Yanlılık faktörü birden büyükse ($Bf > 1$), tahmin edilen değerlerin gözlemlenen değerlerden büyük olduğunu gösterir ve "tehlikeli hata" olarak, $Bf < 1$ ise, tahmin edilen değerlerin gözlemlenen değerlerden düşük olduğunu gösterir ve "güvenli hata" olarak değerlendirilir (Mellefont ve ark., 2003). Fakat bizim çalışmamızda $Bf > 1$ güvenli hata, $Bf < 1$ tehlikeli hata olarak değerlendirilmiştir. Yanlılık faktörü tahmin edilen ve gözlemlenen değerlerin toplam farkıdır ve (+) ve (-) değerlerin birbirini dengelemesi nedeniyle çok farklı değerlerde bile düşük çıkabilir. Bu nedenle her bir farkın mutlak toplamı olan Af değeri de

belirlenmelidir (Steele, 2004). Doğruluk ve yanlılık faktörlerinin birbirine eşit olması ($A_f=B_f$) ise, modelin mükemmel olduğunu gösterir.

Yapmış olduğumuz çalışmada enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında peroksit ve anisidin değerleri için hesaplanan B_f ve A_f değerleri, 40°C de enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağında peroksit değerleri için hesaplanan dışında, “1” e çok yakın olarak bulunmuştur (Çizelge 4.3). Bu nedenle kullanılan modelin, depolamadaki çalışma koşullarında peroksit ve anisidin değerlerindeki değişimini açıklamak için uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Depolamada, Peroksit Değerlerindeki Değişimin Sigmoidal Modele Uygunluğu:

Lipit oksidasyonu üzerinde yapılan çalışmalarda, fark edilebilir oksidasyonun hemen başlayamadığı, belli bir gecikmeden sonra oksidasyonun gözlenebildiği ifade edilmiştir (Šimon ve ark., 2000; Šimon ve Kolman, 2001). Böyle bir oksidasyon modeli, Şekil 4.4'te, şematik olarak gösterilmiştir. Oksidasyonun hemen başlamaması, “gecikme” veya “başlama (indüksiyon)” süresinde, yeni oluşturulan serbest radikallerin düzeyinin, fark edilebilir miktarda peroksit oluşturmak için çok az olması veya “başlama süresi” sırasında, peroksit moleküllerinin önemli bir kısmının, yeni bir oksidasyon döngüsünü başlatabilmek için parçalanmış olmasından kaynaklanabileceği belirtilmiştir. Bu aşamada, tespit edilemeyecek kadar düşük miktarda olan, serbest radikaller ve peroksitlerin sürekli fakat başlangıçta çok yavaş bir şekilde birikmesi de mümkündür. Serbest radikallerin oluşumu yeterli seviyeye ulaştığında, oksidasyon ürünlerinin hızlı bir şekilde artmasına neden olan “zincirleme reaksiyon” başlar. Ancak bu artış da süresiz olarak devam etmez, reaksiyona giren uygun maddelerin konsantrasyonu tükendikçe sürecin hızı bir noktada düşmeye başlar. Bu tür varsayımsal olaylardan kaynaklanan oksidasyon eğrileri, çeşitli ‘sigmoid’ modeller ile matematiksel olarak tanımlanabilir (Aragao ve ark., 2008).



Şekil 4.4 Gecikme süreli bir izotermal lipid oksidasyonu eğrisinin kinetik modelinin şematik gösterimi (Aragao ve ark., 2008).

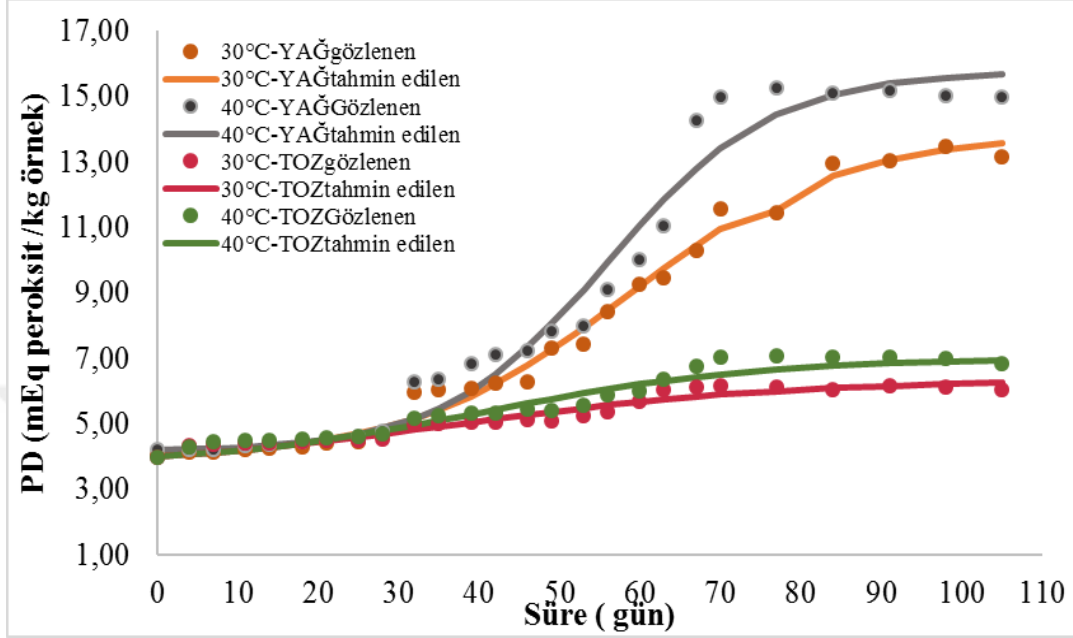
Yapmış olduğumuz çalışmada da, enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında peroksit değerlerindeki değişimi gösteren eğrilerin (Şekil 4.2 ve 4.3) sigmoidal olduğu gözlemlendiğinden, peroksit eğrileri Bölüm 3.2.7’de açıklanan sigmoid modelle değerlendirilmiş ve model parametreleri Çizelge 4.4’te verilmiştir.

Çizelge 4.4 Peroksit değerlerine ilişkin sigmoidal model için hesaplanan kinetik parametreler

Kullanılan yağ	Sıcaklık (C)	Kinetik parametreler			
		a (mEq O ₂ /kg yağ)	t _{cf} (gün)	k _{cf} (1/gün)	R ²
Enkapsüle	30	6,774	36,540	0,048	0,944
	40	7,312	40,486	0,058	0,950
Enkapsüle edilmemiş	30	14,092	58,082	0,072	0,990
	40	15,822	56,050	0,098	0,972

Oksidasyonun gelişme aşamasında eğrilerin dikliğini temsil eden hız parametreleri (k), sıcaklığa ve yağın enkapsüle edilip edilmemesine bağlı olarak karşılaştırıldığında, uygulanan her iki sıcaklıkta enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarının hız parametrelerinin daha düşük olduğu ve sıcaklıktaki artışa bağlı olarak her iki yağda da hız parametrelerinin arttığı belirlenmiştir. Sigmoidal modele ilişkin regresyon katsayıları incelendiğinde 0.950’in üzerinde olduğu ve model ile tüm çalışma süresindeki peroksit değerlerindeki değişimi açıklamada kullanılabileceği gözlenmiştir (Çizelge 4.4).

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında, ölçülen PD sonuçları ile sigmoidal model için hesaplanan parametreler kullanılarak yapılan tahmini PD sonuçlarının, 30 ve 40 °C’deki değişimi Şekil 4.5’te verilmiştir.



Şekil 4.5 Peroksit değerlerinin (PD), sigmoidal modelle uyumu.
(YAĞ: Encapsüle edilmemiş; TOZ: Encapsüle edilmiş keten tohumu yağlarını ifade etmektedir)

4.5.2 Raf Ömrü

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında, her bir sıcaklık da farklı peroksit ve anisidin değerlerine ulaşılması için gerekli raf ömrü süreleri sırayla [3.4], [3.6] ve [3.5], [3.7] nolu eşitliklerin birleştirilmesiyle türetilen aşağıdaki eşitlikten hesaplanmıştır.

$$t' = \frac{D' - D_0 + (k_2 - k_1)IP}{k_2} \quad [4.2]$$

Burada, t': Önceden belirlenen peroksit veya anisidin değerine (D') ulaşmak için gerekli süre; D₀: Başlangıç peroksit veya anisidin değeri olarak tanımlanmıştır.

Tüm soğuk preslenmiş keten tohumu yağlarının peroksit değerleri, yenilebilir katı ve sıvı yağlar için Yeni Zelanda Gıda Yönetmeliğinde en fazla 10 mEq peroksit / kg yağ ve Codex Alimentarius Commission (1999) standartlarında ise soğuk preslenmiş katı ve sıvı yağlar için en fazla 15 mEq peroksit / kg olarak belirtilmiştir. Deneme süresi içerisinde enkapsüle edilmiş keten tohumu yağları için gözlenen peroksit düzeyleri,

standartlarda belirtilen düzeylere ulaşmamasına karşın, enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağları güvenlik sınırına ulaşmıştır. Bu nedenle enkapsüle edilmiş ve edilmemiş yağların 30 ve 40°C’de depolandıklarında, 10 ve 15 mEq peroksit / kg yağ düzeyine ulaşma süreleri, hesaplanan kinetik parametreler kullanılarak [4.2] nolu eşitlikten belirlenmiş ve raf ömrü süreleri Çizelge 4.5’te verilmiştir. Çalışmada ayrıca deneme süresi sonunda enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarında ulaşılan 6 mEq peroksit/kg yağ düzeyine ulaşılması gereken sürelerde hesaplanmıştır (Çizelge 4.5).

Çizelge 4.5 Farklı peroksit düzeylerine ulaşmak için gerekli raf ömrü süreleri

Keten tohumu yağının özelliği ve kodu	Sıcaklık (°C)	Farklı mEq peroksit/kg yağ peroksit değerlerine ulaşmak için gerekli raf ömrü süreleri (gün)		
		6	10	15
Enkapsüle edilmemiş-“yağ”	30	38,22	66,23	101,25
	40	34,71	53,74	77,53
Enkapsüle-“toz”	30	68,03	182,97	326,65
	40	55,51	139,90	245,38

Beklenildiği gibi enkapsüle edilmiş yağların her iki sıcaklıkta 10 ve 15 düzeyine ulaşmaları için gerekli süreler, enkapsüle edilmemiş yağlardakinden daha uzun olmuştur (Çizelge 4.5).

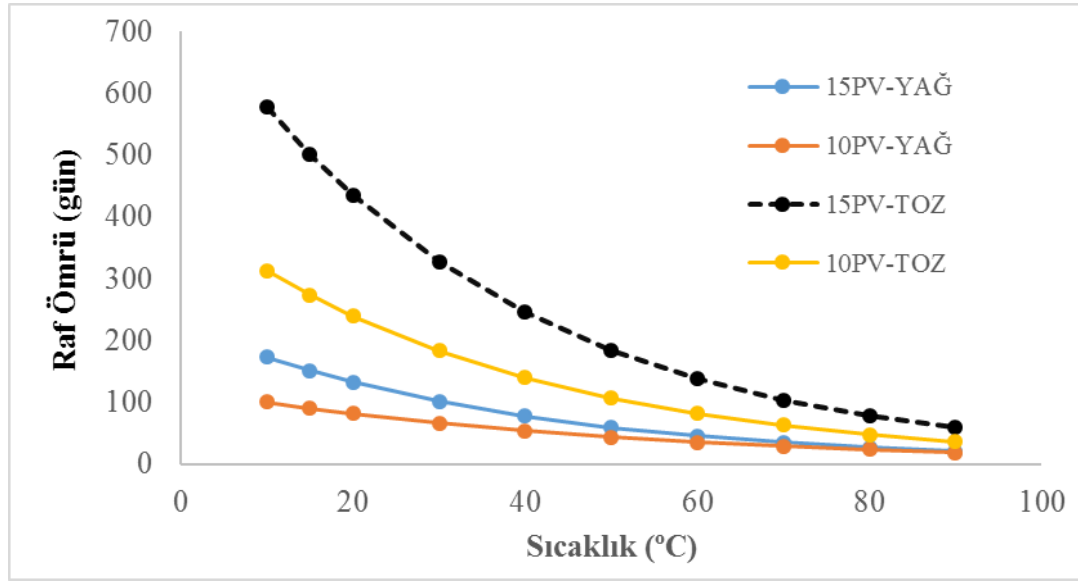
Gıda endüstrisinde ve gıda bilimi çalışmalarında kalite parametrelerinin sıcaklığa bağımlılığı, her 10°C’lik sıcaklık artışında reaksiyon hız sabitlerindeki veya raf ömürlerindeki değişim olarak tanımlanan Q_{10} ifade edilmiştir. 10-20 °C gibi dar bir sıcaklık aralığında, sıcaklığa karşı ln raf ömrü süreleri (θ_s) arasında çizilen eğriler doğrusaldır ve

$$\theta_s = \theta_0 e^{bT} \text{ veya } \ln\theta_s = \ln\theta_0 + bT, \quad [4.3]$$

şeklinde ifade edilir. Burada, θ_0 : eğrinin intersepti b: eğimini tanımlamaktadır (Taoukis ve ark., 1997).

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında da, standartlarda verilen güvenli peroksit değerlerinin üst sınırına ulaşmak için hesaplanan raf ömrü sürelerinden (Çizelge 4.5), eşitlik [4.3] kullanılarak 10°C ile 90°C sıcaklık aralığındaki raf ömrü süreleri belirlenmiş ve sıcaklığa bağlı olarak raf ömrü sürelerindeki değişim Şekil 4.6’da verilmiştir. Şekil 4.6’da görüldüğü gibi, 10°C ile 90°C sıcaklık aralığında

enkapsüle edilmiş keten tohumu yağları, enkapsüle edilmemiş yağdan daha uzun sürede güvenlik için verilen üst sınır değere ulaşmıştır.



Şekil 4.6 Sıcaklığa bağlı olarak peroksit değerlerine ilişkin raf ömrü sürelerindeki değişim.

(YAĞ: Enkapsüle edilmemiş; TOZ: Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarını ifade etmektedir)

İkincil oksidasyon ürünlerinden aldehidlerin, lipit oksidasyonu sırasında üretilen uçucu maddelerin hemen hemen % 50'sini oluşturduğu ve oksidasyonun ikincil ürünlerinden aldehitlerin belirlenmesinde kullanılan anisidin değeri ile duyu analizi sonuçları arasında çok sıkı bir korelasyon olduğu belirtilmiştir. Subramanian ve arkadaşları (2000) iyi kaliteli soğuk preslenmiş sıvı yağlardaki anisidin değerinin 2'yi aşmaması gerektiğini belirtmişlerdir. Yapmış olduğumuz çalışmada, deneme süresi içinde anisidin değerleri 2 ye ulaşmamıştır. Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının anisidin değerinin kalite için güvenli sınır olarak verilen “2” değerine ulaşması için gerekli süreler [4.3] nolu eşitlikten hesaplandığında, 30°C’de enkapsüle yağların 538 günde, enkapsüle edilmemiş yağların 435 günde bu değere ulaştığı belirlenmiştir. Bu süreler, 40 °C için enkapsüle yağlarda 479 gün, enkapsüle edilmemiş yağlarda 356 gün olarak bulunmuştur. Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarının anisidin değerleri de, peroksit değerlerinde olduğu gibi daha uzun sürede sınır değere ulaşmıştır.

4.6 Keten Tohumu Yağının Depolanan Yoğurt Özelliklerine Etkisi

Keten tohumu yağının yoğurt ortamındaki oksidatif stabilitesinin belirlenmesi için; peroksit sayısı tayini, anisidin değeri ve tiyobarbitirik asit reaktifi maddelerin (TBARS)

analizi; keten tohumu yağı ilavesinin yoğurdun fiziksel, fizikokimyasal ve kimyasal özellikleri üzerine etkisini belirlemek için ise pH, su salma, renk ve yağ asidi kompozisyon analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla yoğurt örnekleri +4°C’de depolanmış ve depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde söz edilen analizler gerçekleştirilmiştir.

4.6.1 Depolamada Yoğurt Örneklerinin Peroksit Değerlerindeki Değişim (PD)

Yoğurt örneklerinde lipid oksidasyonunu belirlemek için yapılan peroksit değeri analiz sonuçları Çizelge 4.6’da verilmiştir.

Çizelge 4.6 Yoğurt örneklerinde oksidasyona ilişkin analiz sonuçlarının ortalamaları ve standart sapmaları

Uygulam a	Gün	Analiz			
		Peroksit	Anisidin	TBA-450nm	TBA-532nm
Kontrol¹	1	1,632 ± 0,015	0,186 ± 0,002	0,529 ± 0,019	0,225 ± 0,005
	7	1,635 ± 0,005	0,187 ± 0,006	0,518 ± 0,007	0,224 ± 0,006
	14	1,660 ± 0,039	0,189 ± 0,002	0,532 ± 0,006	0,231 ± 0,003
	21	1,670 ± 0,005	0,192 ± 0,000	0,544 ± 0,009	0,231 ± 0,009
Yağ²	1	4,280 ± 0,058	0,296 ± 0,002	0,926 ± 0,007	0,446 ± 0,008
	7	4,350 ± 0,010	0,306 ± 0,002	0,954 ± 0,007	0,443 ± 0,009
	14	4,384 ± 0,021	0,319 ± 0,005	0,968 ± 0,005	0,446 ± 0,024
	21	4,557 ± 0,021	0,335 ± 0,000	0,988 ± 0,004	0,461 ± 0,007
Enkap. Yağ³	1	5,560 ± 0,026	0,741 ± 0,010	0,921 ± 0,006	0,450 ± 0,012
	7	5,573 ± 0,040	0,748 ± 0,003	0,929 ± 0,001	0,441 ± 0,010
	14	5,587 ± 0,006	0,753 ± 0,007	0,944 ± 0,004	0,444 ± 0,017
	21	5,590 ± 0,026	0,758 ± 0,000	0,966 ± 0,006	0,454 ± 0,009

1: Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu (kontrol grubu)

2: Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu

3: Enkap. Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu

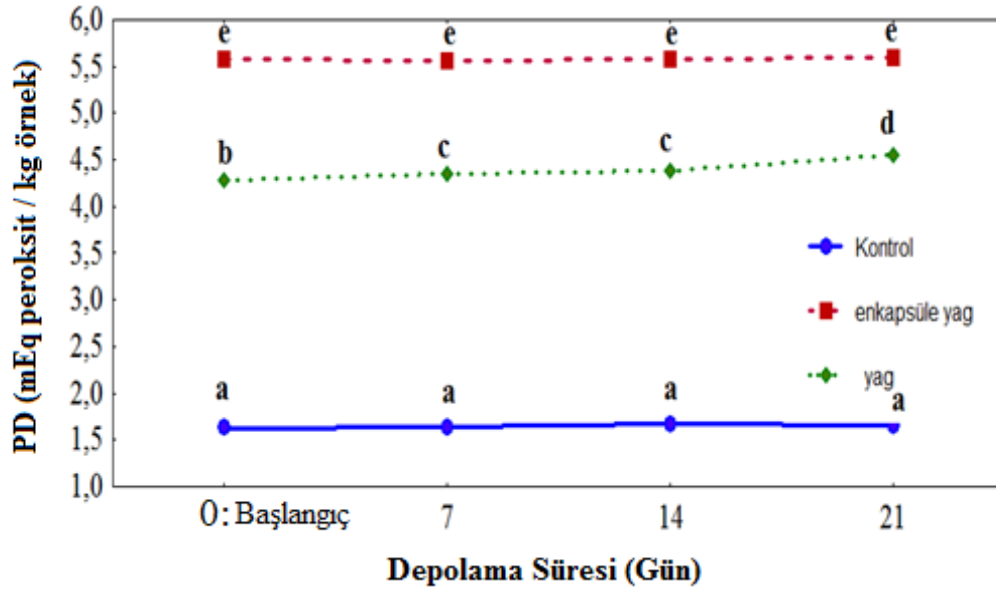
Bu değerler, kontrol grubu yoğurt örneklerinde 1,632 – 1,670 mEq peroksit/kg örnek, kapsüllenmemiş keten tohumu yağı katılan yoğurt örneklerinde 4,280 – 4,557 mEq peroksit/kg örnek, enkapsüle edilmiş keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerinde ise 5,560 – 5,590 mEq peroksit/kg örnek olarak bulunmuştur.

Faktörlerin peroksit değeri üzerine etkisini belirlemek için yapılan varyans analiz sonuçları incelendiğinde depolama süresi ve uygulama şeklinin peroksit değeri üzerine olan etkisi önemli bulunmuştur (Çizelge 4.7).

Çizelge 4.7 Yoğurtlarda oksidasyona ilişkin varyans analizi

Bağımlı Değişkenler	Bağımsız Değişkenler	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F
Peroksit Değeri	Depolama Süresi	3	0,020	25,748
	Uygulama Şekli	2	48,725	63655,395
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,012	15,282
Anisidin Değeri	Depolama Süresi	3	0,001	36,039
	Uygulama Şekli	2	1,042	53736,129
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,000	8,610
TBA 450	Depolama Süresi	3	0,003	45,863
	Uygulama Şekli	2	0,703	11141,425
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,000	5,421
TBA 532	Depolama Süresi	3	0,000	2,029
	Uygulama Şekli	2	0,195	1529,607
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,000	0,370

Yoğurt örneklerinin peroksit değerleri depolama süresi ve uygulama şekline bağlı olarak farklılaşmıştır. Farklılığın hangi uygulamadan kaynaklandığını belirlemek için yapılan LSD (en küçük önemli fark) testinde kontrol grubunun peroksit değerlerinin enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağı içeren gruptakinden daha düşük olduğu ve bu farklılığın istatistiki olarak önemli olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.7). Bunun sebebi ise yoğurt bileşiminde keten tohumu yağı bulunmamasıyla açıklanabilir.



Şekil 4.7 Yoğurtların peroksit değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi (Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p > 0,05$ düzeyinde farklılık yoktur.).

(Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu; Enkapsüle Yağ: Kapsüllemiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllememiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)

Her üç yoğurt örneğinde başlangıçtan 21. güne kadar olan artışlar incelendiğinde, beklenildiği gibi, kapsüllememiş yağ içeren örneklerde peroksit değerindeki artışın daha fazla ve istatistiksel olarak önemli olduğu ($p < 0,05$) gözlenmiştir. Bu artış kapsüllememiş keten tohumu yağının oksidasyona daha açık olduğunu göstermiştir.

Yoğurtlarda oksidatif stabilitenin belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmada depolama süresi boyunca peroksit değerlerinin arttığı ve bu artışın istatistiki olarak önemli olduğu ifade edilmiştir (Meshref 2008). Yapmış olduğumuz çalışmada da enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağı içeren örneklerdeki peroksit değerleri artmış ve bu artışın istatistiksel olarak önemli olduğu görülmüştür.

Goyal'in (2014), farklı kaplama materyalleri ile mikroenkapsüle ettiği keten tohumu yağı içeren hint yoğurdu örneklerinde yaptığı çalışmada başlangıç peroksit değerlerini bütün örneklerde hemen hemen aynı olduğunu gözlemiştir (0,38 – 0,41 mEq peroksit / kg örnek). Peroksit değerlerinde 9. güne kadar önemli bir değişiklik gözlenmemiş fakat sonra kapsüllemiş keten tohumu yağı içeren her bir örnekte peroksit değeri önemli ölçüde artmıştır. Bu durumu 9. güne kadar kapsüllerin korunduğu, 9. günden sonra kapsüllerin bozulmaya başlamasıyla açıklamıştır. Bizim çalışmamızda enkapsüle yağ

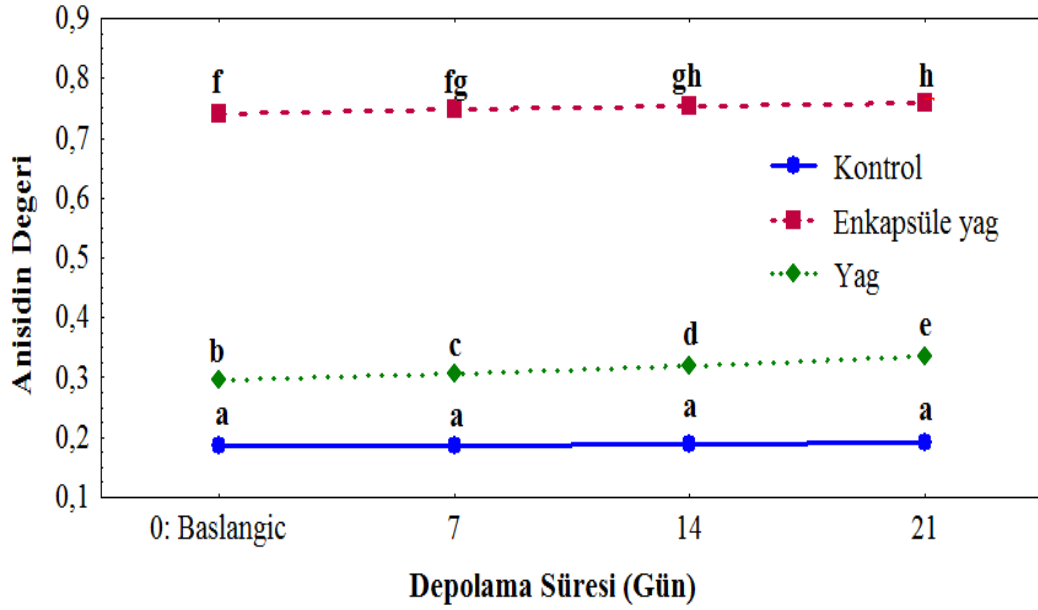
içeren yoğurt örneklerinin peroksit değerlerinde depolama süresince önemli bir değişikliğin gözlenmemiş olmasının Goyal'in (2014) çalışmasından farklı olarak kullanmış olduğumuz maltodekstrinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu durum maltodekstrinlerin enkapsüle edilmiş yağı oksidasyona karşı iyi koruması ile açıklanabilir (Gharsallaoui ve ark., 2007).

4.6.2 Depolamada Yoğurt Örneklerinde Anisidin Değerlerinin Değişimi (AD)

Yoğurtlarda oksidasyonun ikincil ürünlerini belirlemek için yapılan anisidin değeri sonuçları Çizelge 4.6'da ve varyans analiz sonuçları 4.7'de verilmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde yağ içeriği %0,4 olan yağsız süttten üretilen kontrol grubu yoğurt örneklerinde beklenildiği gibi anisidin değeri diğer gruplardan daha düşük ve depolama süresi boyunca 0,186-0,192 arasında değiştiği görülmüştür. Depolama süresi boyunca kapsüllenmemiş yağ içeren örneklerde 0,296-0,335, enkapsüle yağ içeren örneklerde 0,741-0,758 olarak bulunmuştur.

Enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde anisidin değerinin yüksek olma sebebi yoğurt içerisine katılan enkapsüle keten tohumu yağı tozlarının anisidin değerlerinin başlangıçta da yüksek çıkması ile açıklanabilir.

Çizelge 4.7'den de görüldüğü gibi depolama süresi ve uygulama şeklinin yoğurt örneklerinin anisidin değerleri üzerine olan etkisi önemli bulunmuştur. Farklılığa neden olan faktör düzeylerinin belirlenmesi için yapılan LSD testi sonucunda, kontrol grubu yoğurt örneklerinde depolama süresi boyunca gözlenen artışların istatistiksel olarak önemli olmadığı ($p>0,05$), enkapsüle yağ ve kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde ise anisidin değerlerindeki artışın istatistiksel olarak önemli olduğu görülmüştür ($p<0,05$) (Şekil 4.8).



Şekil 4.8 Yoğurtların anisidin değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi. (Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p > 0,05$ düzeyinde farklılık yoktur) (Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu; Enkapsüle Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)

Ancak enkapsüle edilmemiş yoğurt örneklerinde depolama süresi boyunca sürekli bir artış gözlenirken enkapsüle edilmiş yoğurt örneklerinde 14. günden sonra anisidin değerlerindeki artışın istatistiksel olarak önemli olduğu gözlenmiştir. Böyle olmakla beraber bu durum enkapsüllenmemiş yağların oksidasyona daha açık olması ile açıklanabilmektedir.

Dal Bello ve arkadaşlarının (2015) omega-3 yağ asitleri ile zenginleştirdiği yoğurtlarda anisidin değerleri incelendiğinde, keten tohumu yağı içeren yoğurtlarda anisidin değerleri 1. gün 1,05 iken 21. gün 1,65 değerine ulaşarak istatistiksel olarak bir artma göstermiştir ($p < 0,05$). Yoğurt örneklerinde peroksit değerinden oldukça düşük çıkan anisidin değerleri ikincil oksidasyon ürünlerinin oluşmaması ile açıklanmıştır. Bizim çalışmamızda da Dal Bello ve arkadaşlarının (2015) bulgularına benzer şekilde anisidin değerleri 21 gün sonunda istatistiksel olarak artmış olsa da peroksit değerlerinden oldukça düşük çıkmıştır.

4.6.3 Tiyobarbütirik Asit Reaktif Maddelerin (TBARS) Miktarı

TBA testinin temeli oksidasyon reaksiyonlarında oluşan malonaldehitin belirlenmesi ilkesine dayanmaktadır (Taoukis ve Labuza, 1996). TBA analizleri tüm malonaldehitin dokudan çıkarılması ve ayrılan malonaldehitin TBA reaktifi ile kaynar su banyosunda

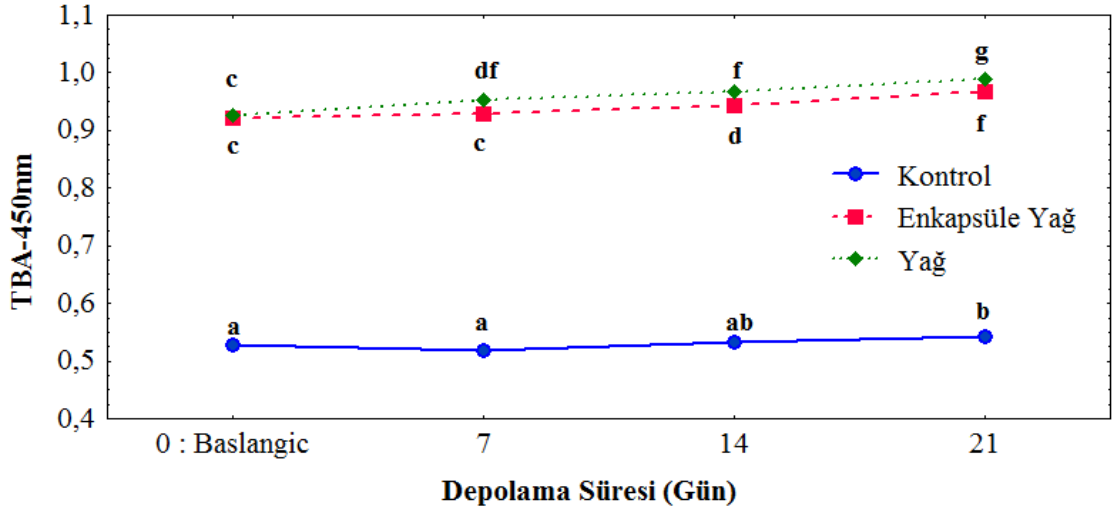
reaksiyona girerek oluşturduğu rengin spektrofotometrede ölçülmesi ile gerçekleşmektedir (Tarladgis, B. G., ve ark., 1960).

Jardine ve arkadaşları (2002) TBA testinde seçilen dalga boyuna bağlı olarak yöntem seçicilik kazandırıldığını ve 532 nm dalga boyunun TBA ile reaksiyona girerek pembe renk oluşturan dialdehitlerin belirlenmesinde, 450 nm dalga boyunun ise, bu reaksiyonda sarı renk oluşturan alkanların (pentan, etan gibi) belirlenmesinde kullanılabileceğini ifade etmişlerdir.

450 nm ve 532 nm’de ölçülen TBA değerleri Çizelge 4.6’da ve varyans analiz sonuçları 4.7’de verilmiştir. 450 nm’de ölçülen TBA değerleri kontrol grubu yoğurt örneklerinde 0,518–0,544, yağ içeren yoğurt örneklerinde 0,926–0,988, enkapsüllenmiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 0,921-0,966 olarak bulunmuştur. 532 nm’de ölçülen TBA değerleri ise kontrol grubu yoğurt örneklerinde 0,224-0,231, yağ içeren yoğurt örneklerinde 0,443–0,461, enkapsüllenmiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 0,441 – 0,454 olarak bulunmuştur.

450 nm’deki TBA değerleri üzerine faktörlerinin her ikisinin de etkisi önemli iken 532 nm’deki TBA değerleri üzerine sadece uygulama şeklinin etkili olduğu görülmüştür (Çizelge 4.7).

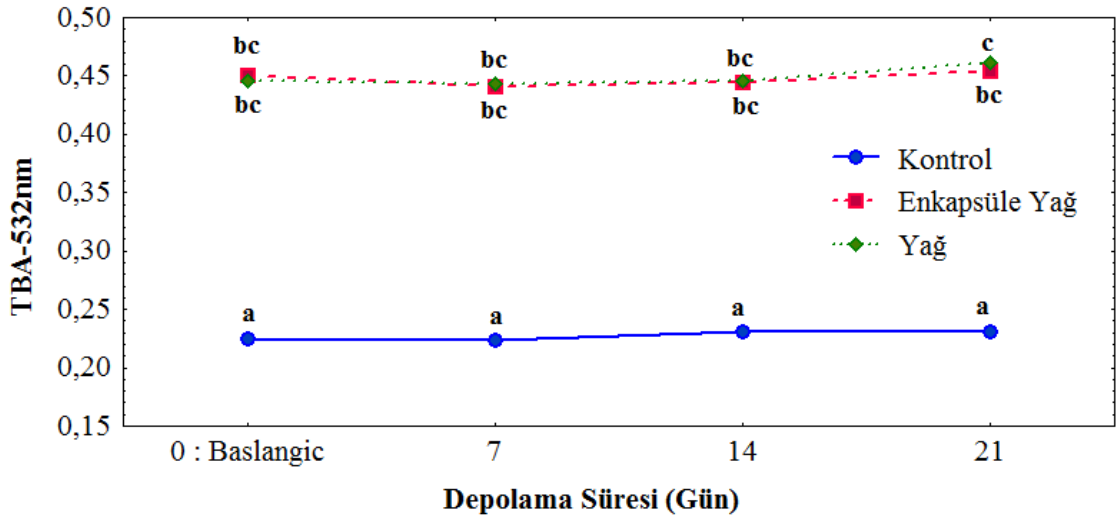
LSD testi her bir grup yoğurt örneği kendi içinde incelendiğinde depolama süresi boyunca 450 nm’deki TBA değerlerindeki artışın önemli olduğunu göstermiştir, 532 nm’de ölçülen TBA değerlerindeki artış istatistiksel olarak önemli bulunmamıştır (Şekil 4.9 ve Şekil 4.10).



Şekil 4.9 Yoğurtların 450 nm'deki TBA değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.

(Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p>0,05$ düzeyinde farklılık yoktur)

(Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu; Enkapsüle Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)



Şekil 4.10 Yoğurtların 532 nm'deki TBA değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi (Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p>0,05$ düzeyinde farklılık yoktur). (Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu, Enkapsüle Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)

İki farklı dalga boyunda incelenen TBA değerlerindeki değişimin 450 nm'de önemli olması sarı renk oluşturan alkanların varlığı ile; 532 nm'de istatistiksel olarak önemli bir değişikliğin olmaması dialdehitlerin (malonaldehitlerin) oluşmaması ile açıklanabilir.

450 nm dalga boyunda incelenen TBA deęerlerinde; kapsüllenmemiş yağ içeren yoęurtlarda gözlenen artışın, enkapsüle yağ içeren yoęurt grupları ve kontrol gruplarından daha yüksek olduęu gözlemlenmiştir (Şekil 4.9).

Estrada ve arkadaşlarının (2011), yaptıkları çalışmada, çilekli yoęurt ve enkapsüle edilmiş balık yaęı ilave edilmiş çilekli yoęurtta 530 nm’de inceledikleri TBA deęerlerinde, iki örnekte de depolama süresine orantılı olarak artma gözlenmiş ve bu artma istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Bizim çalışmamızda Estrada ve arkadaşlarının (2011) sonuçlarından farklı olarak 532 nm’de TBA deęerlerindeki artışın istatistiksel olarak önemli olmadığı gözlemlenmemiştir. İki çalışma arasındaki bu farklılık TBA analizi için kullanılan yöntem ve yoęurt içindeki bileşenlerin farklı olması ile açıklanabilir.

Goyal ve arkadaşlarının (2016), keten tohumu yaęını mikroenkapsüle ettikleri çalışmada, kapsüllenmiş ve kapsüllenmemiş keten tohumu yağları farklı sıcaklıklarda depolanıp, TBA deęerleri depolama boyunca izlenmiştir. Depolama sonunda kapsüllenmemiş keten tohumu yağının TBA deęerlerinin kapsüllenmiş keten tohumu yağlarından daha yüksek olduęu görülmüştür. Ayrıca mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarında TBA deęerlerinin oldukça düşük bulunması, kaplama materyallerinden peynir altı suyu proteini ve sodyum kazeinatın antioksidatif özellięi ile açıklanmıştır. Ayrıca farklı sıcaklıklarda depolanan örnekler incelendiğinde yüksek sıcaklıkta depolanan örneklerde TBA deęerlerinin daha fazla arttıęı gözlemlenmiştir. Bizim çalışmamızda da Goyal ve arkadaşlarının (2016) bulgularına benzer şekilde yalnızca kaplama materyali içeren kontrol grubu yoęurt örneklerinde TBA deęerleri oldukça düşük bulunmuştur.

Çizelge 4.8’de verilen tüm yoęurt örneklerinde oksidasyon parametreleri arasındaki korelasyon incelendiğinde bütün oksidasyon parametreleri arasında sıkı bir ilişki olduęu gözlemlenmiştir ($p < 0,05$). Oksidasyon parametreleri arasında korelasyon her grup yoęurt örneęinin kendi içinde incelendiğinde ise; kontrol grubu yoęurt örneklerinde ve kapsüllenmemiş yağ içeren yoęurt örneklerinde yalnızca anisidin ve 450 nm’deki TBA deęerleri arasında, enkapsüle yağ içeren yoęurt örneklerinde peroksit, anisidin ve 450 nm’deki TBA deęerleri arasında olduęu görülmüştür (Çizelge 4.9).

Çizelge 4.8 Tüm yoğurt örneklerinde oksidasyon parametreleri arasındaki korelasyon

	Peroksit Değeri (PD)	Anisidin Değeri (AD)	TBA-450nm	TBA-532nm
Peroksit Değeri (PD)	1,000	0,861*	0,941*	0,950*
Anisidin Değeri (AD)	0,861*	1,000	0,643*	0,665*
TBA-450nm	0,941*	0,643*	1,000	0,993*
TBA-532nm	0,950*	0,665*	0,993*	1,000

* p<0,05

Çizelge 4.9 Uygulama şekli farklı yoğurt örneklerinde oksidasyon parametreleri arasındaki korelasyon

	Kontrol ¹				Yağ ²				Enkap. Yağ ³			
	PD ⁴	AD ⁵	TBA 450	TBA 532	PD	AD	TBA 450	TBA 532	PD	AD	TBA 450	TBA 532
PD	1,000	0,409	0,219	0,323	1,000	0,919*	0,924*	0,485	1,000	0,544	0,244	0,321
AD	0,409	1,000	0,823*	0,457	0,919*	1,000	0,948*	0,347	0,544	1,000	0,715*	0,386
TBA 450	0,219	0,823*	1,000	0,605*	0,924*	0,948*	1,000	0,379	0,244	0,715*	1,000	0,223
TBA 532	0,323	0,457	0,605*	1,000	0,485	0,347	0,379	1,000	0,321	0,386	0,223	1,000

* p<0,05

1: Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu (kontrol grubu)

2: Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu

3: Enkap. Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu

4: PD: Peroksit değeri

5: AD: Anisidin değeri

4.6.4 Serum Ayrılması

Pıhtı stabilitesi yoğurtlarda önemli bir kalite kriteridir. Bu nedenle yoğurtlarda su salma önemli bir sorundur (Küçükakgöl ve ark., 2009). Su salma, yoğurttaki ağ yapının büzüşmesi, jelin kırılması ve ara boşluklarda tutulan sıvının dışarı salınmasıyla meydana gelmektedir. Yoğurt üretiminde yapı, kıvam ve viskozitenin gelişmesi su salma üzerine etkilidir. Ayrıca toplam katı içeriğinin artırılması, yoğurt sütünün homojenizasyonu, yoğurt pH'sının 4'ün altına düşmemesi, stabilizatör kullanılması, paketlerin sarsılmaması ve inkübasyon sıcaklığının yüksek olmaması su salmayı önlemektedir (Walstra ve ark., 2006). Yoğurt üretiminde kullanılan proteinlerin su bağlama ve tampon özellikleri ile pıhtı stabilitesini olumlu yönden etkilediği de

bilinmektedir. Bu nedenle standartlara uygun oranlarda kuru maddeyi artırmak; kıvam ve viskoziteyi artırıp, protein içeriğini yükselteceğinden serum ayrılmasını önleyerek daha düzgün yapıda yoğurt oluşmasını sağlayacaktır (Güven ve Karaca 2003).

Yaptığımız çalışmada yoğurt bileşimine giren maddelerle kurumadde ve protein içeriği artan yoğurt örneklerinin su salma miktarları incelendiğinde; depolama süresi boyunca 25 gramda, enkapsüle yağ içeren örneklerde 10,33 – 10,50 mL arasında, kontrol grubu örneklerde 11,92 – 12,00 mL arasında, kapsüllememiş yağ içeren örneklerde 11,83 – 12,33 arasında değiştiği gözlenmiştir (Çizelge 4.10).

Çizelge 4.10 Tüm yoğurt örneklerinde analiz sonuçlarının ortalamaları ve standart sapmaları

Uygulama	Gün	Analiz				
		Serum Ayrılması (mL/25 g)	pH	Renk		
				L	a	b
Kontrol ¹	1	11,917 ± 0,577	4,002 ± 0,135	87,750 ± 1,630	-1,188 ± 0,150	7,945 ± 0,555
	7	12,167 ± 0,382	3,855 ± 0,083	88,942 ± 0,640	-1,257 ± 0,095	8,442 ± 0,241
	14	12,000 ± 0,250	3,788 ± 0,031	88,640 ± 0,655	-0,298 ± 1,381	8,802 ± 0,428
	21	12,333 ± 0,144	3,790 ± 0,117	88,127 ± 0,274	-1,318 ± 0,108	8,380 ± 0,258
Yağ ²	1	11,833 ± 0,144	3,742 ± 0,028	88,920 ± 1,103	-1,328 ± 0,145	9,168 ± 0,382
	7	12,083 ± 0,144	3,693 ± 0,064	88,497 ± 1,200	-1,545 ± 0,095	8,515 ± 0,324
	14	12,083 ± 0,289	3,637 ± 0,066	88,652 ± 0,773	-1,365 ± 0,033	8,498 ± 0,314
	21	12,333 ± 0,382	3,685 ± 0,030	87,545 ± 0,448	-1,090 ± 0,041	9,632 ± 0,278
Enkap. Yağ ³	1	10,333 ± 0,722	3,735 ± 0,028	87,773 ± 0,420	-1,472 ± 0,053	9,038 ± 0,195
	7	10,417 ± 0,577	3,712 ± 0,061	87,083 ± 1,263	-1,395 ± 0,023	8,810 ± 0,265
	14	10,333 ± 0,629	3,665 ± 0,022	87,872 ± 1,799	-1,032 ± 0,091	9,898 ± 0,430
	21	10,500 ± 0,250	3,662 ± 0,053	87,503 ± 1,225	-1,472 ± 0,045	9,360 ± 0,263

1: Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu (kontrol grubu)

2: Yağ: Kapsüllememiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu

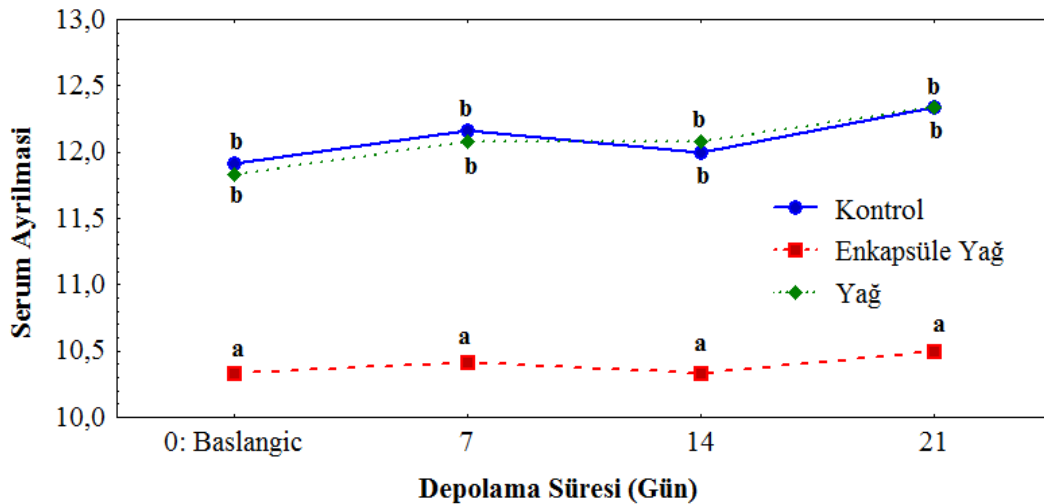
3: Enkap. Yağ: Kapsüllememiş yağ içeren yoğurt grubu

Yoğurt örneklerinde uygulama farkı ve depolama süresinin serum ayrılması üzerine etkisi varyans analizi ile incelendiğinde, uygulama şeklinin su salma yüzdeleri üzerine etkili olduğu, depolama süresi ve uygulama şekli x depolama süresi etkileşiminin etkili olmadığı belirlenmiştir (Çizelge 4.11).

Çizelge 4.11 Yoğurtların fizikokimyasal ve fiziksel özelliklerinin varyans analizi

Bağımlı Değişkenler	Bağımsız Değişkenler	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması	F
Serum Ayrılması	Depolama Süresi	3	0,208	1,165
	Uygulama Şekli	2	11,533	64,495
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,019	0,107
pH	Depolama Süresi	3	0,030	6,278
	Uygulama Şekli	2	0,112	23,398
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,005	0,982
L	Depolama Süresi	3	2,181	1,998
	Uygulama Şekli	2	0,826	0,757
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,543	0,498
a	Depolama Süresi	3	0,416	2,497
	Uygulama Şekli	2	0,069	0,413
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,373	2,242
b	Depolama Süresi	3	1,586	13,555
	Uygulama Şekli	2	2,333	19,937
	Depolama Süresi x Uygulama Şekli	6	0,203	1,733

Dolayısıyla her bir yoğurt örneğinde başlangıçtan 21. güne kadar olan serum ayrılmasında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Farklılığın hangi uygulamadan kaynaklandığını belirlemek için LSD testi yapılmış ve LSD test sonuçları Şekil 4.11’de verilmiştir. Şekil 4.11 incelendiğinde enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde serum ayrılmasının kontrol ve enkapsüle edilmemiş yağ içeren yoğurt örneklerindekienden daha düşük olduğu ve bu farklılığın istatistiki olarak önemli olduğu belirlenmiştir ($p < 0,05$).



Şekil 4.11 Yoğurtların serum ayrılması değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi (Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p > 0,05$ düzeyinde farklılık yoktur). (Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu; Enkapsüle Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)

Estrada ve arkadaşlarının (2011) yaptıkları çalışmada, çilekli yoğurt ve enkapsüle edilmiş balık yağı ilave edilmiş çilekli yoğurtta ölçülen serum ayrılması yüzdeleri incelendiğinde de benzer durum gözlenmiştir. Çilekli yoğurttaki su salma yüzdesinin (%43,2 – 48,4) enkapsüle balık yağı içeren çilekli yoğurtlardan (%40,1 – 45,2) daha yüksek olduğu kaydedilmiş, fakat bu farkın istatistiksel olarak önemli olmadığı belirtilmiştir ($p>0,05$). Bu durumu, her iki yoğurt örneğinin jel yapısı oluşumunda yer alan bağların doğasındaki benzerlikle açıklamışlardır.

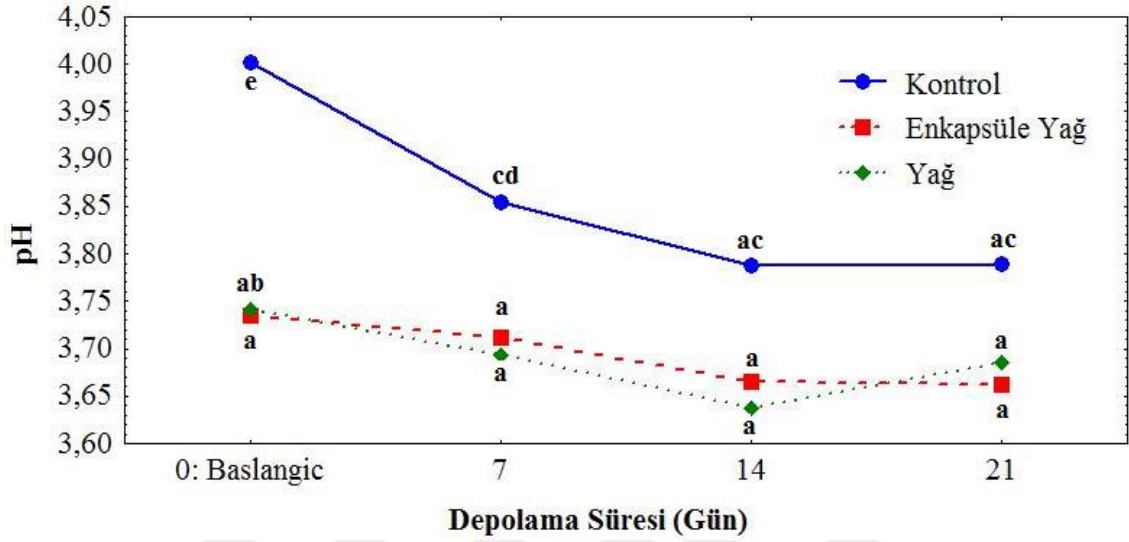
Bufalo sütünden hazırlanan ve farklı kaplama materyalleri kullanılarak enkapsüle edilen keten tohumu yağı tozu içeren hint yoğurtlarında 15 günlük depolama sonunda, çekirdek ve kaplama materyali içermeyen kontrol örnekleri ve enkapsülasyonunda sodyum kazeinatın kullanıldığı yoğurt örneklerinde depolama boyunca serum ayrılmasının hemen hemen aynı olduğu ifade edilmiştir. Enkapsülasyonda peynir altı suyu tozunun kullanıldığı örneklerde ise serum ayrılmasının kontrol ve sodyum kazeinat kullanılan örneklerdekinden önemli düzeyde yüksek olduğu belirtilmiştir (Goyal ve ark., 2016). Yapmış olduğumuz çalışmada da depolama süresi boyunca her bir grup yoğurt örneğindeki su salma düzeyleri kendi içinde önemli farklılık göstermemiştir ($p>0,05$).

Çalışmada kullanmış olduğumuz kaplama materyallerinden maltodekstrinin yüzey aktif bileşik olduğu (Koç ve ark., 2010), süt proteini olan sodyum kazeinatın iyi bir emülsifiyer olduğu bilinmektedir (Vega ve ark., 2005; Erdoğan ve Ergün, 2004). Bu nedenle üretilen her bir grup yoğurt örneği her iki kaplama materyalini de içerdiğinden su salma yönünde gruplar arasında önemli bir farklılık beklenmiyordu. Ancak kaplama materyallerini serbest halde içeren kontrol grubu ve kapsüllenmemiş keten tohumu yağı ile üretilen yoğurt örneklerindeki su salma düzeyinin enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinden yüksek olması serbest haldeki kaplama materyallerinin pıhtı ağ yapısını zayıflattığını düşündürmüştür.

4.6.5 pH Değeri

Yoğurt üretiminde starter kültür olarak kullanılan laktik asit bakterilerinin aktivitesi asitlikte artış meydana getirerek pH değerini azaltır. pH değerinde meydana gelen bu azalma ürün yapısı ve lezzetini de etkiler. Yapmış olduğumuz çalışmada farklı bileşenler katılarak üretilen yoğurtların pH değerleri kontrol grubu yoğurt örneklerinde 4,00-3,78 kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 3,63-3,74 ve enkapsüle yağ

içeren yoğurt örneklerinde 3,66-3,73 arasında değişmiştir (Çizelge 4.10). Varyans analizi sonucunda, pH üzerine uygulama şekli ve depolama süresinin tek başına etkisinin önemli olduğu, uygulama şekli x depolama süresi etkileşiminin etkisinin ise istatistiki olarak önemli olmadığı bulunmuştur (Çizelge 4.11). pH değerlerindeki farklılığın hangi uygulamadan ve depolamanın hangi aşamasından kaynaklandığını belirlemek için LSD testi ile incelenmiş ve LSD test sonuçları Şekil 4.12’de verilmiştir.



Şekil 4.12 Yoğurtların pH değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi (Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p>0,05$ düzeyinde farklılık yoktur). (Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu; Enkapsüle Yağ: Kapsüllemiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllememiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)

Test edilen tüm yoğurt gruplarında başlangıçtan 21. güne pH’da azalma gözlenmiş fakat kontrol grubu yoğurtlardaki bu azalma 14. güne kadar önemliyken ($p<0,05$), enkapsüle yağ ve kapsüllememiş yağ ilaveli yoğurtlarda tüm depolama süresi boyunca önemli bir farklılık gözlemlenmemiştir ($p>0,05$). Şekil 4.12 incelendiğinde 14.günden sonra kontrol grubu yoğurt örnekleri ve keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerindeki pH değerleri arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olmadığı görülmüştür. Üretim sırasında yoğurt bakterilerinin metabolik aktiviteleri inkübasyondan sonra soğutma işlemiyle azalmasına karşın, laktik asit bakterilerinin enzimatik aktiviteleri soğutma işlemiyle tamamen durmadığından kontrol grubu yoğurt örneklerinde depolamanın 14. gününe kadar pH düşüşü devam etmiştir (Sezgin, 2002).

Estrada ve arkadaşlarının (2011) yaptıkları çalışmada, çilekli yoğurt ve enkapsüle edilmiş balık yağı ilave edilmiş çilekli yoğurtta ölçtüğü pH değerlerinde; çilekli yoğurda enkapsüle edilmiş balık yağı ilavesinin yoğurt pH'sı üzerinde anlamlı bir etkisi

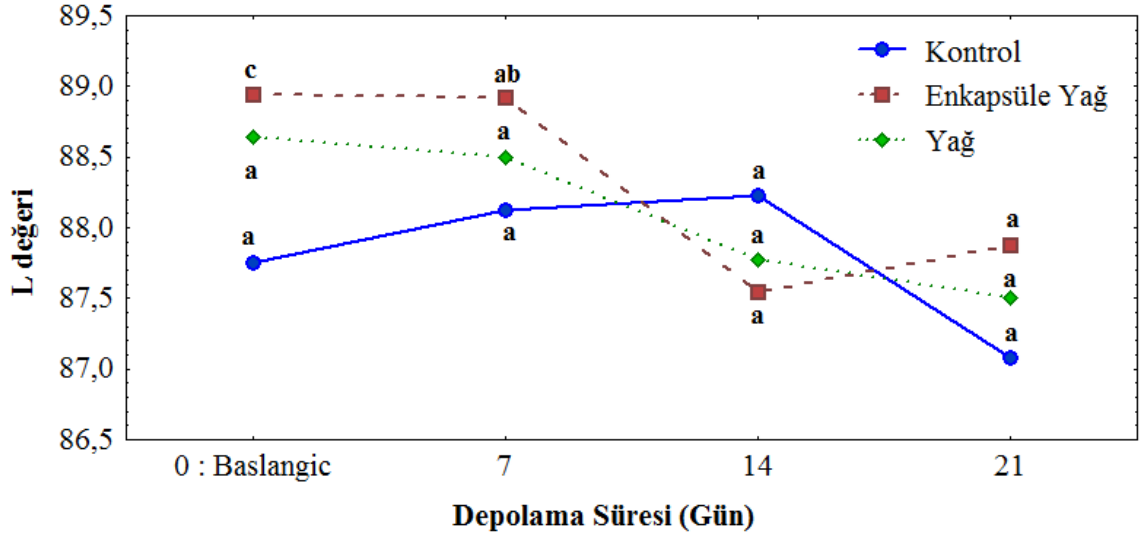
olmadığını gözlemlenmiştir. 4 hafta boyunca depolanan iki yoğurtta da pH değerleri birbirine çok yakın olup 4,4 – 4,5 arasında değişim göstermiştir. Estrada Andino (2011) enkapsüle balık yağı ilave ettiği yoğurt örneklerindeki pH değerlerinin kontrol örneklerinden daha düşük olduğunu, ancak bu düşüşün istatistiksel olarak önemli olmadığını belirtmiştir ($p>0,05$). Yapmış olduğumuz çalışmada da 14.günden sonra yoğurt gruplarının pH'ları arasında önemli bir fark gözlenmemiştir ($p>0,05$)

4.6.6 Renk

Renk analizlerinde L değerleri 0-100 arasında bir değer almakta ve 0-50 koyuluğu, 51-100 ise parlaklığı tanımlamaktadır. “a” değeri yeşil ve kırmızılığın bir ölçüsü olup negatif değeri yeşile, pozitif değeri kırmızıya yaklaşmaktadır. “b” değerinin ise pozitif değerleri sarılığı, negatif değerleri ise maviliği ifade etmektedir (www.hunterlab.com/an-1005b.pdf).

Yaptığımız çalışmada farklı bileşenler katılarak üretilen yoğurtların L değerleri incelenmiş ve bu değer kontrol grubu yoğurt örneklerinde 87,75 – 88,94 kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 87,54 – 88,49 enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde 87,07 – 87,87 aralığında kaydedilmiştir (Çizelge 4.10).

Faktörlerin yoğurt örneklerinin L değerleri üzerine etkisi Çizelge 4.11’de verilmiştir. Varyans analizi sonucunda depolama süresi, uygulama şekli, depolama süresi x uygulama şekli etkileşiminin L değerleri üzerinde etkili olmadığı görülmüştür ($p>0,05$). Başlangıçtan 21.güne kadar her bir yoğurt örneğinde L değerleri incelendiğinde ise azalma gözlemlendiği ancak bu azalmanın yalnız enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde 7.günde istatistiksel olarak önemli olduğu kaydedilmiştir ($p<0,05$) (Şekil 4.13).

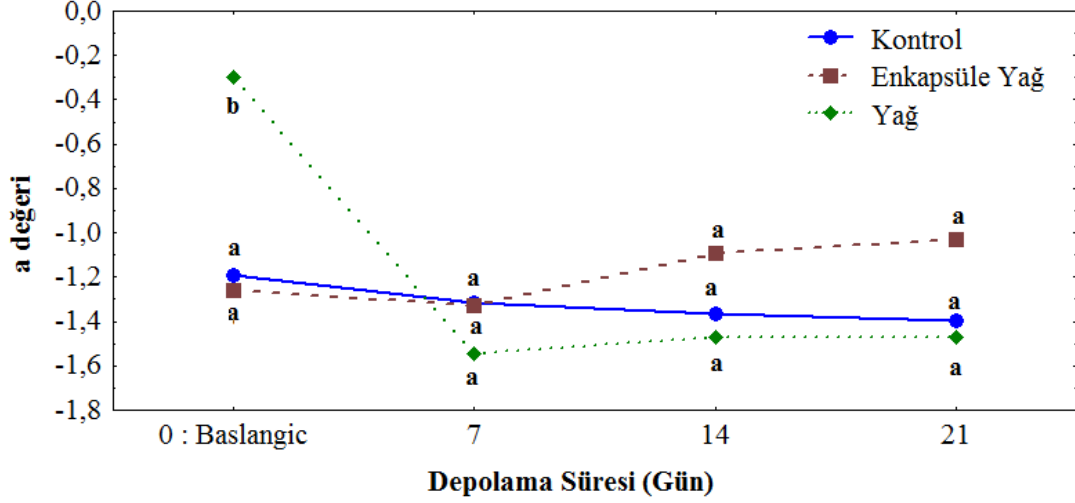


Şekil 4.13 Yoğurtların L değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi (Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p>0,05$ düzeyinde farklılık yoktur). (Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu Enkapsüle Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu; Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubunu ifade etmektedir.)

Andino (2011) 4 hafta depoladığı mikroenkapsülenmiş balık yağı ilaveli yoğurt örneklerinde yaptığı renk analizinde L değerlerinde istatistiksel olarak bir değişim gözlememiştir. Yaptığımız çalışmada Andino'nun (2011) bulgularına benzer olarak kapsüllenmemiş yağ içeren ve kontrol grubu yoğurt örneklerinde L değerlerinde istatistiksel olarak bir değişim gözlemlenmemiştir.

Her bir grup yoğurt örneğinin "a" değerleri incelendiğinde yalnızca kaplama materyali içeren kontrol grubu yoğurt örneklerinde -0,29 – -1,31, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde -1,09 – -1,54 ve enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde ise -1,03 – -1,47 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.10). Faktörlerin "a" değerleri üzerine etkisi varyans analizi ile incelendiğinde depolama süresi, uygulama şekli ve depolama süresi x uygulama şekli etkileşiminin "a" değerleri üzerinde etkili olmadığı görülmüştür ($p>0,05$) (Çizelge 4.11).

Şekil 4.14'te görüldüğü gibi depolama süresi boyunca "a" değeri kontrol grubu ve kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde azalırken, enkapsüle yağ içeren örneklerde ise artmıştır fakat bu artma istatistiksel olarak önemli değildir ($p>0,05$). Çalışmamızda bulduğumuz "a" değeri negatif değerler aldığından yeşilliği ifade etmektedir.



Şekil 4.14 Yoğurtların “a” değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.

(Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p > 0,05$ düzeyinde farklılık yoktur)

(Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu

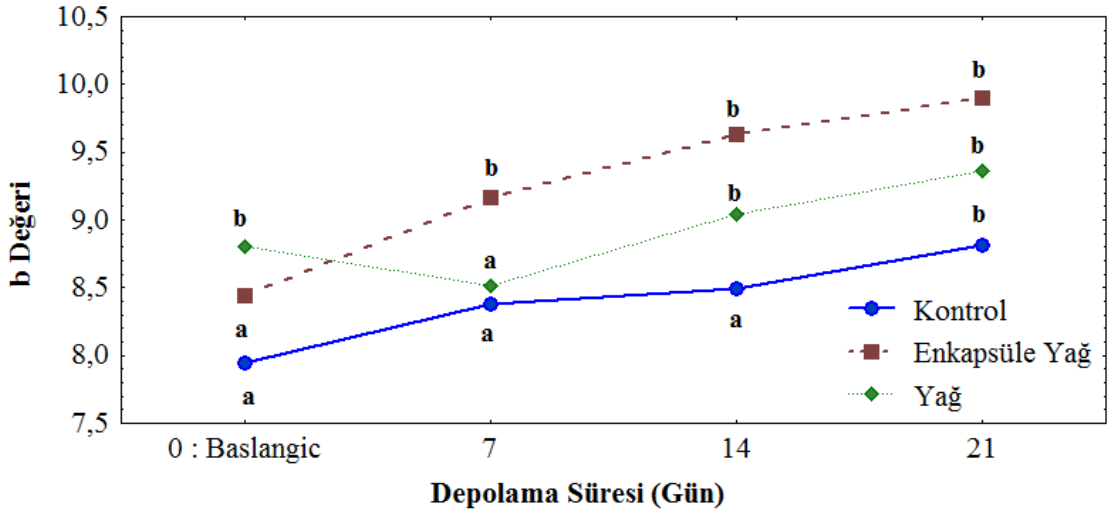
Enkapsüle Yağ: Kapsüllemiş yağ içeren yoğurt grubu

Yağ: Kapsüllememiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu)

Estrada Andino (2011) enkapsüle balık yağı ilave ettiği yoğurt örneklerinde “a” değerlerini incelemiş ve 4 haftalık depolama süresi boyunca bütün yoğurt örneklerinde “a” değerlerini negatif bulmuş ve istatistiksel olarak önemli bir değişiklik gözlemlememiştir ($p > 0,05$). Estrada ve arkadaşlarının (2011) çilekli yoğurt ve mikroenkapsüle edilmiş balık yağı ilaveli çilekli yoğurtlarda yaptığı araştırmada “a” değerinde ortaya çıkan değişimler yoğurdun karıştırılmasına, doğal pigmentlerin (karotenoidler) yoğurt matrisine sızmasına ve pH değerindeki değişimlere bağlanmıştır. Maltodekstrinin spray kurutucuda ve dondularak kurutulduğu bir çalışmada elde edilen tüm toz ürünlerin “a” değerleri negatif bulunmuş, bu durum ürünlerde herhangi bir yanmanın, kırmızılaşmanın olmadığı şeklinde açıklanmıştır (Türker ve ark., 2018). Yaptığımız çalışmada da benzer şekilde özellikle enkapsüle edilmiş keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerinde “a” değerinin negatif olması, başka bir ifadeyle kırmızılığın olmaması enkapsülasyonda dondurarak kurutma tekniği kullanılmasına bağlanmıştır. Kapsüllememiş yağ içeren yoğurt örneklerinin başlangıçtaki “a” değerlerinin istatistiksel olarak yüksek olması da yoğurt üretimi sırasında bileşime giren maddelerin homojen olarak karıştırılmaması ile açıklanabilir.

Renk analizinin diğer bir parametresi olan “b” değerleri kontrol grubu yoğurt örneklerinde 7,94 – 8,80, kapsüllememiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 8,49 – 9,63, ve enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde 8,81 – 9,89 olarak bulunmuştur (Çizelge

4.10). Varyans analizi yapıldığında ise Çizelge 4.11’de de görüldüğü gibi, depolama süresi ve uygulama şekli sarılık ve maviliği ifade eden “b” değerleri üzerine etkili olduğu, depolama süresi x uygulama şekli etkileşiminin ise etkili olmadığı gözlemlenmiştir. “b” değerlerindeki farklılığın hangi uygulamadan ve depolamanın hangi aşamasından kaynaklandığını belirlemek için LSD testi ile incelenmiş ve LSD test sonuçları Şekil 4.15’te verilmiştir. Enkapsüle edilmiş keten tohumu yağı içeren yoğurtlarda “b” değerleri 7.günde artmış ve 21 gün boyunca değişmeden kalmıştır.



Şekil 4.15 Yoğurtların “b” değerlerine uygulama farklılığı ve depolamanın etkisi.

(Aynı harfle ifade edilen gruplar arasında $p > 0,05$ düzeyinde farklılık yoktur)

(Kontrol: Sadece kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu)

Enkapsüle Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu

Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu)

Estrada Andino (2011)’nin enkapsüle balık yağı ilave ettiği yoğurt örneklerinde 4 hafta boyunca incelediği “b” değerlerinde depolama boyunca istatistiksel olarak önemli artma gözlemlenmiştir ($p < 0,05$). Bizim çalışmamız da enkapsüle yağ içeren yoğurt grupları dışındaki yoğurt gruplarında “b” değerleri Estrada Andino’nun (2011) bulgularına benzerlik göstermiştir.

Tüm yoğurt örneklerinde renk parametreleri arasındaki korelasyon incelendiğinde, enkapsüle edilmiş keten tohumu yağı içeren örneklerde a ve b değerleri arasında sıkı bir ilişki gözlemlenmiştir (Çizelge 4.12). Yapılan çalışmada a değerleri tüm yoğurt örneklerinde negatif bulunduğu için yeşilliği ifade etmektedir. Dalga boyu birbirine yakın olduğundan, beklenildiği üzere yeşillik (500-565 nm) arttıkça sarılık (565-590 nm), sarılık arttıkça yeşillik de artmıştır.

Çizelge 4.12 Enkapsüle keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerinde renk parametreleri arasındaki korelasyon

Renk Parametreleri			
	L	a	b
L	1,000	-0,255	-0,377
a	-0,255	1,000	0,786*
b	-0,377	0,786*	1,000

* p<0,05

4.6.7 Yağ Asitleri Kompozisyonu

Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağı içeren iki farklı yoğurttan ekstrakte edilen lipitlerin 1 ve 21. gündeki yağ asitleri kompozisyonu analiz sonuçları Çizelge 4.13’de verilmiştir.

Çizelge 4.13 Yağ asitleri kompozisyonu analiz sonuçları

	1.gün		21.gün	
	Enkap. Yağ¹	Yağ²	Enkap. Yağ	Yağ
C 10:0 % (Kaprik asit)	-	-	0,46	0,21
C 12:0 % (Laurik asit)	-	-	0,55	0,26
C 14:0 % (Miristik asit)	-	2,85	1,96	2,02
C 16:0 % (Palmitik asit)	19,95	15,07	10,47	10,94
C 18:0 % (Stearik asit)	12,79	8,28	5,66	5,97
C 18:1 % (Oleik asit)	32,34	23,62	18,68	19,87
C 18:2 % (Linoleik asit)	16,02	14,80	14,11	14,27
C 20:1 % (Gadoleik asit)	18,90	35,05	48,12	46,45

1: Enkap. Yağ: Kapsüllenmiş yağ içeren yoğurt grubu

2: Yağ: Kapsüllenmemiş yağ + kaplama materyalleri içeren yoğurt grubu

Doymuş yağ asitleri (SAFA) (kaprik, laurik, miristik, palmitik ve stearik asit), tekli doymamış yağ asitleri (MUFA) (oleik ve gadoleik asit) ve çoklu doymamış yağ asitleri (PUFA) (linoleik asit) incelenmiştir. Analiz sonuçlarında tespit edilen yağ asitlerine bakıldığında MUFA’nın ω -9 yağ asitlerinden, PUFA’nın ω -6 yağ asitlerinden oluştuğu görülmektedir. Başlangıçta, enkapsüle edilmiş yağ içeren yoğurt örneklerinden ekstrakte edilen yağlarda; SAFA %32,74, MUFA 16,02 ve PUFA %51,24, doymamış yağ asitleri oranı toplam % 67,26 olarak bulunmuştur. Bu oranlar 21.günde SAFA

%19,1, MUFA %66,8 ve PUFA %14,11, doymamış yağ asitleri toplamı %80,91 olarak değişmiştir. Kapsüllenmemiş keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerinden ekstrakte edilen yağlarda 1.gün SAFA %26,2, MUFA %58,67, PUFA %14,8 olarak bulunmuş ve doymamış yağ asitleri toplam %73,47 olarak hesaplanmıştır. Bu oranlar 21.günde SAFA %19,4, MUFA %14,27 ve PUFA %66,32, doymamış yağ asitleri oranı %80,59 olarak değişmiştir.

Her iki örnekte de doymamış yağ asitleri oranı 21 günün sonunda artmış, bu artış enkapsüle yağ içeren örneklerde daha fazla olmuştur.



5.SONUÇLAR

Son zamanlarda birçok sektörde üretilen ürünlerin fonksiyonel özelliklerini geliştirip raf ömürlerini uzatmayı amaçlayan mikroenkapsülasyon teknolojisi, doymamış yağ asitlerince zengin gıdalarda önemli bir problem olan lipit oksidasyonunu engellemek amacıyla yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu çalışmada keten tohumu yağı gibi sıcaklığa duyarlı bir yağın dondurarak kurutma yöntemiyle mikroenkapsüle edilip, kaplama materyallerinde bulunması gereken özellikleri sağlayan maltodekstrin ve sodyum kazeinat ile oksidasyona karşı korunması araştırılmıştır.

Çalışmada uygun formülasyona karar vermek için enkapsülasyonun temel aşamalarından biri olan emülsiyon hazırlama işleminin ardından emülsiyon stabilitesi ve damlacık boyutu incelenmiş, dondurarak kurutma işleminden sonra elde edilen tozlarda ise enkapsülasyon etkinliği belirlenmiştir. En uygun formülasyon belirlendikten sonra üretimi gerçekleştirilen enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarının farklı sıcaklıklardaki (30-40°C) depolamada ve yoğurt ortamındaki oksidatif stabilitesi incelenmiştir.

Depolama denemesinde mikroenkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının 10 hafta boyunca belli aralıklarla alınan örneklerin peroksit ve anisidin değerlerinin ölçülmesi ile depolamadaki oksidatif stabiliteleri belirlenmiştir.

Mikroenkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarının yoğurt ortamındaki oksidatif stabilitesinin incelenmesi için yağsız UHT süttten yoğurt üretimi yapılmıştır. Çalışmanın bu kısmında süt bileşimine sadece kaplama materyalleri olan maltodekstrin ve sodyum kazeinatın eklendiği kontrol grubu yoğurt, enkapsüle yağın eklendiği yoğurt, kapsüllenmemiş yağ ve kaplama materyalleri karışımının eklendiği yoğurt olmak üzere 3 farklı grup yoğurt üretilmiştir. Yoğurtlar 21 gün boyunca 4°C'de depolanmıştır. Depolamanın 1, 7, 14 ve 21. günlerinde, bu yoğurtların oksidatif stabiliteleri, fiziksel, kimyasal ve fizikokimyasal özelliklerinin araştırılması amacıyla; peroksit değeri, anisidin değeri, tiyobarbütirik asit reaktifi maddeleri miktarı, yağ asitleri kompozisyonu pH, su salma ve renk analizleri de gerçekleştirilmiştir.

Çalışma sonuçlarına göre;

- Enkapsülasyon işleminde emülsiyon stabilitesinin enkapsülasyon etkinliği ve duyuşal olarak belirlenen kıvam ile ilişkisi olduđu, emülsiyon stabilitesi arttıka enkapsülasyon etkinliğinin de arttığı gözlemlenmiştir (Çizelge 3.1).
- Enkapsülasyon etkinliğinin kaplama materyali/yağ oranına, kaplama materyali türüne, emülsiyon stabilitesine ve dolayısı ile de damlacık boyutuna bağı olduđu görülmüştür.
- Mikroenkapsülasyon işleminde elde edilen tozların nem içeriğı %4,183±0,047, su aktivitesi 0,171±0,002 olarak belirlenmiş, kurutulmuş bir üründe kabul edilebilir maksimum nem ve su aktivitesi değerlerinin altında bulunmuştur.
- Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında, oksidasyonun başlangıç aşamasına karşılık gelen yaklaşık ilk 25/28 gün boyunca peroksit değerlerinde hafif bir şekilde artma gözlenmiştir. 25/28 gün sonunda ise peroksit değerlerindeki artmanın daha belirgin bir şekilde gerçekleştiğı görülmüştür. Ayrıca 77 veya 84 günden sonra hemen hemen aynı kalarak 105 gün boyunca belli bir plato değerinde sabit kalmıştır.
- Enkapsüle edilmemiş ve edilmiş keten tohumu yağlarında başlangıç peroksit düzeyleri, sırasıyla 3,97 ile 4,32 mEq peroksit/kg yağ olarak bulunmuştur
- Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarındaki ikincil oksidasyon ürünlerini belirlemek amacıyla anisidin değışimi incelendiğinde; anisidin değerlerinin, peroksit oluşumu ile eş zamanlı olarak arttığı gözlenmiştir (Şekil 4.3). Sıcaklıktaki artışın her iki uygulamada da, anisidin değerlerinin artmasına neden olduđu belirlenmiştir.
- Lipit oksidasyonunda eğimi düşük olan aşama başlatma aşaması, yüksek eğimli aşama gelişme aşaması olarak değerlendirilmiştir. Oksidasyonun başlama anı, belirlenen aralıkların iki düz çizgi ile donatılıp iki doğrusal bölgeye ayrılması ile belirlenmiştir (Şekil 3.17). İki doğrusal çizginin kesişme noktaları, oksidasyonun başlama zamanı olarak kabul edilmiştir. Oksidasyonun başlama zamanından öncesi ve sonrası için peroksit ve anisidin değerlerindeki değışim ile ilişkili çizilen eğriler 0. derece reaksiyon kinetiğıyle değerlendirilmiştir. Oksidasyonun başlama ve gelişme aşamalarında peroksit ve anisidin değerlerine ilişkin hız

sabiti deęerleri sırasıyla k_{1PD} , k_{1AD} ve k_{2PD} , k_{2AD} olarak ifade edilmiştir. Peroksit ve anisidin deęerleri için hesaplanan k_1 ve k_2 deęerleri enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarında sıcaklığa baęlı olarak artış göstermiştir (Çizelge 4.2).

- Anisidin deęerlerine iliřkin oksidasyonun her iki aşaması için hesaplanan hız sabitleri, hidroperoksitler için hesaplanandan önemli ölçüde daha düşük bulunmuştur (Çizelge 4.2).
- Kullanılan modelin gözlemlenen verilere uygunluğu regresyon katsayısı, (R^2), ortalama hata karenin karekökü (RMSE), yanlılık (Bias; B_f) ve doęruluk (accuracy; A_f) faktörleri ile deęerlendirilmiş ve kullanmış olduğumuz modelin peroksit ve anisidin deęerlerindeki deęişimi açıklamak için uygun olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.2 ve 4.3)
- Çalışmada ayrıca depolanmış keten tohumu yağlarındaki peroksit deęerleri deęişiminin sigmoidal modelle de incelenebileceęi belirlenmiştir.
- Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının peroksit deęerlerinin 10 veya 15 (mEq peroksit/kg yağ peroksit) sınır deęerlerine ulaşmak için gerekli raf ömrü süreleri hesaplanmıştır. Bu süre 10 deęerine ulaşabilmek için; 30°C’de enkapsüle yağlarda 183 gün, enkapsüle edilmemiş yağlarda 66 günde, 40 °C için enkapsüle yağlarda 140 gün, enkapsüle edilmemiş yağlarda 53 gün olarak belirlenmiştir. 15 deęerine ulaşabilmek için gerekli süre 30°C’de enkapsüle yağların 327 günde, enkapsüle edilmemiş yağların 101 günde bu deęere ulaştığı belirlenmiştir. Bu süreler, 40 °C için enkapsüle yağlarda 245 gün, enkapsüle edilmemiş yağlarda 78 gün olarak bulunmuştur (Çizelge 4.5).
- Enkapsüle edilmiş ve edilmemiş keten tohumu yağlarının anisidin deęerinin kalite sınır deęeri olan “2” deęerine ulaşması için gerekli süreler hesaplanmıştır. Bu süreler 30°C’de enkapsüle yağlarda 538 gün, enkapsüle edilmemiş yağlarda 435 gündür. Ayrıca 40°C için enkapsüle edilmiş keten tohumu yağlarında 479 gün, enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağlarında ise 356 gün olarak bulunmuştur.
- Depolamada yoęurt örneklerinin peroksit deęerleri, kontrol grubu yoęurt örneklerinde, kapsüllenmemiş keten tohumu yaęı katılan yoęurt örneklerinde, enkapsüle edilmiş keten tohumu yaęı içeren yoęurt örneklerinde, sırasıyla 1,632 – 1,670 mEq peroksit/kg örnek, 4,280 – 4,557 mEq peroksit/kg örnek ve 5,560 –

5,590 mEq peroksit/kg örnek olarak bulunmuştur (Çizelge 4.6). Her üç yoğurt grubu örneğinde depolama boyunca olan artışlar incelendiğinde, kapsüllenmemiş yağ içeren örneklerde peroksit değerindeki artışın daha fazla ve istatistiksel olarak önemli olduğu gözlenmiştir ($p<0,05$).

- Depolama boyunca yoğurt örneklerinde anisidin değerleri kontrol grubu yoğurt örneklerinde 0,186-0,192, kapsüllenmemiş yağ içeren örneklerde 0,296-0,335 enkapsüle yağ içeren örneklerde 0,741-0,758 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.6). Kontrol grubu yoğurt örneklerinde 21 gün boyunca gözlenen değişim istatistiksel olarak önemli değilken ($p>0,05$), enkapsüle yağ ve kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde anisidin değerlerindeki artış istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0,05$).
- 450 nm'de ölçülen TBA değerleri kontrol grubu yoğurt örneklerinde, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde, enkapsüle edilmiş yağ içeren yoğurt örneklerinde, sırasıyla 0,518–0,544, 0,926–0,988 ve 0,921-0,966 olarak bulunmuştur. 532 nm'de ölçülen TBA değerleri ise kontrol grubu yoğurt örneklerinde 0,224-0,231, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 0,443–0,461, enkapsüllenmiş keten tohumu yağı içeren yoğurt örneklerinde 0,441–0,454 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.6). Her bir grup yoğurt örneği incelendiğinde 450 nm ölçülen TBA değerlerinde depolama boyunca istatistiksel olarak önemli bir artma gözlemlenmişken, 532 nm'de ölçülen TBA değerlerinde istatistiksel olarak önemli bir değişim gözlenmemiştir (Şekil 4.9 ve Şekil 4.10). 450 nm'de ölçülen TBA değerlerinde; kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt gruplarında gözlenen artış diğer gruplardan daha yüksek bulunmuştur.
- Yoğurt örneklerinde depolama boyunca su salma miktarları 25 gramda incelenmiş ve bu değerler enkapsüle yağ içeren örneklerde 10,33 – 10,50 mL, kontrol grubu yoğurt örneklerinde 11,92 – 12,00 mL, kapsüllenmemiş yağ içeren örneklerde 11,83 – 12,33 arasında gözlenmiştir (Çizelge 4.10). Yoğurt örneklerinde uygulama şekli ve depolama süresinin serum ayrılması üzerine etkisi varyans analizi ile incelendiğinde, uygulama şeklinin etkili olduğu, depolama süresi ve uygulama şekli x depolama süresi etkileşiminin etkili olmadığı görülmüştür (Çizelge 4.11). Her bir grup yoğurt örneğinde başlangıçtan 21. güne kadar olan serum ayrılmasında istatistiksel olarak önemli bir değişiklik gözlenmemiştir ($p>0,05$).

- Yoğurtların pH değerleri depolama boyunca; kontrol grubu yoğurt örneklerinde 4,00-3,78 arasında, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 3,63-3,74 arasında ve enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde 3,66-3,73 arasında değişmiştir (Çizelge 4.10). Uygulama şekli ve depolama süresinin pH üzerine etkisi varyans analizi ile incelendiğinde, uygulama şekli ve depolama süresinin tek başına etkisinin istatistiksel önemli olduğu, uygulama şekli x depolama süresi etkileşiminin etkisinin istatistiki olarak önemli olmadığı gözlemlenmiştir (Çizelge 4.11).
- Yoğurtlarda renk parametrelerinden biri olan L değerleri incelendiğinde kontrol grubu yoğurt örneklerinde 87,75 – 88,94 kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde 87,54 – 88,49 enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde 87,07 – 87,87 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.10). Varyans analizi ile faktörlerin etkisi incelendiğinde ise depolama süresi, uygulama şekli, depolama süresi x uygulama şekli etkileşiminin L değerleri üzerinde etkisinin olmadığı görülmüştür ($p>0,05$). Depolama boyunca her bir yoğurt örneğinde L değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Bu azalma yalnızca enkapsüle yağ içeren yoğurt grubu örneklerinde 7.günde istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0,05$). Depolama boyunca her bir grup yoğurt örneğinde “a” değerleri; kontrol grubu yoğurt örneklerinde -0,29 – -1,31, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde -1,09 – -1,54 ve enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde ise -1,03 – -1,47 olarak kaydedilmiştir (Çizelge 4.10). Faktörlerin a” değerleri üzerine etkisi incelenmiştir. Varyans analizi sonucunda depolama süresi, uygulama şekli ve depolama süresi x uygulama şekli etkileşiminin “a” değerleri üzerinde etkili olmadığı görülmüştür (Çizelge 4.11). “b” değerleri kontrol grubu yoğurt örneklerinde, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurt örneklerinde ve enkapsüle yağ içeren yoğurt örneklerinde sırasıyla 7,94 – 8,80, 8,49 – 9,63 ve 8,81 – 9,89 olarak bulunmuştur (Çizelge 4.10). Faktörlerin etkisi varyans analizi ile incelendiğinde depolama süresi ve uygulama şeklinin “b“ değerleri üzerine etkili olduğu, depolama süresi x uygulama şekli etkileşiminin ise etkili olmadığı gözlemlenmiştir (Çizelge 4.11). Depolama sonunda kontrol grubu ve enkapsüle yağ içeren yoğurtlarda “b” değerleri artmış, kapsüllenmemiş yağ içeren yoğurtlarda ise istatistiksel açıdan önemli bir değişiklik gözlemlenmemiştir ($p>0,05$).

Sonuç olarak;

Hızlı okside olması sebebiyle bazı batı ülkelerinde tüketilmeyen keten tohumu yağının amaçlandığı gibi enkapsülasyon işlemi ile raf ömrünün uzatıldığı, oksidasyona karşı korunduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca keten tohumu yağlarının sıcaklığa duyarlı olduğu, yüksek sıcaklıkta daha hızlı oksidasyona uğradığı belirlenmiştir. Enkapsülasyon işleminin yoğurt ortamında da keten tohumu yağının oksidasyonunu engellediği gözlemlenmiştir.

Bu çalışma ile omega-3 yağ asitlerince zengin, fonksiyonel bir gıda olan keten tohumu yağının insanlar tarafından sevilerek tüketilen fermente bir süt ürünü olan yoğurt içerisine katılarak daha çok tüketilmesi, lipid oksidasyonuna karşı koruyup raf ömrünü uzatmak amacıyla uygulanacak yeni mikroenkapsülasyon çalışmalarına ışık tutması beklenmektedir.

KAYNAKLAR

- Amin, T., and Thakur, M.** (2014). A comparative study on proximate composition, phytochemical screening, antioxidant and antimicrobial activities of *Linum usitatissimum* L.(flaxseeds). *Int. J. Curr. Microbiol. App. Sci*, 3(4), 465-481.
- Anonim.** Türk Gıda Kodeksi Fermente Sütler Tebliği, 2009 T.C. Tarım ve Köyişleri Bakanlığı, Tebliğ Nu: 2009/25, Ankara, 2009
- Anwar, SH and Kunz B.** 2011. Kunz The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: Comparison of spray granulation, spray drying, and freeze drying. *Journal of Food Engineering*, 105, 367–378
- Aragao, G. M., Corradini, M. G., and Peleg, M.** (2008). A phenomenological model of the peroxide value's rise and fall during lipid oxidation. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85(12), 1143-1153.
- Armutak, Y., ve Bayındırlı, A.** (1995). Gıdalarda Raf Ömrü Belirleme Yöntemleri. *Gıda Dergisi*, 20(4).
- Asif, M.** (2011). Health effects of omega-3, 6, 9 fatty acids: *Perilla frutescens* is a good example of plant oils. *Oriental Pharmacy & Experimental Medicine*, 11(1), 51-59.
- Asnaashari, M., Farhoosh, R., and Sharif, A.** (2014). Antioxidant activity of gallic acid and methyl gallate in triacylglycerols of *Kilka* fish oil and its oil-in-water emulsion. *Food Chemistry*, 159, 439-444.
- Atamer, M., Yetişmeyen, A., ve Alpar, O.** (1986). Farklı Isı Uygulamalarının İnek Sütlerinden Üretilen Yoğurtların Bazı Özellikleri Üzerine Etkisi. *Gıda/The Journal of Food*, 11(1).
- Augustin, M. A., Sanguansri, L., and Bode, O.** (2006). Maillard reaction products as encapsulants for fish oil powders. *Journal of Food Science*, 71(2), E25-E32.
- Bae, E. K., and Lee, S. J.** (2008). Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. *Journal of Microencapsulation*, 25(8), 549-560.
- Balkır, P.** (2006). Taze kaşar peynirlerine yapılan hilelerin belirlenmesi ve taklit taze kaşar peynirlerinin ayırt edilme yöntemleri (*Doctoral dissertation, Ege Üniversitesi*).
- Bozdemir, Y.** (2007). Keten Tohumu (*Linum Usitatissimum*) Ekstraktında Katalaz Ve Süperoksit Dismutaz Enzim Aktiviteleri, *Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*
- Bravi, E., Perretti, G., Marconi, O., Patrizi, E., and Fantozzi, P.** (2011). Secoisolariciresinol diglucoside determination in flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) oil and application to a shelf life study. *Food Chemistry*, 126(4), 1553-1558.
- Burgain, J., Gaiani, C., Linder, M., and Scher, J.** (2011). Encapsulation of probiotic living cells: From laboratory scale to industrial applications. *Journal of Food Engineering*, 104(4), 467-483.
- Canbulat, Z., ve Özcan, T.** (2008). Süt ürünlerinin eikosapentaenoik asit (EPA) ve dokosahekzaenoik asit (DHA) ile zenginleştirilmesi. *Türkiye*, 10, 713-716.
- Carareto, N. D. D., Monteiro Filho, E. S., Pessôa Filho, P. A., and Meirelles, A. J. A.** (2010). Water activity of aqueous solutions of ethylene oxide-propylene oxide block copolymers and maltodextrins. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 27(1), 173-181.
- Carneiro, H. C., Tonon, R. V., Grosso, C. R., and Hubinger, M. D.** (2013). Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, 115(4), 443-451.

- Cerimedo, M. S. Á., Cerdeira, M., Candal, R. J., and Herrera, M. L.** (2008). Microencapsulation of a low-trans fat in trehalose as affected by emulsifier type. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85(9), 797-807.
- Chaves, A. C. S. D., Fernandez, M., Lerayer, A. L. S., Mierau, I., Kleerebezem, M., and Hugenholtz, J.** (2002). Metabolic engineering of acetaldehyde production by *Streptococcus thermophilus*. *Applied and Environmental Microbiology*, 68(11), 5656-5662.
- Charoen, R., Jangchud, A., Jangchud, K., Harnsilawat, T., and McClements, D. J.** (2015). The physical characterization and sorption isotherm of rice bran oil powders stabilized by food-grade biopolymers. *Drying technology*, 33(4), 479-492.
- Choo, W. S., Birch, J., and Dufour, J. P.** (2007). Physicochemical and quality characteristics of cold-pressed flaxseed oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 20(3-4), 202-211.
- Coupland, J. N., and McClements, D. J.** (1996). Lipid oxidation in food emulsions. *Trends in food science & technology*, 7(3), 83-91.
- Dal Bello, B., Torri, L., Piochi, M., and Zeppa, G.** (2015). Healthy yogurt fortified with n-3 fatty acids from vegetable sources. *Journal of dairy science*, 98(12), 8375-8385.
- Desai, K. G. H., and Jin Park, H.** (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying technology*, 23(7), 1361-1394.
- Frankel, E. N.** (2014). Lipid oxidation. Northern Regional Research Center, Agricultural Research, Science and Education Administration, U.S. Department of Agriculture, Peoria, Illinois 61604, U.S.A. Elsevier.
- EFSA.** 2009. Scientific Opinion of the Panel on Dietetic products, Nutrition and Allergies on a request from European Commission related to labelling reference intake values for n-3 and n-6 polyunsaturated fatty acids. *EFSA J.* 1176:1–11.
- Erdoğan, Ö., ve Ergün, Ö.** (2004). Dana Jambon Üretiminde Sodyum Difosfat ve Sodyum Kazeinatın Çeşitli Kombinasyonlarda Kullanılması ve Bunların Ürünün Bazı Duyusal Olarak Algılanan Fiziksel Özelliklerine ve Bazı Kimyasal Özelliklerine Etkileri. *Journal of Science and Engineering*, 7(2).
- Estrada, J. D., Boeneke, C., Bechtel, P., and Sathivel, S.** (2011). Developing a strawberry yogurt fortified with marine fish oil. *Journal of dairy science*, 94(12), 5760-5769.
- Estrada Andino, J. D.** (2011). Production and processing of a functional yogurt fortified with microencapsulated omega-3 and vitamin E
- Fäldt, P., and Bergenståhl, B.** (1996). Spray-dried whey protein/lactose/soybean oil emulsions. 1. Surface composition and particle structure. *Food hydrocolloids*, 10(4), 421-429.
- Farhoosh, R., and Hoseini-Yazdi, S. Z.** (2013). Shelf-life prediction of olive oils using empirical models developed at low and high temperatures. *Food Chemistry*, 141(1), 557-565.
- Fenaille, F., Mottier, P., Turesky, R. J., Ali, S., and Guy, P. A.** (2001). Comparison of analytical techniques to quantify malondialdehyde in milk powders. *Journal of Chromatography A*, 921(2), 237-245.
- Gerdes, S.** (2007). Yogurt: enhancing a superfood. *Food Product Design*, 3, 68-80.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., and Saurel, R.** (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9), 1107-1121.
- Gibbs F. B., Kermasha S., Alli I., Mulligan C. N.** (1999). Encapsulation in the food industry: a review. *International journal of food sciences and nutrition*, 50(3), 213-224.

- Gómez-Alonso, S., Mancebo-Campos, V., Desamparados Salvador, M., and Fregapane, G.** (2004). Oxidation kinetics in olive oil triacylglycerols under accelerated shelf-life testing (25–75° C). *European journal of lipid science and technology*, 106(6), 369-375.
- González-Martínez, C., Becerra, M., Cháfer, M., Albors, A., Carot, J. M., and Chiralt, A.** (2002). Influence of substituting milk powder for whey powder on yoghurt quality. *Trends in Food Science & Technology*, 13(9), 334-340.
- Goyal, A.** (2014). Microencapsulation of Flaxseed Oil for the Fortification of Omega-3 Fatty acids in Dairy Products (Doctoral dissertation, NDRI, Karnal).
- Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M. K., Singh, A. K., Arora, S., and Sabikhi, L.** (2016). Fortification of dahi (Indian yoghurt) with omega-3 fatty acids using microencapsulated flaxseed oil microcapsules. *Journal of food science and technology*, 53(5), 2422-2433.
- Gökmen, S., Palamutoğlu, R., ve Sariçoban, C.** (2012). Gıda Endüstrisinde Enkapsülasyon Uygulamaları. *Electronic Journal of Food Technologies*, 7(1), 36-50.
- Gökmen, V., ve Öztan, A.** (1995). Gıdaların raf ömrünü etkileyen faktörler ve raf ömrünün belirlenmesi. *Gıda Dergisi*, 20(5).
- Guillén, M. D., and Cabo, N.** (2002). Fourier transform infrared spectra data versus peroxide and anisidine values to determine oxidative stability of edible oils. *Food Chemistry*, 77(4), 503-510.
- Güngör, Ö., Zungur, A., Koç, M., ve Kaymak-Ertekin, F.** (2013). Emülsiyonların Özellikleri ve Emülsifikasyon Koşullarının Aroma ve Yağların Mikroenkapsülasyonu Üzerine Etkisi. *Academic Food Journal/Akademik Gıda*, 11(2).
- Güven, M., ve Karaca, O. B.** (2003). Farklı yöntemlerle kurumaddesi artırılan sütlerden üretilen yoğurtların özellikleri. *Gıda/The Journal Of Food*, 28(4).
- Heinzelmann, K., Franke, K., Jensen, B., and Haahr, A. M.** (2000). Protection of fish oil from oxidation by microencapsulation using freeze-drying techniques. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 102(2), 114-121.
- Herchi, W., Bouali, I., Bahashwan, S., Rochut, S., Boukhchina, S., Kallel, H., and Pepe, C.** (2012). Changes in phospholipid composition, protein content and chemical properties of flaxseed oil during development. *Plant Physiology and Biochemistry*, 54, 1-5.
- Hogan, S. A., McNamee, B. F., O'riordan, E. D., and O'sullivan, M.** (2001). Microencapsulating properties of whey protein concentrate 75. *Journal of food science*, 66(5), 675-680.
- İşleroğlu, H., ve Yıldırım, Z. Y. M.** (2005). Fonksiyonel bir gıda olarak keten tohumu. *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 2005(2).
- Jardine, D., Antolovich, M., Prenzler, P. D., and Robards, K.** (2002). Liquid chromatography– mass spectrometry (LC-MS) investigation of the thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) reaction. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(6), 1720-1724.
- Kaçar, A., ve Şahan, N.** (2003) Yağ İkame Maddeleri Kullanılarak Üretilen Enerjisi Azaltılmış Dondurmaların Kimyasal Özellikleri. *HR. Ü.Z.F.Dergisi*, 2004, 8 (1):7-13
- Kasbo, M. K.** (2012). Antioxidants stabilizing fish oils: effect of antioxidant, storage temperature and type of fish oil (*Master's thesis*).
- Kaushik, V., and Roos, Y. H.** (2007). Limonene encapsulation in freeze-drying of gum Arabic–sucrose–gelatin systems. *LWT-Food Science and Technology*, 40(8), 1381-1391.
- Kaya, S., Bakkalbaşı, E., ve Cavidoğlu, İ.** (2017). Fındık, Zeytin ve Pamuk Yağlarında Peroksit Oluşum Kinetiği. *Akademik Gıda*, 15(1), 36-42.

- Keogh, M. K., and O'Kennedy, B. T.** (1999). Milk fat microencapsulation using whey proteins. *International Dairy Journal*, 9(9), 657-663.
- Khattab, R. Y., and Zeitoun, M. A.** (2013). Quality evaluation of flaxseed oil obtained by different extraction techniques. *LWT-Food Science and Technology*, 53(1), 338-345.
- Kımk, Ö., Kavas, G., ve Yılmaz, E.** (2003). Mikroenkapsülasyon tekniği ve süt teknolojisindeki kullanım olanakları. *Gıda Dergisi*, 28(4).
- Kochhar, S. P., and Henry, C. J. K.** (2009). Oxidative stability and shelf-life evaluation of selected culinary oils. *International journal of food sciences and nutrition*, 60(sup7), 289-296.
- Koç, M., Met, A., Sakin, M., ve Kaymak-Ertekin, F.** (2008). Balık yağının dondurarak kurutma yöntemiyle mikroenkapsüle edilmesi. *Türkiye*, 10, 21-23.
- Koç, M., Sakin Yılmaz, M., ve Kaymak Ertekin, F.** (2010). Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı. *Pamukkale University Journal of Engineering Sciences*, 16(1).
- Kömürlü, O., Sezen, F., Koçak, C., ve Yıldız, F.** (2005). Karbonhidrat Esaslı Yağ kame Maddesi Kullanımının Yağsız Yoğurdun Kalitesi Üzerine Etkisi. *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Süt Teknolojisi Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi*, Ankara.
- Kumar, P., and Mishra, H. N.** (2004). Mango soy fortified set yoghurt: effect of stabilizer addition on physicochemical, sensory and textural properties. *Food Chemistry*, 87(4), 501-507.
- Küçükakgöl, Ö., Koiak, C., Sezen, F., ve Yıldız, F.** (2009). Yağ İkame Maddesi Kullanılarak (Litesse Ultra Kurumadde Artırımının Yağsız Yoğurdun Kalitesi Üzerine Etkisi. *GIDA/The Journal of Food*, 34(5).
- Liu, S., Low, N. H., and Nickerson, M. T.** (2010). Entrapment of flaxseed oil within gelatin-gum arabic capsules. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 87(7), 809-815.
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J., and Desobry, S.** (2006). Flavour encapsulation and controlled release—a review. *International journal of food science & technology*, 41(1), 1-21.
- McClements, D. J., and Decker, E. A.** (2000). Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: Impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. *Journal of Food Science*, 65(8), 1270-1282.
- Mellefont, L. A., McMeekin, T. A., and Ross, T.** (2003). Performance evaluation of a model describing the effects of temperature, water activity, pH and lactic acid concentration on the growth of *Escherichia coli*. *International journal of food microbiology*, 82(1), 45-58.
- Meshref, A.** (2008). Effect of heating treatments, processing methods and refrigerated storage of milk and some dairy products on lipids oxidation. *Pakistan Journal of Nutrition*, 7(1), 118-125.
- Minemoto, Y., Adachi, S., and Matsuno, R.** (1997). Comparison of oxidation of methyl linoleate encapsulated with gum arabic by hot-air-drying and freeze-drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(12), 4530-4534.
- Minemoto, Y., Fang, X. U., Hakamata, K., Watanabe, Y., Adachi, S., Kometani, T., and Matsuno, R.** (2002). Oxidation of linoleic acid encapsulated with soluble soybean polysaccharide by spray-drying. *Bioscience, biotechnology, and biochemistry*, 66(9), 1829-1834.
- Newkirk, D. R.** (2008). Flax Feed Industry Guide. Canada: Flax Canada 2015.
- IUPAC.** (1992). Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives. In 1st supplement to 7th ed., *International union of pure and applied chemistry*. Oxford:Blackwell.

- Omar, K. A., Shan, L., Zou, X., Song, Z., and Wang, X.** (2009). Effects of two emulsifiers on yield and storage of flaxseed oil powder by response surface methodology. *Pakistan Journal of Nutrition*, 8(9), 1316-1324.
- Oomah, B. D., and Mazza, G.** (1998). Compositional changes during commercial processing of flaxseed. *Industrial Crops and Products*, 9(1), 29-37.
- Oomah, B. D.** (2001). Flaxseed as a functional food source. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(9), 889-894.
- Ouattara, B., Giroux, M., Yefsah, R., Smoragiewicz, W., Saucier, L., Borsa, J., and Lacroix, M.** (2002). Microbiological and biochemical characteristics of ground beef as affected by gamma irradiation, food additives and edible coating film. *Radiation Physics and Chemistry*, 63(3), 299-304.
- Oymael, B.** (2008). An investigation on changes of some technological properties and flavour and aromatic compounds of non-homogenised and homogenised yoghurts during shelf-life.
- Özcan, T., ve Altun, B.** (2013). Süt ürünlerinde probiyotik bakterilerin mikrokapsülasyonu I: enkapsülasyon teknikleri. *Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 27(2).
- Özdemir, K.S.** 2010. Bergamut ve limon kabuğu uçucu yağının kapsülasyonu ve elde edilen ürünün özelliklerinin belirlenmesi. *Yüksek Lisans Tezi, Akdeniz Üniversitesi*, 90 ss.
- Özdemir, S., ve Bodur, A. E.** (1994). Yoğurt Üretimi Sırasında Oluşan Fiziksel, Kimyasal ve Biyokimyasal Olaylar. *Journal of the Faculty of Agriculture*, 25(3).
- Partanen, R., Raula, J., SEPPANen, R. A. U. N. I., Buchert, J., Kauppinen, E., and Forsell, P.** (2008). Effect of relative humidity on oxidation of flaxseed oil in spray dried whey protein emulsions. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(14), 5717-5722.
- Prescha, A., Grajzer, M., Dedyk, M., and Grajeta, H.** (2014). The antioxidant activity and oxidative stability of cold-pressed oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 91(8), 1291-1301.
- Shantha, N. C., and Decker, E. A.** (1994). Rapid, sensitive, iron-based spectrophotometric methods for determination of peroxide values of food lipids. *Journal of AOAC International*, 77(2), 421-424.
- Selim, K., Tsimidou, M., and Biliaderis, C. G.** (2000). Kinetic studies of degradation of saffron carotenoids encapsulated in amorphous polymer matrices. *Food Chemistry*, 71(2), 199-206.
- Semb, T. N.** (2012). Analytical methods for determination of the oxidative status in oils (*Master's thesis, Institut for bioteknologi*).
- Sezgin E.**, 2002. Yoğurt Teknolojisi. *Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Süt Teknolojisi Ders Notları*. Sayfa.120
- Shim, S. D., and Lee, S. J.** (2011). Shelf-life prediction of perilla oil by considering the induction period of lipid oxidation. *European journal of lipid science and technology*, 113(7), 904-909.
- Šimon, P., Kolman, Ľ., Niklová, I., and Schmidt, Š.** (2000). Analysis of the induction period of oxidation of edible oils by differential scanning calorimetry. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 77(6), 639-642.
- Šimon, P., and Kolman, Ľ.** (2001). DSC study of oxidation induction periods. *Journal of thermal Analysis and Calorimetry*, 64(2), 813-820.
- Smet, K., Raes, K., De Block, J., Herman, L., Dewettinck, K., and Coudijzer, K.** (2008). A change in antioxidative capacity as a measure of onset to oxidation in pasteurized milk. *International Dairy Journal*, 18(5), 520-530.

- Steele, R.** (Ed.). (2004). Understanding and measuring the shelf-life of food. Woodhead Publishing. https://books.google.com.tr/books?id=bdnfe_Q5UAMC&pg=PA197&lpg=PA197&dq=Steele+and+bias+factor&source=bl&ots=RvEO9NB4rW&sig=ONuBapXceYCszX6AUiGhAjBCXsI&hl=tr&sa=X&ved=0ahUKEwiA6c30x5HbAhWFmLQKHUKUBxsQ6AEIKDAA#v=onepage&q=Steele%20and%20bias%20factor&f=false (Erişim Tarihi: 01.05.2018)
- Subramanian, R., Nandini, K. E., Sheila, P. M., Gopalakrishna, A. G., Raghavarao, K. S. M. S., Nakajima, M., and Maekawa, T.** (2000). Membrane processing of used frying oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 77(3), 323.
- Tan, C. P., Man, Y. C., Selamat, J., and Yusoff, M. S. A.** (2002). Comparative studies of oxidative stability of edible oils by differential scanning calorimetry and oxidative stability index methods. *Food Chemistry*, 76(3), 385-389.
- Tańska, M., Roszkowska, B., Skrajda, M., and Dąbrowski, G.** (2016). Commercial Cold Pressed Flaxseed Oils Quality and Oxidative Stability at the Beginning and the End of Their Shelf Life. *Journal of oleo science*, 65(2), 111-121.
- Taoukis, P., and Labuza, T. P.** (1996). Summary: integrative concepts. *Food chemistry* edited by Owen R. Fennema 3rd edition, 1013-1042.
- Taoukis, P. S., Labuza, T. P., and Saguy, I. S.** (1997). Kinetics of food deterioration and shelf-life prediction. Ed: Valentas, K. J., Rotstein, E., & Singh, R. P. *Handbook of food engineering practice*. CRC press. Chapter 9, pp.366-427.
- Tarladgis, B. G., Watts, B. M., Younathan, M. T., and Dugan, L.** (1960). A distillation method for the quantitative determination of malonaldehyde in rancid foods. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 37(1), 44-48.
- Tonon, R. V., Grosso, C. R., and Hubinger, M. D.** (2011). Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. *Food Research International*, 44(1), 282-289.
- Tontul, İ.** 2010. Keten Tohumu Yağının Püskürterek Kurutmayla Mikroenkapsülasyonu Üzerine Farklı Taşıyıcı Madde ve Emülsiyon Uygulamalarının Etkilerinin Araştırılması. *Yüksek Lisans Tezi, Akdeniz Üniversitesi*, 85 ss.
- Turchiuli, C., Fuchs, M., Bohin, M., Cuvelier, M. E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M. N., and Dumoulin, E.** (2005). Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(1), 29-35.
- Türker, İ., Koç, B., İşleroğlu, H.** (2018). Püskürtmeli-dondurarak kurutma işleminin maltodekstrinin fiziksel özellikleri üzerine etkisi. *GIDA* (2018) 43 (2): 197-210 doi: 10.153237/gida.GD17101
- Url-1** < <https://www.hunterlab.com/an-1005b.pdf> >, alındığı tarih: 20.04.2018
- Velasco, J., Andersen, M. L., and Skibsted, L. H.** (2004). Evaluation of oxidative stability of vegetable oils by monitoring the tendency to radical formation. A comparison of electron spin resonance spectroscopy with the Rancimat method and differential scanning calorimetry. *Food Chemistry*, 85(4), 623-632.
- Vega, C., Dalglish, D. G., and Goff, H. D.** (2005). Effect of κ-carrageenan addition to dairy emulsions containing sodium caseinate and locust bean gum. *Food hydrocolloids*, 19(2), 187-195.
- Walstra, P., Wouters, J. T., and Geurts, T. J.** (2006). *Dairy Science and Technology*. 2th edition. CRC press.
- Zhang, Z. S., Wang, L. J., Li, D., Jiao, S. S., Chen, X. D., and Mao, Z. H.** (2008). Ultrasound-assisted extraction of oil from flaxseed. *Separation and Purification Technology*, 62(1), 192-198.



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel bilgiler

Adı Soyadı	Sena PEKŞEN
Doğum Yeri ve Tarihi	Sivas, 20.04.1992
Medeni Hali	Bekâr
Yabancı Dil	İngilizce
E-posta Adresi	sena.sanli@hotmail.com

Eğitim ve Akademik Durumu

Lise	Şehit Muhammet Onur Demir Anadolu Lisesi, 2005 - 2009
Lisans	Cumhuriyet Üniversitesi, 2010 - 2014
Yüksek Lisans	Cumhuriyet Üniversitesi, 2014 - ..