

T.C.  
ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
2018-YL-025



**SPREY SOĞUTMA YÖNTEMİ İLE KAPSAİSİN  
MİKROENKAPSÜLASYONU ÜZERİNE FARKLI  
KAPLAMA MATERYALLERİNİN ETKİSİ**

**Emine VARHAN**

**Tez Danışmanı:**

**Dr. Öğr. Üyesi Mehmet KOÇ**

**AYDIN**



**T.C.**  
**ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜNE**  
**AYDIN**

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Programı öğrencisi Emine Varhan tarafından hazırlanan “Sprey Soğutma Yöntemi İle Kapsaisin Mikroenkapsülasyonu Üzerine Farklı Kaplama Materyallerinin Etkisi” başlıklı tez, (05.07.2018) tarihinde yapılan savunma sonucunda aşağıda isimleri bulunan jüri üyelerince kabul edilmiştir.

	Ünvanı, Adı Soyadı	Kurumu	İmzası
Başkan :	Dr. Öğr. Üyesi Mehmet KOÇ	Adnan Menderes Üniversitesi	.....
Üye :	Doç. Dr. Hilal ŞAHİN NADEEM	Adnan Menderes Üniversitesi	.....
Üye :	Dr. Öğr. Üyesi Banu KOÇ	Gaziantep Üniversitesi	.....

Jüri üyeleri tarafından kabul edilen bu (tezin türü) tezi, Enstitü Yönetim Kurulunun .....Sayılı kararıyla .....(tarih) tarihinde onaylanmıştır.

Prof. Dr. Aydın ÜNAY  
Enstitü Müdürü



**T.C.**  
**ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜNE**

Bu tezde sunulan tüm bilgi ve sonuçların, bilimsel yöntemlerle yürütülen gerçek deney ve gözlemler çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, çalışmada bana ait olmayan tüm veri, düşünce, sonuç ve bilgilere bilimsel etik kuralların gereği olarak eksiksiz şekilde uygun atıf yaptığımı ve kaynak göstererek belirttiğimi beyan ederim.

.../.../20..

İmza

Emine Varhan



## ÖZET

### SPREY SOĞUTMA YÖNTEMİ İLE KAPSAİSİN MİKROENKAPSÜLASYONU ÜZERİNE FARKLI KAPLAMA MATERYALLERİNİN ETKİSİ

Emine VARHAN

Yüksek Lisans Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Mehmet KOÇ

2018, 138 Sayfa

Bu çalışma kapsamında kapsaisin, farklı kaplama materyalleri ile emülsiyon/dispersiyon şeklinde hazırlanarak, sprej soğutma yöntemi ile mikroenkapsüle edilmiştir. Mikroenkapsülasyon işleminde kaplama materyali olarak hidrojene palm, rafine ayçiçek yağı, protein bazlı peynir altı suyu protein izolatu, jelatin, Na-kazeinat ve stabilizatör olarak soya lesitini, polisorbata 20 ve poligliserol polirisinolat kullanılmıştır. Hazırlanan emülsiyonların kinetik ve santrifüj stabilite analizleri gerçekleştirilmiş olup, bütün emülsiyon ve dispersiyonların mikroskop görüntüleri incelenerek, viskozite analizleri gerçekleştirilmiştir. Sprej soğutma cihazı yardımı ile elde edilen toz örneklerde nem, su aktivitesi, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile termal erime davranışının belirlenmesi, yığın yoğunluğu, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, akabilirlik, partikül yoğunluğu, partikül morfolojisi, partikül boyut dağılımı, toplam kapsaisin miktarı, yüzeyde kapsaisin miktarı, enkapsülasyon etkinliği, Scoville acılık indeksi ve ürün verimi analizleri yürütülmüştür. Kinetik stabilite sonuçlarına göre G ile hazırlanan emülsiyonun en stabil olduğu bulunurken; santrifüj stabilite analiz sonuçlarına göre WPI ve G ile hazırlanan emülsiyonlar yüksek stabilite değerlerine sahiptir. En yüksek mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerinin, stabilizatör olarak SL kullanılan denemelere ait olduğu; en düşük mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerinin ise ağırlıklı olarak PGPR ve PS20 içeren denemeler olduğu anlaşılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Kapsaisin, Katı lipit mikropartikülleri, Kaplama materyalleri, Sprej soğutma, Mikroenkapsülasyon





## ABSTRACT

### THE EFFECT OF DIFFERENT WALL MATERIALS ON MICROENCAPSULATION OF CAPSAICIN WITH SPRAY CHILLING METHOD

Emine VARHAN

MSc Thesis, Food Engineering Department

Supervisor: Assistant Prof. Dr. Mehmet KOÇ

2018, 138 Pages

In this study, capsaicin emulsions/dispersions were prepared with different coating materials and microencapsulated by spray cooling technology. Hydrogenated palm oil, refined sunflower oil, protein-based whey protein isolate, gelatine, Na-caseinate and soy lecithin, polysorbate 20 and polyglycerol polyricinoleate as emulsion stabilizers were used as the coating material in microencapsulation process. The kinetic and centrifuge stability of emulsions were analyzed, while microscopic images and viscosity analysis were applied for all of emulsions and dispersions. Moisture content, water activity, thermal melting behaviour with differential scanning calorimeter (DSC), bulk density, tapped density, flowability, particle density, particle morphology, particle size distribution, total capsaicin, surface capsaicin, encapsulation efficiency, Scoville heat unit and product yield of powder samples obtained through spray chilling equipment were also determined. According to the results of the kinetic stability, the emulsion prepared with G was found to be the most stable whereas WPI and G in emulsions resulted in high centrifuge stability. When the microencapsulation efficiency results were investigated, the highest microencapsulation efficiency was achieved by using SL as the stabilizer while the lowest microencapsulation efficiency was belonged to PGPR and PS20.

**Key Words:** Capsaicin, Solid lipid microparticles, Coating materials, Spray cooling, Microencapsulation



## TEŞEKKÜR

Yüksek lisansım süresince ve çalışmamın her aşamasında, kendisine ne zaman danışsam büyük bir sabır ve ilgiyle bana yardımcı olan, değerli bilgilerini benimle paylaşan ve gelecekteki meslek hayatımda da bana verdiği değerli bilgilerden faydalanacağım saygıdeğer danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Mehmet KOÇ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışma süresince deneyimleriyle çalışmama yön veren Doç. Dr. Hilal ŞAHİN NADEEM hocama çok teşekkür ederim.

Çalışmalarım başından sonuna kadar bütün aşamalarında büyük bir özveriyle yer alan, yardımını ve desteğini her zaman hissettiğim değerli ekip arkadaşım Zehra GÜNEL'e çok teşekkür ederim.

Hayat boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, her zaman yanımda olan, onların evlatları olma şerefine nail olduğum canım annem Ceyda VARHAN'a, babam Mustafa Ümit VARHAN'a ve kardeşim Yunus Emre VARHAN'a çok teşekkür ederim.

Bu zorlu tez sürecinde manevi desteğiyle her zaman yanımda olan Mutlu KÖSE'ye çok teşekkür ederim.

Manevi destekleri ile yüksek lisansım süresince yanımda olan YL1'e sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Tezime mali yönden destek olan TÜBİTAK-TOVAG (Proje No: 116 O 499) ve Adnan Menderes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine (Proje No: MF-17021) teşekkürlerimi sunarım.

Emine VARHAN



## İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	vii
ABSTRACT .....	ix
TEŞEKKÜR.....	xi
SIMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ .....	xvii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xix
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xxi
1 . GİRİŞ .....	1
2 . KAYNAK ÖZETLERİ .....	3
2.1 . Kapsaisin ve Kapsaisinin Kimyasal Bileşimi.....	3
2.2 . Kapsaisinin Sağlık Açısından Faydaları .....	4
2.3 . Mikroenkapsülasyon .....	6
2.4 . Sprey (Püskürtmeli) Soğutma Yöntemi İle Enkapülasyon.....	11
2.4.1 . Emülsiyon Hazırlama ve Atomizasyon.....	15
2.5 . Gıda Emülsiyonları (Y/S - S/Y).....	16
2.6 . Çok Tabakalı Emülsiyonlar.....	18
2.6.1 . Su İçerisindeki Yağ İçerisinde Su Emülsiyonları (S/Y/S) .....	20
2.6.2 . Yağ İçerisindeki Su İçerisinde Yağ Emülsiyonları (Y/S/Y) .....	20
2.7 . Sprey Soğutma Yönteminde Kullanılan Kaplama Materyalleri.....	20
2.7.1 . Lipitler (Eriyikler).....	21
2.7.2 . Proteinler ve Karbonhidratlar (Jelleşme Gösterenler).....	24

2.7.3 . Yüzey Aktif Bileşenleri (Stabilizatörler).....	27
3 . MATERYAL VE YÖNTEM .....	30
3.1 . Materyal.....	30
3.2 . Yöntem .....	30
3.2.1 . Emülsiyon Hazırlama Yöntemi .....	30
3.2.2 . Sprey soğutma yöntemi ile kapsaisin mikroenkapsülasyonu .....	34
3.3 . Analiz Yöntemleri .....	37
3.3.1 . Emülsiyon Yoğunluğu ve viskozitesinin belirlenmesi .....	37
3.3.2 . Emülsiyon stabilitesinin belirlenmesi.....	37
3.3.3 . Kapsaisin mikroenkapsülasyonu ve mikroenkapsüle toz ürün analizleri ...	38
3.3.4 . İstatistiksel analiz .....	42
4 . BULGULAR VE TARTIŞMA.....	43
4.1 . Emülsiyon Yoğunluğu ve Viskozitesi .....	43
4.2 . Emülsiyon Stabilitesi.....	47
4.3 . Kapsaisin mikroenkapsülasyonu ve mikroenkapsüle toz ürün özellikleri.....	58
4.3.1 . Nem Tayini ve Su Aktivitesi .....	58
4.3.2 Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile termal erime davranışının belirlenmesi .....	61
4.3.3 . Partikül Özellikleri .....	64
4.3.4 . Yığın Özellikleri.....	78
4.3.5 . Mikroenkapsülasyon Etkinliği ve Scoville Acılık İndeksinin Belirlenmesi	82

4.3.6 . Ürün Verimi .....	86
5 . SONUÇ .....	88
KAYNAKÇA.....	92
ÖZGEÇMİŞ .....	113
EKLER.....	114





## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

$a_w$ : Su aktivitesi

ANOVA: Tek Yönlü varyans analizi

$m_s$ : Toz ürün ile dolu piknometre ağırlığı (g)

$m_0$ : Boş piknometre ağırlığı (g)

$m_l$ : Saf su dolu piknometre ağırlığı (g),

$m_{sl}$ : Toz ürün ve saf su dolu piknometre ağırlığı (g)

$R^2$ : Regresyon katsayısı

SD: Serbestlik derecesi

SY( $\rho_t$ ): Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ( $g/cm^3$ )

YY( $\rho_b$ ): Yığın yoğunluk ( $g/cm^3$ )

HD : Hidrofilik-hidrofobik denge

Y: Yağ

S: Su

ALPE: Alüminyum kaplı polietilen

PalmY: Palm yağı

AY: Ayçiçek yağı

SL: Soya lesitini

PGPR: Poligliserol polirisinolat

PS20: Polisorbat 20

WPI: Peynir altı suyu protein izolatu

G: Jelatin

Na-Cas: Na-kazeinat

Cap: Kapsaisin

$f_{ev}$ : Santrifüj sonrası emülsiyon hacmi

$i_{ev}$ : Santrifüj öncesi emülsiyon hacmi

$T_0$ : Kayma gerilimi (Pa)

K: Kıvam katsayısı (Pa.s)

$\dot{\gamma}$ : Kayma hızı ( $s^{-1}$ )

N: Akış davranış indeksi

DSC: Diferansiyel taramalı kalorimetre

EY: Emülsiyon yoğunluğu (g/cm<sup>3</sup>)

SS: Santrifüj stabilitesi (%)

KS: Kinetik stabilite (%)

EK: Emülsiyon kapsaisin konsantrasyonu (ppm)

PY ( $\rho_p$ ): Partikül yoğunluğu(kg/m<sup>3</sup>)

D<sub>[4,3]</sub>: Hacimsel partikül çapı ( $\mu$ m)

TK: Toplam kapsaisin (ppm)

YK: Yüzey kapsaisin (ppm)

ME: Mikroenkapsülasyon etkinliği (%)

ÜV: Ürün verimi (%)

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Kapsaisinoidlerin moleküler yapıları (Asnin ve Park, 2013).....	3
Şekil 2.2. Bir Y/S/Y çoklu emülsiyonu üretmek için iki aşamalı emülsifikasyon yönteminin ve çoklu emülsiyonların (Y/S/Y ve S/Y/S) şematik sunumu. ....	19
Şekil 3.1. Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan laboratuvar ölçekli sprey soğutma cihazı.....	34
Şekil 3.2. Kapsaisin enkapsülasyonu aşamaları. ....	35
Şekil 3.3. Sprey soğutma cihazının temel çalışma prensibi (Djordjevic vd., 2016). ....	36
Şekil 4.1. Hazırlanan emülsiyon ve dispersiyonların yoğunlukları ( $g/cm^3$ ).....	44
Şekil 4.2. Stabilizatör olarak soya lesitinin kullanıldığı emülsiyonlara ait mikroskop görüntüleri. ....	52
Şekil 4.3. Stabilizatör olarak polisorbata 20'nin kullanıldığı emülsiyonlara ait mikroskop görüntüleri. ....	54
Şekil 4.4. Stabilizatör olarak PGPR'nin kullanıldığı emülsiyonlara ait mikroskop görüntüleri. ....	56
Şekil 4.5. Protein olmaksızın stabilizatörler kullanılarak ve sadece palm yağı ile hazırlanan dispersiyonlara ait mikroskop görüntüleri. ....	57
Şekil 4.6. Sprey soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartikülleri. ....	58
Şekil 4.7. Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül yoğunluğu değerleri. ....	66
Şekil 4.8. Stabilizatör olarak soya lesitini içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları. ....	69
Şekil 4.9. Stabilizatör olarak polisorbata 20 içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları. ....	70

Şekil 4.10. Stabilizatör olarak poligliserol polirisinolat içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları. ....	71
Şekil 4.11. Protein olmaksızın ve sadece palm içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları. ....	72
Şekil 4.12. Deneme planına göre üretilen mikroenkapsüle kapsaisin tozlarına ait SEM görüntüleri (x500). ....	77
Şekil 4.13. Kapsaisin mikropartiküllerinin toplam (A) ve yüzey (B) kapsaisin miktarlarına ait HPLC kromatogramları ve yüzey kapsaisin analizinde çıkan çözücü faz pikinin doğrulama kromatogramı (C).....	82
Şekil4.14. Denemelere ait % ürün verimi sütun grafiği. ....	87

## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Scoville'e göre capsaicinoidlerin keskinlik seviyesi (Scoville, 1912).	4
Çizelge 2.2. Mikroenkapsülasyonun amacına bağlı olarak kullanılan kaplama materyalleri.	8
Çizelge 2.3. Farklı mikroenkapsülasyon teknikleri ve işlem basamakları (Desai ve Park, 2005).	10
Çizelge 3.1 Emülsiyon hazırlama aşamasında protein ve stabilizatör tipinin seçiminde izlenen deneme planı.	31
Çizelge 3.2. Emülsiyonların yüzdesel içerikleri.	33
Çizelge 4.1. Emülsiyon ve dispersiyon örneklerinin hesaplanan reolojik parametreleri ve $R^2$ değerleri.	45
Çizelge 4.2. Emülsiyon formülasyonlarının viskozite analizi verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	46
Çizelge 4.3. Emülsiyonlara uygulanan santrifüj stabilitesi ve kinetik stabilite analizlerinin sonuçları.	47
Çizelge 4.4. Emülsiyon formülasyonlarının santrifüj stabilitesi, kinetik stabilite analizi verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	49
Çizelge 4.5. Kapsaisin mikropartiküllerine ait nem ve su aktivitesi değerleri.	59
Çizelge 4.6. Emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının su aktivitesi ( $a_w$ ) ve nem içeriği (%) analiz verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	61
Çizelge 4.7. Kapsaisin mikropartiküllerine ait DSC analizi sonuçları.	62
Çizelge 4.8. Emülsiyon formülasyonlarının $\Delta H$ ve $T_m$ verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.	64

Çizelge 4.9. Emülsiyon formülasyonlarının partikül yoğunluğu ( $\text{kg/m}^3$ ) verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu. ....	67
Çizelge 4.10. Kapsaisin mikropartiküllerine ait $D_{[4,3]}$ ve açıklık değerleri.....	73
Çizelge 4.11. Emülsiyon formülasyonlarının $D_{[4,3]}$ ve açıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	74
Çizelge 4.12. Kapsaisin mikropartiküllerine ait yoğunluk ve akabilirlik analizi sonuçları. ....	80
Çizelge 4.13. Emülsiyon formülasyonlarının yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ( $\text{g/cm}^3$ ) verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	81
Çizelge 4.14. Kapsaisin mikropartiküllerine toplam kapsaisin (TK) ve yüzeyde kapsaisin (YK) miktarları ile ürün verimi ve mikroenkapsülasyon etkinliği (ME) sonuçları ve Scoville Acılık İndeksi Sonuçları.....	84
Çizelge 4.15. Emülsiyon formülasyonlarının yüzey-toplam kapsaisin miktarları (ppm), mikroenkapsülasyon etkinliği (%) ve Scoville acılık indeksi verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.....	85

## 1. GİRİŞ

Kapsaisin (8-methyl-N-vanillyl-6-nonenamide) acı biberin acı olmasını sağlayan maddedir. Gıda alanında kapsaisin genellikle doğal bir tat unsuru olarak kullanılmaktadır. Genellikle bu tür kullanımlardaki amaç gıdaya doğal bir "acı" hissi vermektir. İnsan dilinde bulunan kapsaisin reseptörleri, bu maddeden etkilenerek acı veya yakıcılık hissine neden olur. Çoğu zaman bir gıdanın "acı, yakıcı" olma seviyesi Scoville ısı ölçeği (Scoville heat unit) ile değerlendirilmektedir. Acı biberin etken maddesi olan kapsaisinin, birçok hastalık üzerinde koruyucu, önleyici ve destekleyici olduğu yapılan çeşitli çalışmalarla gösterilmiştir. Kapsaisinin kanser hücrelerinde apoptoza neden olduğunu gösteren çalışmalar mevcut olup; lösemi hücrelerinin büyümesini inhibe ettiği, akciğer kanser hücrelerinde ve insan hepatoma HepG2 hücrelerinde apoptoza neden olduğu bulgulanmıştır. Çeşitli çalışmalardan elde edilen sonuçlar kapsaisinin çeşitli farmasötik formlarda nöropati ağrılarının hafifletilmesinde, artrit, kas ve eklem ağrılarının semptomatik tedavisinde, etkili olduğunu göstermiştir. Epidemiyolojik veriler kapsaisin içeren besinlerin tüketilmesine bağlı olarak obezite prevalansının azaldığını göstermektedir (Topuz 2002, Şener ve Şahin 2010). Yararlı etkilerinin yanı sıra, acı biber tüketiminin çok yaygın olduğu ülkelerde aşırı tüketimi ile ilişkili, özellikle sindirim sistemindeki tahrişlere bağlı olarak bazı hastalıkların (gırtlak, yemek borusu ve mide kanser gibi) görülme olasılığının artabileceğine de dikkat çekilmektedir. Bu nedenle kapsaisinin uygun bir yöntemle mikroenkapsülasyonu, acılık hissi oluşturmayan ve tüketim esnasında tahrişlere neden olmayan yeni gıda bileşenlerinin üretimi ve bunların geniş ürün yelpazesinde kullanımı bakımından önemlidir.

Sprey soğutma teknolojisi son yıllarda kullanımı oldukça artan, yağ bazlı kaplama sistemlerinin kullanıldığı bir mikroenkapsülasyon tekniği olarak dikkat çekmektedir. Sistem, eriyik taşıyıcı materyal ile beslemeyi taşıma, atomizerden geçirerek küçük damlacık boyutlarına küçültme ve damlacıkların düşük sıcaklıkta katılaştırılması prensibine dayanmaktadır (Okuro vd., 2013a). Sprey dondurma olarak da bilinen bu teknoloji katı lipid mikropartiküller üretmek amacı ile daha çok eczacılık alanında kullanılmakla beraber son yıllarda gıda odaklı araştırmalarda da kullanılmaya başlanmıştır. Sistemin en önemli avantajlarından birisi yüksek sıcaklıklarda çalışmadığı için biyokomponentlere zarar vermemesi ve çalışması esnasında su veya herhangi bir organik çözücüye ihtiyaç duymamasıdır.

Bu yüzden çevre dostu bir sistem olup, çalıştıktan sonra herhangi bir atık ortaya çıkmamaktadır (Matos-Jr vd., 2015).

Sprey soğutma tekniğinin hızlı, kullanımı kolay, nispeten ucuz ve solvent kullanımı olmayan bir sistem olmasından dolayı fonksiyonel bileşenlerin enkapsülasyonu için alternatif bir yöntem olabileceğinin belirtildiği bir çalışmada, söz konusu tekniğin vitaminler, mineraller, antioksidan bileşikler, proteinler ve probiyotik mikroorganizmaların mikroenkapsülasyonu için kullanılabileceği bildirilmektedir (Okuro vd., 2013b; Lopez vd., 2015). Ancak sprej soğutma teknolojisinde kullanılan işlem parametrelerinin mikroenkapsüller üzerine etkisi ile ilgili literatürde sınırlı kaynak bulunmakta ve yapılan çalışmalarda araştırmacılar genellikle sprej soğutma yöntemi ile elde edilen mikropartiküllerin özellikleri üzerinde çalışmışlardır (Gavory vd., 2014).

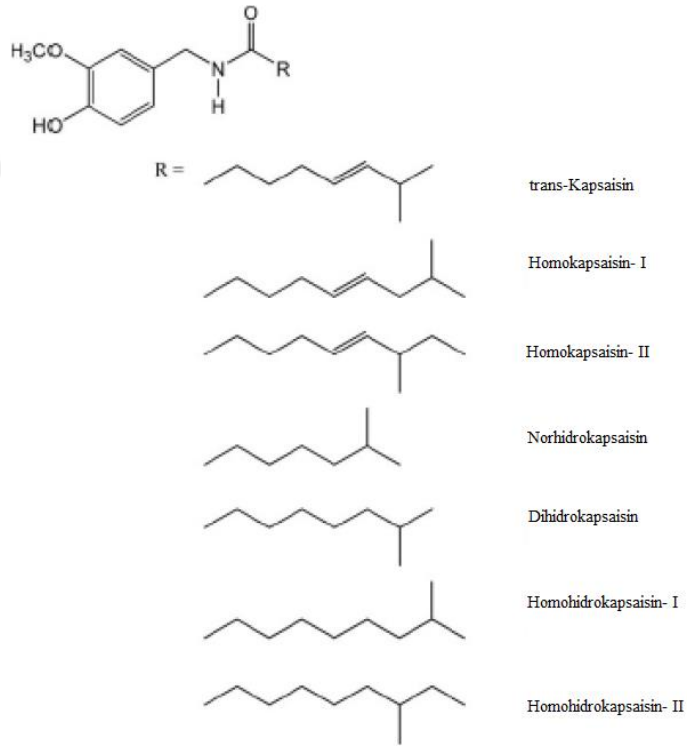
Bu tezin amacı farklı kaplama materyallerinin kapsaisin mikroenkapsülasyonu üzerine etkisini açığa çıkarmak olup, mikroenkapsülasyon işlemi öncesi farklı protein ve stabilizatörler ve hidrojenize palm yağı ile hazırlanacak olan kapsaisin emülsiyon/dispersiyonlarının stabilitesini ve vizkozitesini belirlemek; emülsiyonların sprej soğutma yöntemi ile mikroenkapsüle edilerek başta kapsaisin mikroenkapsülasyon etkinliği olmak üzere toz ürün analizlerinin gerçekleştirilmesidir. Bu amaçla protein bazlı peyniraltı suyu protein izolatu, jelatin, Na-kazeinat ve emülsiyon stabilizatörü olarak soya lesitini, polisorbitat 20 ve poligliserol polirisinolat ve hidrojenize palm yağı kullanılarak 25 farklı içeriğe sahip emülsiyon/dispersiyonlar hazırlanmıştır. Hazırlanan emülsiyon/dispersiyonlar, sprej soğutma sistemine beslenerek mikroenkapsüle kapsaisin mikropartikülleri üretilmiştir.



## 2. KAYNAK ÖZETLERİ

### 2.1. Kapsaisin ve Kapsaisinın Kimyasal Bileşimi

Anavatanı Güney Amerika olan acı kırmızıbiber, dünyanın çeşitli bölgelerinde 7000 yıldır yetiştirilmekte olup, yemeklerde baharat ve sos olarak kullanılmaktadır. 1876'da *Capsicum* meyvesinden izole edilen ve 1876'da Tresh tarafından adlandırılan kapsaisin (8-methyl-N-vanillyl-6-nonenamide) acı biberin acı olmasını sağlayan, yağda ve alkolde çözünebilir, kokusuz, keskin tada sahip, beyaz renkte ve kristal yapıda bir alkaloid (kapsaisinoid)'dir (Nelson ve Dawson, 1923; İtik, 2011).



Şekil 2.1. Kapsaisinoidlerin moleküler yapıları (Asnin ve Park, 2013).

Yapılan çalışmalarda acı kırmızıbiber içerisinde dihidrokapsaisin, nordihidrokapsaisin, homokapsaisin, homodihidrokapsaisin gibi başka kapsaisinoidlerin bulunduğu; kapsaisin ve dihidrokapsaisin, biberdeki toplam kapsaisinoidlerin ortalama %90'ını oluşturduğu ortaya koyulmuştur (Şekil 2.1). Erime noktası 57-66°C arasında değişen, 305.40 g/mol molekül ağırlığına sahip

olan kapsaisin genellikle gıdaya doğal bir tat unsuru ve acı hissi verebilmek için kullanılmaktadır (İtik, 2011; Akbaş, 2016). İnsan dilinde bulunan kapsaisin reseptörleri, bu maddeden etkilenerek acı veya yakıcılık hissine neden olur. Kapsaisinin keskinlik seviyesi; izole edildiği acı biberin yetiştirilme koşulları, hasat zamanı, tercih edilen ekstraksiyon metoduna bağlı olarak değişkenlik gösterebilir. Bir gıdanın "acı, yakıcı" olma seviyesi; 1912'de Wilbur Scoville (Scoville, 1912) tarafından, acı biberlerin keskinliğini (kapsaisin miktarı) ölçmek için sunulmuş organoleptik bir test olan Scoville acı ölçeği (Scoville heat unit) ile değerlendirilmektedir. Scoville Acılık Testi, acılık bileşeni olan kapsaisinin alkol ve şekerli su ile farklı konsantrasyonlarda hazırlanan çözeltilerinin hissedilebilir en seyreltik olanının çözeltilinin seyreltme faktörünü ifade etmesi ile acılığının değerlendirilmesidir. Çeşitli kapsaisinoidlerin Scoville birimleri Çizelge 2.1'de gösterilmiştir (Hayman ve Kam, 2008; Nelson ve Dawson, 1923; Akbaş, 2016; Topuz, 2002).

Çizelge 2.1. Scoville'e göre capsaisinoidlerin keskinlik seviyesi (Scoville, 1912).

<b>Kapsaisinoidler</b>	<b>Scoville Isı Birimi</b>
Kapsaisin	16,000,000
Dihidro-kapsaisin	15,000,000
Norhidro-kapsaisin	9,100,000
Homo- / Homodihidro- kapsaisin	8,600,000

## **2.2. Kapsaisinin Sağlık Açısından Faydaları**

Gıda ve ilaç uygulamalarında oldukça önemli bir yere sahip olan acı biber özütü kapsaisin, gıdaların aromasına, tadına ve rengine katkıda bulunurken; bölgesel anesteziye etkiye sahip olması nedeniyle yüzyıllar boyunca halk sağlığında da kullanılmıştır (Rains ve Bryson, 1995; Akbaş, 2016).

Kapsaisin analjezik, antitümör, antioksidan (Park vd., 2000), antimikrobiyal (Ljungdahl vd., 1986; Stanberry vd., 1992; Cichewicz ve Thorpe, 1996; Bourne vd., 1999; Molina-torres vd., 1999), ateş düşürücü, kan dolaşımını ve yağ metabolizmasını hızlandırıcı, sinüsleri açıcı ve anti-inflamatuvar (Reddy ve Lokesh, 1994; Joe ve Lokesh, 1997 Surh vd., 2005) gibi özellikleri dolayısıyla birçok hastalık üzerinde koruyucu, önleyici ve destekleyici olduğu yapılan çeşitli çalışmalarla gösterilmiştir.

Frischkorn vd. (1978), *Capsicum* yıllık ekstraktlarını antiparaziter olarak kullandıkları çalışmalarında *Schistosoma mansoni* serkaryalarına karşı etkisini bulgulamışlardır. Ayrıca Dong (2000)'un çalışmasında bu bileşiğin diş macunlarına katılarak çürükleri dezenfekte etmede kullanıldığına dair çalışmaların mevcut olduğu bildirilmiştir. Diđer bir çalışmada ise insana ve hayvana ait patojen mikroorganizmaların, *Bacillus subtilis* büyümesinin kapsaisin tarafından 48 saatlik inkübasyon sonrasında inhibe edilebileceđi saptamış olup (Stephen ve Kumar, 2014); kapsaisinin iyi bilinen mikroorganizmaların (*Stafilokokkus aureus*, *Salmonella* ve *E. coli*) farklı seviyelerdeki inaktivasyonunda önemli bir rol oynadığı incelenen ilgili çalışmalarda mevcuttur (Dima vd., 2013; Akbaş, 2016).

Literatürde kapsaisinin kanser hücrelerinde apoptoza neden olduğunu gösteren çalışmalar mevcut olup; lösemi hücrelerinin büyümesini inhibe ettiđi, akciđer kanser hücrelerinde ve insan hepatoma HepG2 hücrelerinde apoptoza neden olduğu, bazı prostat kanser hücrelerindeki apopoz oranını arttırdığı tespit edilmiştir (Mori vd., 2006; Anandakumar vd., 2012; Lee vd., 2010).

Çeşitli çalışmalardan elde edilen sonuçlar ve klinik raporlarda kapsaisinin çeşitli farmasötik formlarda analjezik etkisinin (Deal, 1991; McCarthy ve McCarthy, 1991; Derry vd., 2009); post-herpetik nevralji, diyabetik nöropati, postmastektomi ağrı sendromu, polinöropati ve cerrahi nöropatik ağrılarının hafifletilmesinde, artrit, kas ve eklem ağrılarının semptomatik tedavisinde etkili olduğunu göstermiştir. Ağrı kesici özelliđinin bazı bireylerde iyi sonuçlar vermesine rağmen; ağrı kesici derecesinin az olduğu, bu sebeble kapsaisinin, diđer yardımcı ajanlarla kombinasyon halinde kullanılmak üzere yardımcı bir tedavi olarak değerlendirilebileceđi bildirilmiştir (Sawynok, 2005). Epidemiyolojik veriler kapsaisin içeren besinlerin tüketilmesine bađlı olarak obezite (López-Carrillo vd., 2003; Kawada vd., 1986) prevelansının azaldığını göstermektedir (Topuz 2002, Şener ve Şahin 2010). Kawada vd. (1986) yağ içeriđi yüksek diyet ile beslenen sıçanların beslenmelerine kapsaisin eklemesi yaptıkları bir çalışmada, merkezi sinir sistemin uyarılması sonucu enerji ve lipid metabolizmasının artarak sıçanlarda obezitenin azaltıldığını göstermişlerdir.

Diđer taraftan, acı biber tüketiminin çok yaygın olduğu ülkelerde aşırı tüketimle de ilişkili, özellikle sindirim sistemindeki tahrişlere bađlı olarak bazı hastalıkların (gırtlak, yemek borusu ve mide kanser gibi) görülme olasılıđının artabileceđine de dikkat çekilmekte olup; Rains ve Bryson (1995)'nun çalışmalarında kapsaisinin,

cilde veya mukozaya ilk uygulandığında yanma hissi, tahriş ve hiperaljeziye neden olduğu; tekrar tekrar maruz kalınması durumunda kapsaisin uyarıcı etkilerin azalarak, yanmaya karşı uzun süreli bir analjezik etki ve desensitizasyonun (duyarsızlaşma) meydana geldiği belirtilmiştir.

### 2.3. Mikroenkapsülasyon

Enkapsülasyon katı, sıvı ve gaz bileşenlerin kaplama materyalleri (sürekli faz) içerisine hapsedilmesi olarak tanımlanmakta olup; çekirdek materyalini (kaplanan bileşen) ısı, ışık, oksijen ve nemden koruyarak, belirli koşullarda ve hızlarda salınımını sağlayan bir teknolojidir. Enkapsüle edilen son ürün, boyutuna bağlı olarak makro, mikro veya nano ön ekleri olarak isimlendirilmekte (Koç vd., 2010; Mahdavee Khazaei, 2014); partiküllerin boyutları ve morfolojileri çekirdek materyalinin fiziko-kimyasal özelliklerine, duvar materyalinin kompozisyonuna ve enkapsülasyon yöntemine göre değişiklik göstermektedir (Desai ve Park 2005). Enkapsülasyon uygulaması başta farmasötik (%68) olmak üzere, tarım, enerji ve savunma gibi alanlarda kullanılmakta olup, gıda endüstrisinde %13'lük bir oranda kullanılmaktadır (Martins vd., 2014).

Mikroenkapsülasyonda enkapsüle edilen madde; çekirdek materyali, aktif ajan, dolgu maddesi, iç faz veya taşınan yük fazı olarak adlandırılır iken; kaplayan madde ise kabuk, membran, duvar materyali, taşıyıcı, dış faz, matris veya enkapsülant olarak adlandırılmaktadır (Nedovic vd., 2011). Mikrokapsüller, birkaç mikrondan 1 mm'ye değişen çaplarda ve ağırlığınca %10-90 oranında çekirdek materyali içerebilir (Kocabıyık, 2014). Mikroenkapsülasyon ile mikrokapsül içine ve dışına partiküllerin difüzyonu önlenebildiği, mikrokapsül içinde bulunan tat, aroma, uçucu ve reaksiyona girebilecek gıda bileşenlerinin salınımının kontrolünün sağlanabildiği bildirilmektedir (Anwar vd., 2010).

Gıda endüstrisinde mikroenkapsülasyon uygulamaları özellikle lezzet, baharat ve renk verici madde üretimine odaklanmış olup (Byun vd., 2010), temel amaçları;

- Olumsuz çevre koşullarına karşı çekirdek materyalin (yağ asitleri, vitamin, renk pigmentleri, vb.) işleme ve depolama sırasında stabilitesini artırarak (oksidasyon ve deaktivasyona karşı) raf ömrünü iyileştirme,
- Materyalin tat, koku ve aktivitesinin maskelenmesi ile işlenebilirliğini ve işlevselliğini arttırmak,

- Acı tat veren yüksek antioksidan aktivite gösteren polifenollerin ve diğer bileşiklerin hoş olmayan lezzetlerinin maskelenmesi ile fonksiyonel ürün olarak pazar talebini ve kullanım alanını artırma,
- Aktif bileşiklerin uçuculuğunun önlenmesi,
- Mikroenkapsüle materyallerin hedeflenenildiği şekilde gastrointestinal sistemde kontrollü olarak salınımının sağlanması,
- Yüksek sıcaklıklara direncinin artırılması,
- Malzemenin daha kolay taşınması ve depolanması şeklinde açıklanabilir (Ünal ve Erginkaya, 2010; Sagis, 2015; Yallapu vd., 2010).

Mikroenkapsülasyonun amacına ve kaplanacak çekirdek materyalin özelliklerine uygun bir şekilde, protein, karbonhidrat, lipit, balmumu vb. kaplama materyalleri tekli ve çoklu kombinasyonlar şeklinde kullanılmaktadır. Karbonhidratlar jel ve camsı matriks oluşturması bakımından, biyoaktiflerin mikroenkapsülasyonunda geliştirilmiştir (Kebyon, 1995). Biyopolimerler proteinlere kıyasla, yüksek konsantrasyonlarda düşük viskozite ve suda iyi çözünürlük gibi avantajlara sahiptir (Kocabıyık, 2014).

Ghosh (2006), mikroenkapsülasyon işleminin verimliliğini arttırdığı için çekirdek malzemenin ve kaplama malzemesinin uyumluluğunun önemini vurgulamaktadır. Mikroenkapsülasyon verimliliği ve kapsüllerin kararlılığı esas olarak kapsülleyici ajan (kaplama materyali) formülasyonuna dayanmaktadır.

Kaplama materyali çekirdek materyalini; oksijene, suya ve ışığa karşı bariyer görevi görerek koruyabilir ve diğer bileşenlerle temasını engelleyebilir (Mahdavee, vd., 2014). Bu nedenle kaplama materyallerinin formülasyonu, elde edilen kapsüllerin fonksiyonel özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir (Zhu vd., 2012). Kaplama materyalleri genellikle film oluşturabilen, esnek, higroskopik olmayan, tatsız ve kokusuz özelliktedirler.

Kaplama materyalinin yüksek kapsülleme randımanı sağlayabilmesi için, çekirdek materyali ile reaksiyon göstermemesi, yüksek konsantrasyonlarda pompalanabilir düşük viskozite sergilemesi ve yüksek emülsiyon stabilitesi gibi özelliklere sahip

olması gerekmektedir (Zhu vd., 2012). Ayrıca kullanılacak olan ideal bir kaplama materyali;

- Mikroenkapsülasyon sırasında kolay işlenebilmeli,
- Gıda saflığında olmalı, çekirdek materyalini (aktif madde) etkili bir şekilde enkapsüle edebilmeli ve salınımını kontrol edebilmeli,
- Çekirdek materyalin serbest bırakılması için iyi çözünürlük özelliklerine sahip olmalı,
- Çekirdek materyalini kimyasal bozulmalardan korumalı,
- Hem işlem hem de depolama süresince çekirdek materyal ile tepkimeye girmemeli,
- Ürünün görünüşünde, reolojisinde, tadında ve raf ömründe olumsuz bir etkiye neden olmamalı,
- Üretim, depolama, taşıma ve işleme boyunca meydana gelebilecek çevresel etkilere karşı (oksijen, ısı, ışık, nem gibi) dirençli olabilmeli; düşük maliyetli proses uygulamaları kullanılarak hazırlanabilmeli,
- Enkapsüle materyalin biyoyararlılığına ters bir etki göstermemeli ve ekonomik olmalıdır (Desai ve Park, 2005; Zuidam ve Nedovic 2010).

Tüm bu özellikleri tek bir kaplama materyalinin sağlaması zor olduğu için birkaç kaplama materyali ile birlikte ya da fiziksel ve kimyasal özellikleri iyileştirilmiş modifiye kaplama materyalleri kullanılabilir (Desai ve Park, 2005).

Çizelge 2.2. Mikroenkapsülasyonun amacına bağlı olarak kullanılan kaplama materyalleri.

<b>Mikroenkapsülasyon Amacı</b>	<b>Kaplama Materyali</b>	<b>Kaynak</b>
Tat maskeleyme	Karbonhidratlar (şekerler, maltodekstrinler, nişasta, selüloz türevleri ve zamklar) Proteinler (hidrolize	Buckton ve Darcy, 1994 Drusch vd., 2012 Thevenet, 1988 Yajima vd., 1999 Chung vd., 2011

	jelatin), Eriyikler (lipidler ve balmumu) Polimerler (gomalak)	
Enterik kaplama	Polimerler Eriyikler Nişasta ve selüloz türevleri	Baldwin vd., 1997 Dian vd., 1996 Shpigelman vd., 2010
Kontrollü salınım	Eriyikler Polimerler Selüloz türevleri	Gareth Leach, 1998 Vilstrup, 2001 Chung vd., 2011 Sartori vd., 2015 Gupta ve Ghosh, 2012
Stabiliteyi artırma	Nişasta ve selüloz türevleri Eriyikler Gam arabik	Buckton ve Darcy, 1994 Alvim vd., 2016 Gamboa vd., 2011 Pauca vd., 2016 Brake ve Fennema, 1993 Guilbert ve Gontard, 1994 Keogh vd., 1999
Mikroorganizmaların kapsüllenebilmesi	Alginat Pektinat	Gareth Leach, 1998 Vilstrup, 2001

Fonksiyonel ve spesifik gıda üretimi için birçok gıdanın enkapsülasyonunda uygun kapsülleme yönteminin seçimi, enkapsülasyonu istenen bileşiğe, kapsül miktarına, son ürünün fiziko-kimyasal özelliklerine, işleme süresine, hazırlama adımlarına, pazar talebine, maliyet ve yönetmeliklere bağlıdır (Çizelge 2.2) (Nedovic vd., 2011).

Çizelge 2.3’de belirtildiği üzere gıda bileşenlerinin mikroenkapsülasyonunda birçok teknoloji ve yöntem vardır. Çekirdek materyalin en uygun şekilde mikroenkapsülasyonunun sağlanabilmesi için mikroenkapsülasyon yöntemi seçiminde kullanılacak duvar materyalinin yapısı, serbest bırakma mekanizmasının türü, kapsülleme morfolojisi ve arzu edilen parçacık boyutu bilinmelidir (Kocabıyık, 2014). Mikroenkapsül yapılarının hazırlanmasına yönelik kullanılan yöntemler; fiziksel (sprey kurutma, sprej soğutma, dondurarak

kurutma, ekstrüzyon, sıvı boncuk kaplama vs.), kimyasal (moleküler inklüzyon kompleksasyonu ve ara yüzey polimerizasyonu) ve fizikokimyasal (koaservasyon, lipozom tutuklama vb.) olarak sınıflandırılabilir (Koç vd., 2010; Alvim vd., 2016).

Çizelge 2.3. Farklı mikroenkapsülasyon teknikleri ve işlem basamakları (Desai ve Park, 2005).

No	Mikroenkapsülasyon Tekniği	İşlem Basamakları
1	Püskürtmeli kurutma	Emülsiyon hazırlama Emülsiyon homojenizasyonu Emülsiyon atomizasyonu Atomize damlacıkların dehidrasyonu
2	Sprey (Püskürtmeli) dondurma/soğutma	Emülsiyon hazırlama Emülsiyon homojenizasyonu Emülsiyon atomizasyonu Damlacıkların dondurulması
3	Akışkan yatak kaplama	Kaplama solüsyonunun hazırlanması Çekirdek materyalin akışkanlaştırılması Çekirdek materyalin kaplanması
4	Ekstrüzyon	Eritilmiş kaplama solüsyonunun hazırlanması Eritilmiş polimerlerle çekirdek materyalinin dispersiyonu Kaplama materyali – çekirdek materyalin soğutulması veya dehidrate sıvı içerisinde geçirilmesi
5	Santrifüjlü ekstrüzyon	Çekirdek materyali çözeltisinin hazırlanması Kaplama solüsyonunun hazırlanması Çekirdek materyali-kaplama materyali sıvısının püskürtme başlığı aracılığıyla koekstrüzyonu
6	Dondurarak kurutma	Çekirdek materyali karışımının kaplama solüsyonu içerisine karıştırılması Karışımın dondurularak kurutulması
7	Koazervasyon (birlikte faz	Birbirine karışmayan üçlü kimyasal sıvı



	<b>oluřturma)</b>		fazın oluřturulması Kaplanmış materyalin dinlendirilmesi Kaplanmış materyalin katılařtırılması
<b>8</b>	<b>Santrifüjlü ayırma</b>	<b>süspansiyon</b>	Çekirdek materyain kaplama materyaliyle karıřtırılması Kapsüle edilmiřküçük parçacıkların elde edilebilmesi için karıřımın dönen bir disk üzerinde dökülmesi Kurutma
<b>9</b>	<b>Yardımcı kristalizasyon</b>	<b>bileřenlerle</b>	Süper doygun sakaroz sıvısının hazırlanması Kaplama materyalinin süper doygun sıvıya eklenmesi Sıvının, sakarozun kristalizasyon sıcaklıđına ulařması ile gerekli ısının emilimi
<b>10</b>	<b>Lipozom tutuklama</b>		Mikrofludizasyon Ultrasonikasyon Uzaklařtırılan kısmın evaporasyonu
<b>11</b>	<b>Kompleks içeriđi hazırlama</b>		Kompleksin karıřtırma /öđütme/püskürerek kurutma ile hazırlanması

## 2.4. Sprey (Püskürtmeli) Sođutma Yöntemi İle Enkapülasyon

Sprey sođutma yöntemi, diđer yöntemlere kıyasla yüksek ısı uygulamasının olmaması ve başarılı bir salınım mekanizmasına sahip olması nedeni ile farmasötik kapsüllerin üretiminde yıllardır kullanılan bir teknik olup; suya duyarlı aktif materyallerin ve uçucu bileřenlerin enkapsüllenmelerinde alternatif olarak kullanılmaktadır. Ayrıca incelenen çalıřmalarda sprej sođutma yönteminin yüksek ürün verimine sahip olması da yöntemin başlıca avantajlarından biri olarak deđerlendirilmektedir (Matos-Jr vd., 2015).

Sprej sođutma yöntemi atomizasyon kaynađı, parçacık oluřturma odası ve siklon (toplama bölmesi) içermesi bakımından püskürtmeli kurutma yöntemine benzemektedir. Fakat atomizasyonu sađlanan beslemenin partikül oluřumu sırasında sıcak hava yerine, sođuk hava ile müdahale edilmesi, elde edilen mikro partiküllerin lipit bazlı olması ve prosesin solvent içermemesi nedeni ile

püskürtmeli kurutma yönteminden ayrılmaktadır (Oxley, 2012; Lakkis, 2007; Champagne ve Fustier, 2007).

Sprey soğutma yöntemi ile gerçekleştirilen enkapsülasyon işleminde temel prensip; çekirdek materyalinin, matris malzemesi (kaplama materyali) içerisine dağıtılması ile hazırlanan dispersiyonun; soğuk hava (taşıyıcı materyalin erime noktası sıcaklığı altında) içerisine atomize edilerek, mikro partikül oluşturmak üzere dağılmış olan çekirdek materyal etrafında hızlıca katılaşmasıdır (Oxley, 2012). Sprey soğutma yönteminde, püskürtmeli kurutma yöntemine kıyasla materyal içerisindeki suyun giderimi (buharlaştırma) sağlanamadığı için kütle transferi gerçekleşmez. Bu nedenle atomize hale geçen damlacık yapılarının soğuk hava ile teması sonrası, kusursuz küresel şekiller halinde katılaşan, serbestçe akan toz partikülleri elde edilir (Desai ve Park, 2005). Soğutma işlemi sonrasında partiküllerin boyutları erime sıcaklıklarına ve erime viskozitesine bağlı olup, elde edilen toz ürünler yağ ile enkapsüle edildiğinden su ile çözünmeyen mikro yapılar oluşmakta ve aktif bileşenler mükemmel bir şekilde yakın bir şekilde enkapsüle edilebilmektedir (Gadkari ve Balaraman, 2015).

Sprey soğutma yöntemi ile gıda bileşenleri ve nutrasötik uygulamalarda mikroenkapsüle edilen aktif bileşen (çekirdek materyal) sıvı veya katı formda, hidrofilik veya hidrofobik yapıda olabilir. Genellikle çekirdek materyali olarak probiyotik mikroorganizmalar, mineraller, vitaminler, renk maddeleri, yağ asitleri, aroma ve diğer biyoaktif maddelerin enkapsüle edildiği gözlenirken; sık olarak kullanılan matris malzemelerinin (kaplama materyalleri) mumlar, lipidler, proteinler ve karbonhidratlar (jelleşen hidrokolloidler) olduğu tespit edilmiştir (Oxley, 2012).

Kaplama materyali olarak bitkisel yağ veya lipid türevi (45-122°C'lik erime noktaları) bileşiklerin ve aynı zamanda sert mono- ve diasilgliserollerin (45-65°C'lik erime noktaları) kullanımı sonucu elde edilen enkapsüle toz ürünlere yüksek nem direnci sağlaması bakımından karşılaştırıldığında; suda çözünür amorf polisakkaritlere dayalı sistemlere kıyasla avantajlar sağladığı görülmektedir. Fakat bahsedilen avantajların yanı sıra oksijen difüzyonuna karşı kristallerin apolar yapılarının zayıf bir bariyer özelliği göstermesi gibi dezavantajları göz önünde bulundurmaya gerekmekte; üretim sonrası özel saklama ve kullanma koşulları gerektirmektedir (Taylor vd., 1983; Gadkari ve Balaraman, 2015; Sartori vd., 2015; Matos-Jr vd., 2017).

Literatürde bildirilen çalışmalarda sprey soğutma teknolojisi genellikle probiyotiklerin mikroenkapsülasyonu için kullanılmış olup, bu konuda yapılmış çalışmalardan birinde *Bifidobacterium lactis* ve *Lactobacillus acidophilus*'un mikroenkapsülasyon ile korunması amaçlanmıştır. Çalışmada sprey soğutma ile enkapsüle edilmiş toz ürünlerin stabilitesi, in-vitro intestinal ve gastrik sıvılarda ve 90 günlük depolama süresince belirlenmiştir. Sprey soğutma teknolojisi kullanılarak elde edilen mikroenkapsüller hücrelerin canlılığını olumsuz yönde etkilememiştir. Araştırmacılar çalışma sonunda sprey soğutma teknolojisinin probiyotiklerin korunması, kullanılması ve vücutta taşınımı için oldukça avantajlı ve kullanılabilir bir yöntem olduğunu rapor etmiştir (Pedroso vd., 2012).

Probiyotiklerin mikroenkapsülasyonunu konu alan başka bir çalışmada ise hidrojene palm-palm çekirdek yağı taşıyıcı matris olarak kullanılmış ve *Lactobacillus acidophilus* enkapsüle edilmiştir. Elde edilen mikroenkapsüllerin morfolojik, kimyasal ve termal özellikleri incelenmiş, ayrıca in-vitro intestinal ve gastrik sıvılarda da stabiliteyi değerlendirilmiştir. Elde edilen mikroenkapsüllerin 120 gün -18.7 ve 22°C'de vakum ve kontrollü nisbi nem altında depolanması sırasında stabiliteyiindeki değişim incelenmiştir. Çalışma sonunda hücre canlılığının sprey soğutma işleminden etkilenmediği rapor edilmiştir. Araştırmacılar sprey soğutma işlemi ile canlılığın azalmadığını, kullanılan sıcaklık normlarının probiyotiklerin ölümüne sebep olmayacağını ve mikroenkapsüle edilmiş probiyotiklerin enkapsüle edilmemiş probiyotiklere nazaran daha stabil olduğunu bildirmişlerdir (Okuro vd., 2013a).

İyot, demir ve A vitamininin stabilitesini artırmak için kararlı bir tuz geliştirmek amacıyla Wegmuller vd. (2006) yaptıkları çalışmada hidrojene palm yağını taşıyıcı olarak kullanmışlar ve sprey soğutma ile potasyum iyodat, ferrik pirofosfat ve retinil palmitatı mikroenkapsüle etmişlerdir. Sprey soğutma ile elde edilen mikroenkapsüllerin boyut ve morfolojisi ile iyot ve A vitamini kaybı incelenmiştir. Çalışmada elde edilen mikroenkapsüller yerel bir tuz içerisine eklenip; 6 ay süre ile depolanmıştır. Depolama süresince tuzda meydana gelen renk değişiminin kabul edilebilir düzeyde ve retinil palmitatın stabilitesinin yüksek olduğu bulgulanmıştır. Ayrıca mikroenkapsül içeren ve mikroenkapsül içermeyen tuz ile gerçekleştirilen duyu analizi sonuçları arasında fark bulgulanmamıştır. Sonuçlar sprey soğutma ile mikroenkapsüle edilmiş tuzlarla zenginleştirilen iyot, demir ve A vitamini depolama stabilitesini artırdığını göstermiştir.

Gamboa vd. (2011) hidrojene soya yağını taşıyıcı matris olarak kullanarak sprey soğutma tekniği ile E vitaminini kapsüllemişler ve mikrokapsüllerin oksidasyona duyarlılığının azaldığını bildirmişlerdir. Çalışma sonunda sprey soğutma ile E vitamini mikrokapsülasyonunun %90'lara varan oranlarda verimli olduğu rapor edilmiştir. Sprey soğutma tekniği ile C vitamininin kapsüllendiği bir diğer çalışmada, stabilitesi artırılmış C vitamini mikrokapsüllerinin ekmek, bisküvi ve bazı tahıllara eklenmesinin avantajlı olduğu saptanmıştır (Schrooyen vd., 2001). Yine C vitamini mikrokapsülasyonu için yapılmış bir araştırmada, palm çekirdek yağı taşıyıcı olarak kullanılmış ve elde edilen C vitamini mikrokapsüllerinin serbest askorbik aside göre çok daha fazla stabil olduğu, renk değişimine karşı da oldukça dayanıklı olduğu tespit edilmiştir (Okuro vd., 2013b). Zoet vd. (2011), sprey soğutma ile yağda çözünen bir vitamin olan D vitamininin kapsülasyonu üzerine yaptıkları çalışmada taşıyıcı matris olarak hidrojene palm yağı, pamuk yağı, susam yağı, carnauba mumu ve balmumu kullanılmışlardır. Erime noktası 45-90°C aralığında değişebilen taşıyıcı matrislerin mikrokapsül kalitesini etkilediği ve elde edilen D vitamini mikropartiküllerinin gıda veya yem katkısı olarak kullanılabilmesi bildirilmiştir.

Gıda sektöründe mikrokapsülleme genel olarak enkapsülennmiş aktif materyalin stabilitesini geliştirmeye odaklanırken; ilaç sektöründe kapsülleme, ilacın stabilitesinin muhafaza edilmesinin (Albertini vd., 2009) yanı sıra, çözünme/salınım profillerinin iyileştirilerek kontrol edilmesi (Qi vd., 2009; Dixit vd., 2010; Savolainen vd., 2002) aromanın maskelenmesi (Yajima vd., 1996) gibi farklı amaçlara sahiptir. Yajima vd. (1999) acı aromaya sahip bir antibiyotik olan klaritromisini sprey soğutma yöntemi ile mikrokapsüle ederek, mikrokapsüle klaritromisin hem yüksek biyoaktifliğe sahip olduğunu hem de sindirimini ağızda değil, olması gereken yerde yani bağırsaklarda gerçekleştiğini raporlamışlardır. Cavallari vd. (2007) tarafından, sodyum diklofenakın gelucire 50/13 ile mikrokapsülennmesi sonucu ilacın çözünme oranı, saf formuna kıyasla %70'lik bir artış göstermiştir.

Gıda katkı maddesi olarak kullanılan eritrol üzerinde yapılmış başka bir çalışmada susuz eritrol kristallerinin sprey soğutma teknolojisi ile mikrokapsülennmesi ve elde edilen toz ürünlerin stabilitesinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Çalışma sonunda mikrokapsüle edilen eritrolerin higroskopisitesinin %90'a varan oranda azaltılabildiği ve söz konusu teknolojinin gıda endüstrisinde enkapsülasyon uygulamalarında alternatif bir yöntem olarak kullanılabilmesi belirtilmiştir.

(Sillick ve Gregson, 2012). Gıda endüstrisinde adezyon kuvvetlendirici olarak kullanılan materyallerin sprej soğutma teknolojisi ile enkapsüle edildiği bir diğer çalışmada ise sprej soğutma teknolojisinin bu tip yapıştırıcı olarak kullanılan materyallerde adezyon özelliğini artırdığı tespit edilmiştir (Gavory vd., 2014).

Soya protein hidrolizatının sprej soğutma ile mikronekapsülasyonu amacıyla yapılan bir çalışmada, yapılan bu işlemin soya protein hidrolizatının istenmeyen tadını maskeleydiği, daha dayanıklı bir forma getirildiği ve yağ sindirimi sırasında bağırsakta salınımını geliştirdiği sonucuna varılmıştır (Salvim vd., 2015). Lopes vd. (2015) sprej soğutma yöntemi ile elde edilen katı yağ mikropartiküllerinin, farklı endüstriyel amaçlar için kullanılan geleneksel kristalizasyon proseslerini yeniden düzenleme veya optimize etme amacı ile kullanılabileceği sonucuna varmışlardır. Yağ asitleri ile yapılmış bir çalışmada ise sprej soğutma teknolojisi ile elde edilen stearik asit mikropartiküllerine üretim esnasında oleik asit eklemesinin etkisi incelenmiştir. Elde edilen veriler sonucunda oleik asit eklemesinin lipit kristali oluşumunu olumlu yönde etkilediği, yüksek enkapsülasyon veriminin elde edildiğini, taşıyıcı yağ fazı ile enkapsülasyon uygulamasının oldukça avantajlı bir uygulama olduğu bildirilmiştir (Ribeiro vd., 2012).

#### **2.4.1. Emülsiyon Hazırlama ve Atomizasyon**

Emülsiyon hazırlama aşamasında kaplanacak olan aktif bileşen kaplama materyallerini içeren matris ortamı içerisine dağıtılarak homojen bir karışım sağlanmaya çalışılmaktadır. Mikroenkapsüle edilmek istenen çekirdek malzeme, sıvı veya katı olabileceği gibi matris malzemesi ile karışabilir veya karışmaz bir yapıda olabilir. Çekirdek materyalin karışabilir özellikte olması halinde matris materyalinde çözünmesi, karışmaması durumunda ise emülsifikasyonu sağlanırken, emülsiyonlaştırmanın gerekli olduğu durumda yüzey aktif bileşenleri (stabilizatörler) stabil bir emülsiyon oluşturmak için kullanılmaktadır (Oxley, 2012; Sagis, 2015). Stabilizatörlerin türü ve miktarı, proses içerisindeki homojenizasyon işlemi ve emülsiyon kararlılığı ile kuvvetli bir şekilde ilişkilidir (Appelqvist vd., 2007; McClements, 2012). Ayrıca son ürünlerdeki enkapsülasyon etkinliği hazırlanan emülsiyonun stabilitesinden etkilenmekte olup, stabilite iyi olduğunda enkapsülasyon etkinliği artmaktadır (Zungur vd., 2013).

Hazırlanan emülsiyonların özellikleri, kaplama malzemesinin türü ve yoğunluğuna ve emülsiyonun besleme sıcaklığına bağlı olarak değişkenlik gösterebilir (Oxley, 2012). Cordeiro vd. (2013) göre sprey soğutma yöntemi ile başarılı bir enkapsülasyon işlemi için; eriyik emülsiyonun sıcaklığı taşıyıcı(ları)nın erime sıcaklığının 10°C üzerinde ve besleme viskozitesinin 500 mPa·s'dan daha düşük olması önerilmektedir. Daha yüksek viskoziteler, sadece uygun nozul tasarımıyla mümkün olabilir. Ayrıca etkili bir sprey soğutma için, dispersiyon matrisinin dar bir erime aralığında olması tavsiye edilir ki böylece parçacıklar püskürtme sırasında bir arada tutunabilirler.

Sprey soğutma yöntemi ile enkapsülasyon işleminde kararlı bir süspansiyon veya emülsiyon hazırlandıktan sonra karışım bir atomizöre pompalanır, uniform ve birbirinden ayrı küçük damlacık yapıları üretilir. Atomizasyon hızı arttıkça küçük mikroenkapsüllerin yüzdesi artar. Atomizasyon işlemi sprey kurutma yönteminde olduğu gibi çift akışkanlı nozul, döner atomizör, disk atomizör, basınçlı nozul veya ultrasonik nozul ile gerçekleştirilir (Oxley, 2012)

## **2.5. Gıda Emülsiyonları (Y/S - S/Y)**

Gıda emülsiyonları birbirlerine karışmayan iki fazdan birinin küçük damlacıklar halinde diğer fazın içerisinde dağılması sonucu ortaya çıkan genellikle iki veya çok fazlı karmaşık sistemlerdir (Güngör vd., 2013). Emülsiyon içerisindeki damlacıkları oluşturan kısma dağılmış, süreksiz veya iç faz olarak adlandırılırken; damlacıkları çevreleyen sıvıyı oluşturan kısım ise sürekli veya harici faz olarak adlandırılır. Emülsiyon oluşumu, kaplama ve çekirdek materyallerinin yapıları ile kullanılan yöntemlere bağlı olarak tek bir adımda veya ard ardına adımlarla gerçekleştirilebilir. Su ve yağ fazını emülsiyona dönüştürmeden önce, çeşitli malzemeleri çözünebildiği fazlar içinde çözüp hazırlamak gerekir. Vitaminler, renk bileşenleri, antioksidanlar ve emülsifiye edici ajanlar gibi genellikle yağda çözünebilen maddeler yağ ile karıştırılırken; proteinler, polisakkaritler, şekerler ve tuzlar gibi suda çözünebilen maddeler ise su ile karıştırılarak hazırlanır (McClements, 2016; Zungur, 2013).

Gıda emülsiyonları, formülasyon tasarımı ve proses kombinasyonu ile oluşturularak stabilize edilir. Birbirleri ile karışmayan fazlar arasında yüzey gerilimi düşürülerek bir fazın diğer bir faz içerisine dağılmasını teşvik eden stabilizatörler, damlacıkların bir araya toplanarak birleşmesini önleyen koruyucu

bir bariyer oluşturarak itici güçlere bağlı flokülasyon/koalesansa karşı direnç sağlayarak, emülsiyon stabilitesini korur (Karlene ve Derick, 2006; Garti, 2002). Yüzey aktif bileşenlerinin emülsiyonları stabil hale getirebilme yeteneği, kimyasal yapıları ile alakalı olup; yapısında hem hidrofilik hem de lipofilik grupları bulundurarak amfifilik özellik göstermektedirler. Lipofilik kısım emülsiyonun yağ fazına çekilirken, hidrofilik kısım ise sulu faza çekilmekte ve böylece karışmayan fazlar aynı ortamda bir araya getirilebilmektedir. Emülgatörler olarak da adlandırılan yüzey aktif bileşenleri, genellikle 0'dan 20 (en fazla 30) 'e kadar değişen HD (hidrofilik-hidrofobik denge) değerlerine sahip olup; HD değeri, emülgatörün su ve yağ fazı içerisindeki çözünürlüğünün genel bir göstergesidir. Düşük HD değeri, güçlü bir lipofilik emülsiyonlaştırıcıyı; yüksek HD değeri ise, güçlü bir hidrofilik emülsiyonlaştırıcıyı göstermektedir (Talegaonkar vd., 2016).

Gıda endüstrisinde emülsiyonun tekstürel özelliklerinin modifikasyonunu sağlayan maddeler çalışma şekillerine ve çözeltilerinin reolojik özelliklerine göre; kıvam arttıran ve jelleştiren maddeler olarak iki kategoride incelenirler. Kıvam arttıran maddeler, emülsiyonda sürekli fazın viskozitesini arttırmak için kullanılır iken; jelleştiren maddeler, emülsiyonların sürekli fazında jel yapısını sağlamak için kullanılmaktadırlar. Ayrıca tekstür modifiye edici maddeler belirtilen bu nedenler ile damlacıkların hareketini geciktirerek emülsiyon stabilitesini arttırmaları. Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan kıvam arttırıcı ve jelleştirici maddeler, Y/S (su içerisinde yağ) emülsiyonlarında polisakkaritler veya proteinler, S/Y (yağ içerisinde su) emülsiyonlarında ise yağ kristalleridir.

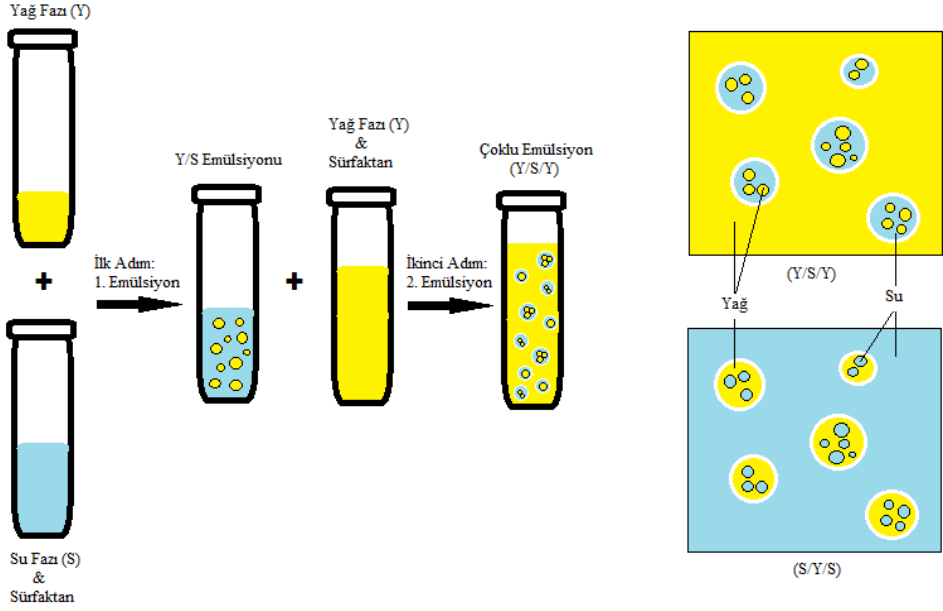
Emülsiyonlar tat, salınım ve ağızda hissedilen tekstürel yapı bakımından önemli bir rol oynamaktadır. Çoğu gıda emülsiyonlarında damlacıkların çapı genellikle 0.1-100 µm arasında olup, emülsiyonlar; yağ ve su fazlarının birbiri içerisindeki dağılımlarına uygun bir şekilde sınıflandırılabilir. Süt, krema, mayonez, meşrubat, çorba, krema ve dondurma karışımları gibi su fazı içerisine dağılmış yağ damlacıklarından oluşan sisteme su içerisinde yağ veya Y/S emülsiyonu; margarin, tereyağı gibi yağ fazı içerisine dağıtılan su damlacıklarından oluşan sisteme ise yağ içerisinde su veya S/Y emülsiyonu adı verilir (McClements, 2016; Dalgleish, 2004). Su içinde yağ (Y/S) emülsiyonlarının özellikleri hem kullanılan sürfaktanlar hem de sulu fazda bulunan bileşenler değiştirerek kontrol edilebilirken; yağ içerisinde su (S/Y) emülsiyonlarının özellikleri emülsiyon kararlılığına, yağın özelliklerine ve sulu fazın özelliklerine göre kullanılan stabilizatöre daha çok bağımlı olduğundan daha az parametre ile

değiştirilebilmektedir. Yağ fazı, emülsiyon formülasyonunda önemli bir bileşendir. Lipofilik ilaçlarda gerekli dozun çözünbilmesini ve bağırsak lenf sistemi yoluyla taşınan lipofilik ilaçların fraksiyonunun artırılması ile trigliseritin moleküler yapısının değişmesine bağlı olarak gastrointestinal yolundan emilimi arttırılabilir (Talegaonkar vd., 2016). Yağ içerisinde su emülsiyonları (S/Y), daha çok ilacın çözünbilmesi ve biyoyararlanımının artması amacıyla kullanılmakta olup, gıda alanında nadir bir kullanıma sahiptir. Yağ içerisinde su emülsiyonunun hazırlanması kolay değildir; belirli bir yağ, su ve yüzey aktif madde sisteminde emülsiyon yapısını kestirmek için genel bir teori bulunmamaktadır. Literatürdeki bazı çalışmalarda S/Y emülsiyonlarının, hidrofilik moleküllerin veya komplekslerinin hidrofobik hale getirilerek sindirim sisteminde çözündürülmesi için başarılı olduğu görülmektedir.

## **2.6. Çok Tabakalı Emülsiyonlar**

Y/S veya S/Y emülsiyonlarına ek olarak, çeşitli tiplerde çoklu emülsiyonların hazırlanması da mümkün olmakta; yağ içerisindeki su içerisinde yağ (Y/S/Y) veya su içerisindeki yağ içerisinde su (S/Y/S) emülsiyonları hazırlanabilmektedir. Çoklu emülsiyonlar karışmayan sıvıların komplikasyonu olup; bir sıvının dağılmış fazı, başka bir sıvı fazın daha küçük globüllerini kapsar (Şekil 2.2) (Garti ve Bisperink, 1998).





Şekil 2.2. Bir Y/S/Y çoklu emülsiyonu üretmek için iki aşamalı emülsifikasyon yönteminin ve çoklu emülsiyonların (Y/S/Y ve S/Y/S) şematik sunumu.

Son yıllarda aktif bileşenlerin salınımının kontrol edilmesi, normal şartlarda etkileşime girebileceği başka bir maddeden izole edilmesinin sağlanması ve emülsiyon bazlı gıda ürünlerinin toplam yağ içeriğinin azaltılması amacıyla kullanılacak stabil çoklu emülsiyonlar oluşturmak için araştırmalar yürütülmüş (Dickinson ve McClements, 1996; Garti ve Bisperink, 1998; Garti ve Benichou, 2001) olup; çoklu emülsiyonların, tekli emülsiyonlara kıyasla potansiyel olarak avantaj sağlaması nedeni ile gıda endüstrisinde yaygın bir kullanıma sahip olması gerekirken literatürde yapılan çalışmaların kısıtlı düzeyde kaldığı görülmüştür.

Çoklu emülsiyonlar birçok olası uygulamaya sahip olsa da henüz gıda pazarında bulunan çoklu emülsiyondan yapılmış değerli bir ürün bulunmamaktadır. Temel neden, çoklu emülsiyonların tekli emülsiyonlara kıyasla karmaşık sistemler olması ve stabiliteilerinin sağlanarak, muhafaza edilmesinin zorluğudur (Garti, 1997). Bu sebeple araştırmacılar, gıda sınıfı bileşen kullanılarak ekonomik olarak üretilebilecek; istenen kalite özelliklerine ve uzun raf ömrüne sahip olan çoklu emülsiyonlar geliştirmeye yönelik çalışmalar yürütmektedirler (Garti ve Benichou, 2004).

### **2.6.1. Su İçerisindeki Yağ İçerisinde Su Emülsiyonları (S/Y/S)**

Çok tabakalı su içerisinde yağ (S/Y/S) emülsiyonları için, sulu bir ortamda dağılmış küçük yağ damlacıkları oluşturulur ve her bir yağ damlası, genellikle stabilizatör moleküllerini içeren ara yüzey tabakası ile çevrelenir (Choi ve Kwank, 2014). Çok tabakalı emülsiyonlar hazırlanırken yaygın olarak 2 aşamalı emülsifikasyon işlemi gerçekleştirilir. İlk olarak yağ fazı içerisinde su damlacıkları dağıtılır (S/Y) ve su damlacıklarının etrafı hidrofobik bir sürfektan yardımı ile kaplanır. Daha sonra sulu faz içerisine dağıtılan yağ damlacıklarının etrafı hidrofilik sürfektanlar yardımı ile kaplanır (S/Y/S).

### **2.6.2. Yağ İçerisindeki Su İçerisinde Yağ Emülsiyonları (Y/S/Y)**

Bölüm 2.6.1'de S/Y/S çok tabakalı emülsiyonlarının hazırlanış işlemlerine benzer olarak; Şekil 2.2'de şematize edilen Y/S/Y çok tabakalı emülsiyonlarının hazırlanması da 2 aşamalı bir emülsifikasyon işlemi gerektirir. İlk aşamada Y/S emülsiyonu oluşturmak için yağ ve su fazı, suda çözünebilen bir sürfaktan varlığında homojenize edilir. İkinci aşamada, Y/S/Y emülsiyonu oluşturmak üzere Y/S emülsiyonu yağda çözünebilir bir sürfaktan varlığında yağ fazıyla homojenleştirilir (Kumar vd., 2012).

Gıda formülasyonlarında hazırlanan Y/S/Y çok tabakalı emülsiyonlarda, genellikle yağ fazı olarak bitkisel yağlar kullanılmakta olup, literatürde; kolza tohumu yağı, (Edris ve Bergstahl, 2001), hidrojene palm çekirdeği yağı (Cho ve Park, 2003), palm-ayçiçek yağı karışımı (O'Dwyer vd., 2013) ile yapılan çalışmalar mevcuttur.

## **2.7. Sprey Soğutma Yönteminde Kullanılan Kaplama Materyalleri**

Enkapsülasyon işlemi öncesi besleme solüsyonu genel olarak su, hidrokolloid, jelleştirme ajanı ve aktif bileşenden oluşmakta olup, besleme solüsyonunun iyileştirilebilmesi amacıyla hacim arttırıcı maddeler, yüzey aktif bileşenleri, antioksidanlar ve plastikleştiriciler eklenerek hazırlanmaktadır (Garti ve McClements, 2012).

Sprey soğutma yönteminde kullanılacak olan kaplama materyali formülasyonları seçiminde kaplama materyallerinin termal, arayüzey gerilimi, reoloji, kristalinite gibi özellikleri dikkate alınması gerekmektedir. Sprey soğutma yönteminde

partikül oluşumu, atomize sıvının jelleşme veya donma yoluyla sertleşmesi sebebi ile kullanılacak kaplama materyallerinin termal özellikleri önemli bir parametredir.

Sprey soğutma yönteminde yaygın olarak jeller ve eriyikler kullanılmakta olup, jeller, suda çözülmüş veya aktif bileşen ile suda çözünmüş bir matris malzemesinden oluşmakta iken; eriyik maddeler ise, atomizasyon için kullanılan besleme materyallerinin çoğunluğunu oluşturan balmumu veya yağ gibi erimiş bir matris malzemesinden oluşmaktadır. Mikroenkapsülasyon işleminde kaplama materyali olarak katı yağlar, mumlar ve bazı polimerler gibi eriyik materyallerin kullanılması, su buharına karşı oldukça başarılı bir bariyer özelliği sağlamaktadır (Oxley, 2012). Ayrıca yüzey aktif bileşenlerin (stabilizatör) seçimi ve bunların konsantrasyonu, emülsiyonun ve enkapsüle edilen partiküllerin üzerinde büyük bir etkiye sahip olup; yüksek konsantrasyonları, yüzey gerilimini azaltarak, homojenizasyon sırasında partikül oluşumunu kolaylaştırır. Yüzey aktif bileşenlerin arayüzleri içeren sistemleri stabil hale getirebilme yeteneği, özellikle amfifilik özelliklerinin kimyasal yapısı ile ilgilidir (Dickinson, 1993; Garti ve McClements, 2012).

### **2.7.1. Lipitler (Eriyikler)**

Sprey soğutma yöntemi ile mikroenkapsülasyon işleminde kaplama materyali olarak çeşitli yağlar ve mumlar kullanılmakta olup; lipit esaslı kaplama malzemeleri, saf bileşenler veya işlevsel olarak optimize edilmiş kompozisyonlar şeklinde kullanılabilir (Kester ve Fennema, 1989).

#### **2.7.1.1. Mumlar**

Lipit bazlı mikroenkapsülasyon sistemlerinde doğal ve sentetik mumlar kullanılmakta olup, en yaygın kullanılan malzemeler parafin, karnauba, kandelilla, balmumu ve balmumu emülsiyonlarıdır.

Parafin mumu: Ham petrolün mum damıtığı,  $C_nH_{2n+2}$  jenerik formülü 18 ila 32 karbon birimi arasında değişen hidrokarbon fraksiyonlarından oluşur (Hernandez, 1994). Rafine edilmiş parafin mumlar, özel kaplama uygulamalarında kullanılabilir.

Karnauba mumu: Karnauba, Hayat Ağacı (*Copernica Cerifera*) yapraklarından elde edilen bitki eksüdanı olup, genellikle 24-32 hidrokarbonlu doymuş balmumu

asit esterleri ve myricyl cerotate alkoller gibi doymuş uzun zincirli monofonksiyonel alkollerden oluşur. Sert ve erime noktası yüksek doğal bir mum olan Karnauba; esnek olmayan, kırılğan yapısı nedeni ile gıda sistemlerinde spesifik uygulamalar (erime noktasını, sertliği, tokluğu ve parlaklığı arttırmak) için diğer mumlarla beraber kullanılmaktadırlar (Parish vd., 2002).

Balmumu: GRAS olarak kabul edilen ve bazı sınırlamalar ile doğrudan kullanımına izin verilen balmumu, bal arılarının salgısal bir ürünü olup, esas olarak uzun zincirli alkollerden, hidrokarbonlardan ve uzun zincirli asitlerden oluşmaktadırlar. Diatomeli toprak ve aktif karbon ile işlenerek safsızlıklardan arındırılan balmumu, oda sıcaklığında plastik bir yapıya sahip olup, daha düşük sıcaklıklarda kırılğan bir yapı kazanmaktadır (Tulloch, 1970).

Candelilla: Candelilla bitkisinin sülfürik asit içeren kaynar suya batırılması ve daha sonra yüzeyden süzülmesi, rafine edilmesi ve ağartılması yoluyla hazırlanmaktadır. Sertlik derecesi balmumu ve karnauba arasında orta derecede olan candelilla, genellikle (%40 oranında) kozmetik ve gam üretiminde kullanılmakta olup (Parish vd., 2002), GRAS olarak kabul edilmekte ve belirli gıda kullanımları için izin verilmektedir.

Balmumu makro/mikro emülsiyonları: Karnauba ve balmumu, yüksek oranda alkol ve eter grupları içermesi nedeniyle etkili bir kaplama materyalleri oluşturmak için emülsifiye edilmektedirler. Genellikle mumlar inversiyon olarak bilinen bir işlemle makro veya mikroemülsiyonlar oluşturmak üzere suda dağıtılmaktadırlar (Wineman, 1984).

### **2.7.1.2. Reçine**

Şellak: bir böcek salgısı olan, alkol ve alkali ortamda çözünebilen bu reçine, aleuritik ve shelloik asitlerin karmaşık bir karışımından oluşmaktadır. Yüksek neme karşı bariyer özellikleri ve enkapsüle ürünler için daha fazla parlaklık sağlaması bakımından balmumları ile kompozisyon oluşturulabilmektedir. GRAS olmaması nedeni ile sadece dolaylı bir gıda katkı maddesi olarak izin verilmektedir (Sward, 1972).

### 2.7.1.3. Glikol Polimerler

Polietilen glikoller, esas olarak aşınma/yıpranma direncine karşı istenen kaplama özelliklerine sahip olup, bir çalışmada mayaları kaplamak ve canlılıklarını uzatmak için %15-40 seviyelerinde kullanılmalarının faydalı olduğu bildirilmiştir (Percel, 1988).

### 2.7.1.4. Yağlar ve Gliseritler

Enkapsülasyon uygulamalarında çok çeşitli ticari trigliseritler kullanılmakta olup; doğal ve gıda sınıfı yağlar, hayvansal veya bitkisel olarak elde edilir. Yağlar laurik, palmitik ve oleik-linoleik gruplar gibi üç temel yağ asidi grubunun bir veya daha fazla formülasyonlarından oluşmaktadır. Yağ asitlerinin karboksilik asit zincir uzunluklarındaki değişiklikler, erime profilleri, doymunluk dereceleri, esterifikasyon dereceleri, saflık dereceleri ve yağ kristallerinin yapısı kaplamanın işlenebilirliğinin yanı sıra kapsüllenmiş ürünün performansı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Lakkis, 2007). Kaplama materyali olarak kullanılacak olan yağların erime noktasının düşmesi ile birlikte sprey soğutma işlemi sonrası elde edilen ürünün kümeleşme eğilimi yüksek, akışkanlığı ise düşüktür.

Laurik asit grubu: Laurik asit, doğada bulunan en yaygın üç doymuş yağ asidinden biri olup; diğer ikisi palmitik ve stearik asittir. Bu grubun yağ asitleri yüksek oranda doymuş, kısa zincirli yağ asitleri (8, 10 ve 14 karbon zinciri uzunluğu) bakımından zengin ve çok stabildir. Laurik yağ asidi (%40-50) bakımından zengin olan yağlar; hindistancevizi ve hurma çekirdeği yağıdır (O'brien, 2004). Oleik ve linoleik asitler doymamış fraksiyonların çoğunluğunu oluştururken, doymuş olanlar esas olarak palmitik ve stearik asitlerden oluşur. Bu grubun örnekleri arasında palm çekirdeği yağı, kanola, hindistancevizi gibi yağlar bulunur.

Palmitik asit grubu: Palmitik yağ asidi grubu gıdalarda yaygın olarak bulunan doymuş yağ asidi grubu olup palm ve palm çekirdeği yağında bulunmaktadır. Örneğin palm yağı % 32-47 oranında palmitik asit ve % 40-52 oranında oleik asit içermektedir. Daha yüksek erime noktalı bir fraksiyon olan palm stearin, palm yağıyla karşılaştırıldığında daha fazla doymuş yağ asidi içerir ve oda sıcaklığında katı haldedir (Bailey, 1952). Yüksek palmitik asit içeren yağlar plastisite, pürüzsüz yapı ve kremleşme özelliklerine sahiptir (O'brien, 2004). Ayrıca palmitik yağ asidinin stabilizasyon etkisi trigliserit pozisyonu ile alakalı olup; triasilgliserit

moleküllerinin içerdiği yağ asidi dağılımı, yağın polimorfik davranışının belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır (Bailey, 1952).

Oleik / linoleik asit grubu: Bu grupta ticari olarak önemli yağlar arasında mısır, pamuk tohumu, yer fıstığı, zeytin, ayçiçeği, aspir ve pirinç kepeği yağı bulunmaktadır. Yüksek oleik asit içeren yağlar kandaki kötü kolesterolü azaltma potansiyeline sahip olması ve yüksek oksidatif stabiliteleri nedeni ile önemli olup, farklı sertlik derecelerinde yağlar oluşturmak için hidrojene edilebilmektedirler (O'brien, 2004). Bu gruptaki çoğu yağ kısa ve orta zincirli doymamış yağ asitlerinden oluşmakta; partikül kaplama uygulamalarında bu yağ asitlerinin yüksek oranda hidrojenlenmiş versiyonları etkili olabilmektedir.

### **2.7.2. Proteinler ve Karbonhidratlar (Jelleşme Gösterenler)**

Hayvansal (jelatin, kazein, peynir altı suyu proteini vb.) ve bitkisel (soya proteinleri, tahıl proteinleri vb.) olarak ayrılan proteinler, aktif bileşenlerin mikroenkapsülasyonunda kaplama materyali olarak kullanılmaktadır. Proteinlerin çözünebilirlik, film oluşturma, suyla etkileşim, emülsifikasyon ve stabilizasyon gibi fonksiyonel özellikleri kaplama materyallerinde istenen birçok özelliği karşılamakta olup, yağların ve yağda çözünen bileşenlerin mikroenkapsülasyonu için karbonhidratlarla beraber kompozisyon oluşturulabilmektedir (Gharsallaoui vd., 2010; Pereira vd., 2009; Pierucci vd., 2006; Tontul, 2011). Literatürde yapılan çalışmalarda peynir altı suyu protein konsantresi, yağsız süt tozu ve kazeinatlar gibi süt proteinlerinin, uçucu yağların enkapsülasyonunda yaygın olarak kullanıldığı görülmektedir. Bu proteinler emülsifikasyon aşamasında konformasyonlarını değiştirerek, yağ-su ara yüzünde yer alırlar ve emülsiyonları daha kararlı hale getiren emülgatörlere katkıda bulunurlar (Jafari vd., 2008). Mikroenkapsülasyonda yaygın olarak kullanılan proteinler; peyniraltı suyu proteini izolatu/konsantresi, soya proteini izolatu/konsantresi, kazeinatlar ve jelatindir (Tontul, 2011).

#### **2.7.2.1. Jelatin (G)**

Jelatin, bir ısıl-tersinir jel yapan, toksik olmayan ve ticari olarak temin edilebilen kollajenden türetilen bir protein olup; film oluşturucu ve suda çözünebilir özelliklere sahiptir. Sulu çözeltinin pH'ındaki değişiklikler, jelatin tarafından polikationik ve polianyonik etkilerin ortaya çıkmasına neden olabilmektedir, bu

özelliđi ile jelatin konzervasyon işlemlerinde kullanılmaktadır (Shahidi ve Han, 1993).

### **2.7.2.2. Soya Proteini**

Yaklaşık % 90 yüksek protein miktarına sahip olması nedeni ile üretilen soya fasulyesi protein izolatları; atık yağ asitleri, lesitin, fitik asit, isoflavon, saponin, pigmentler, mineraller ve 200'e yakın fitokimyasal maddeyi içermektedir (Fang vd., 2004). Soya fasulyesi proteinleri, gerekli esansiyel amino asitleri içermesi bakımından amino asit kompozisyonunda iyi bir denge sağlaması gibi avantajlara sahiptir. Ayrıca fizyolojik açıdan yararlı bileşenleri içeren soya proteini, kolesterolü düşürmesi, hiperlipidemi ve kardiyovasküler hastalık riskini azaltmasının yanı sıra; emülsiyon hazırlamada emülsifiye etme yeteneđine sahip olması, jelleşme, su ve yağ tutma kapasitesi gibi mükemmel bir işleme kabiliyetine de sahiptir (Kocabıyık, 2014).

### **2.7.2.3. Peynir Altı Suyu Proteini (WPI)**

Peynir üretiminin bir yan ürünü olan peynir altı suyu proteini, yaklaşık % 7 kuru madde içeriđine sahip olup; kuru maddesinde ortalama % 13 protein, % 75 laktoz, % 8 mineral, % 3 organik asit ve % 1'den daha az yağ içermektedir. Her yıl dünya çapında 180 ila 190×10<sup>6</sup> ton arasında üretilmekte olan peynir altı suyunun sadece %50'si işlenebilmektedir (Baldasso, 2011). Peynir altı suyu proteinleri, az miktarda proteoz-pepton, serum albümin ve immünoglobulin ile β-laktoglobulin ve α-laktalbumini kontrollü miktarda içeren bir protein karışımıdır (Walstra ve Jenness, 1984; Ju vd., 1999; Schokker vd., 2000).

Peynir altı suyu proteini yüksek çözünürlük, köpürme, jelleşme ve emülsifiyer özelliklere sahiptir (Swaisgood, 2008). Peynir altı suyu proteini ile emülsiyon oluşturmada yapı-işlev ilişkilerine (hidrofobik etkileşimler, hidrojen bağlanması, elektrostatik etkileşimler) bağlı olarak, yaygın bir biçimde çalışılmaktadır (Altinga vd., 2000). Bu etkileşimler, peynir altı suyu proteinlerinin gömülü hidrofobik parçalarını açığa çıkarmak ve protein yapısının kısmi/tamamen çözülmesi için ön işlemde geçirilmesiyle değiştirilebilmektedir (Krebs vd., 2007; Hussain vd., 2012).

Diđer proteinler gibi peynir altı suyu proteinleri, amfifilik (hem hidrofilik hem de hidrofobik kısma sahip) özellikte olup, yağ-su ara yüzünü stabilize etmek için

emülsifiye edici bir özelliğe sahiptir (Laleye vd., 2008). Emülsiyon oluşumu (emülsifikasyon) sırasında, sürekli bir sulu faz içinde yağ damlacıklarının oluşturulması sağlanır iken; su fazındaki proteinler, sulu fazdan ara yüzeye geçmeye çalışmakta ve daha sonra hidrofilik amino asitlerini, su fazına; hidrofobik amino asitlerini yağ fazına doğru konumlandırmaktadır (Dickinson, 2001). Ara yüzeydeki proteinler, emülsiyon stabilitesini koruyabilmek amacı ile yağ damlacıklarını örten bir viskoelastik film meydana getirmek üzere toplanmaktadır (Dickinson, 2001). Hu vd. (2003) yapmış oldukları çalışmada peynir altı suyu proteinlerinin, emülsiyon damlacıkları ara yüzlerinde kalın viskoelastik filmlerin oluşumu ve proksidatif metallerin şelatlanması gibi farklı antioksidan mekanizmalarına bağlı olarak lipid oksidasyonunu inhibe ettiği bildirilmiştir.

#### **2.7.2.4. Na-Kazeinat (Na-Cas)**

Kazein fosfoproteinlerin bir üyesi olup; inek sütü proteinlerinin % 80'i, insan sütü proteinlerinin % 20-45'ini oluşturmaktadır. Kazein, reaksiyona giremeyen oldukça büyük miktarlarda prolin atığı içermektedir. Disülfid köprülerinin mevcut olmaması nedeni ile kazein az miktarda tersiyer yapıya sahip olup, hidrofobik bir özelliğe sahiptir. Sütteki kazein misellerinin hidrofilik kısımları yüzeyde bulunması ve küresel olması nedeni ile yüzey aktif madde tipi miseller ile benzerlik gösterir. Ancak, yüzey aktif madde misellerinin tersine, bir kazein miselinin iç kısmı aşırı derecede tortulaşır. Misellerdeki kazeinler, kalsiyum ve hidrofobik reaksiyonlarla toplanmaktadır (Dalglish, 1998). Emülsifiye edici özellikleri ve yüksek ısı kararlılığı nedeni ile sodyum kazeinat iyi bir stabilizatördür (Kocacıyık, 2014).

Liu ve Yang (2011)'ın yaptıkları çalışmada sodyum kazeinat belirli bir düzeye kadar emülsiyondaki parçacıkların stabilitesi üzerine olumlu bir etki gösterse de, yüksek oranda kullanılması durumunda son üründe oksidatif stabiliteyi düşürdüğü belirtilmiştir.

Karbonhidratlar çeşitliliği ve düşük maliyeti sebebi ile kapsüllemeye yaygın olarak kullanılmakta olup; gıamlar, nişastalar, modifiye nişastalar, uzun zincirli ve yüksek molekül ağırlıklı polimerler en sık kullanılan karbonhidratlar arasındadır. Düşük viskozite, yüksek katı içeriği ve suda çözünübilirlik gibi avantajlara sahip olan bu kaplama materyalleri maliyeti azaltması ve çekirdek materyalin oksidasyona karşı dayanıklılığının artırılmasında kullanılmaktadır. Fakat kaplama materyali olarak



kullanılan çoğu karbonhidratın temel dezavantajı, emülsifiye edici özellikleri ve uçucu bileşenleri tutma özelliklerinin düşük olmasıdır. Hidrolize ve modifiye nişastalar dışında siklodekstrinler, alginatlar, pektin ve selülozlar gibi birçok karbonhidrat da taşıyıcı materyal olarak kullanılmaktadır. Ancak düşük molekül ağırlığına sahip karbonhidratların mikroenkapsülasyonda kullanılması kekleşme, çökme ve depolama sırasında kristalizasyon gibi problemlere neden olmaktadır (Gharsallaoui vd., 2007). Hidrojel yapısını sağlayan jelatin, karagenan, gellan gam, pektin, alginat, agar gibi bazı protein ve karbonhidratlar sprey soğutma işleminde atomize damlacıkların katılaşmasının sağlanmasında, jelatinasyon sıcaklığına dayanarak kapsülleme yapılabilmesi için yumuşak sulu bir matris sistemi oluşmasına yardımcı olurlar.

### **2.7.3. Yüzey Aktif Bileşenleri (Stabilizatörler)**

Yüzey aktif bileşenlerin seçimi ve bunların konsantrasyonu, emülsiyonun ve enkapsüle edilen partiküllerin üzerinde büyük bir etkiye sahiptir (Myers, 2006). Yüzey aktif bileşenlerin yüksek konsantrasyonları, yüzey gerilimini azaltarak, homojenizasyon sırasında partikül oluşumunu kolaylaştırmaktadır. Düşük kütleli olan stabilizatörler (lesitinler, likolipitler, monogliseritler ve yağ asitleri) ara yüzeydeki gerilimi azaltıp, serbestçe hareket ederek emülsiyonların oluşumu sırasında yağ-su ara yüzü için kaplama materyalleri olarak davranırlar (Altuntaş, 2016; Kralova ve Sjöblom, 2009; Wilde, 2000). Polisakkarit ve protein grubu olarak ikiye ayrılan yüksek kütleli stabilizatörler ise, bahsedilen grupların bileşim ve özelliklerini göstermektedirler. Gıda emülsiyonlarında stabilizatör tipi ve miktarı kısıtlı olduğu için kararlı bir emülsiyon oluşumunda gıda sınıfı olanlar tercih edilmektedir. Gıda sistemlerinde yaygın olarak kullanılan yüzey aktif bileşenleri; lesitin, mono ve digliserid, polisorbata, esterler, zamklar ve fosfatlardır (Altuntaş, 2016).

#### **2.7.3.1. Poligliserol polirisinolat (PGPR)**

Poligliserol polirisinolat (PGPR), stabil yapıda yağ içerisinde su emülsiyonları elde edilebilmesi için yaygın olarak kullanılan lipofilik bir emülsiyonlaştırıcı olup, Gıda ve İlaç İdaresi'ne göre GRAS olarak kabul edilmiş (FDA, 2006), endüstriyel olarak, yoğunlaştırılmış hintyağı yağ asidi ile polimerize gliserolun esterifikasyonu ile (Vernier 1998) üretilen sentetik bir stabilizatördür. Yönetmelikler nedeni ile gıda sistemlerinde yüksek miktarda kullanılamamaktadır.

PGPR yüksek su tutma kapasitesi nedeniyle gıda sektöründe en çok çikolata üretiminde ve çikolatalı ürünlerin viskozitesinin ayarlanmasında lesitin ile beraber kullanılmaktadır (Schantz ve Rohm 2005; Banford vd., 1970). Ayrıca PGPR, S/Y/S çift emülsiyonlarının hazırlanmasında kullanılan en etkili hidrofobik emülsiyonlaştırıcı olarak bilinmektedir (Wilson vd., 1998). Örneğin, S/Y tipi emülsiyonların stabilizasyonu için kullanılan bir hidrofobik emülsiyonlaştırıcı olan poligliserol polirisinolat'ın (PGPR), HD değeri 2'dir. Aksine, Y/S emülsiyonlarının stabilizasyonu için yaygın olarak kullanılan polisorbitat emülsiyonlaştırıcılar, 16 civarında HD değerlerine sahiptir (Appelqvist vd., 2007).

### **2.7.3.2. Soya Lesitini (SL)**

Soya yağı üretiminin yan ürünü olan düşük molekül ağırlıklı lesitin, doğal fosfolisieritlerin karışımı (Minifie, 1989; Hoeller vd., 2009; Xue ve Zhong, 2014) olup; çikolata sektörü başta olmak üzere gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan, hidrofobik özellikteki doğal bir stabilizatördür (Dickinson, 1993). Viskozite düzenleyici ve başarılı dispersiyon özelliği ile unlu mamuller, çikolatalar ve yağlar gibi birçok ürünün işlenmesi için fonksiyonel bir bileşik olarak kullanılmaktadır. Lesitin düşük moleküler ağırlığı, emülsifikasyon işlemi sırasında kolayca damlacıkların yüzeyine ulaşmasını sağlar. Bunların yanı sıra, jelleşme, emülsifiye etme yeteneği, su ve yağ tutma kapasitesi ile başarılı bir işleme kabiliyetine sahiptir (Kocabıyık, 2014).

### **2.7.3.3. Sorbitan Esterleri**

Yaygın olarak Span veya Tween olarak adlandırılan sorbitan esterleri, yağ asitlerine ek olarak sorbitol ve anhidritlerin kısmi esterlerinin karışımlarından oluşan stabilizatörlerdir. Çeşitli endüstrilerde yüzey aktif bileşeni olarak yaygın bir kullanıma sahip sorbitan esterleri kimyasal (bileşim, yapı), fiziksel (hidrofilik - lipofilik dengesi (HD), renk ve oda sıcaklığında durum) ve fonksiyonel (kritik misel konsantrasyonu, yoğunluk, viskozite) özellikleri bakımından birbirinden farklıdır. Bazı ülkelerde çevreye ve insanlara potansiyel olarak zarar veren bu formülasyonların gıda sistemlerinde kullanılması uygun bulunmamakta; poligliserol esterleri ve/veya şeker esterleri gibi daha kabul edilebilir yüzey aktif bileşenleri tercih edilmektedir (Kralova ve Sjöblomi, 2009; Garti ve Aserin, 1996).

Tween gibi etoksillenmiş yüzey aktif maddeler, gıda dostu bileşikler olmadıkları için birçok ülkede katkı maddeleri veya emülgatörler olarak kullanılmaları yasaklanmıştır. İlaç uygulamalarında, belirli konsantrasyonlarda membranları bozdukları ve hücrelerin apopozuna neden oldukları belgelenmiştir (Garti ve Aserin, 1996).



### **3. MATERYAL VE YÖNTEM**

#### **3.1. Materyal**

Tez kapsamında çekirdek materyal olarak kullanılan kapsaisin (%66.67) Xian Sobeo Biotech, Çin'den temin edilmiştir. Mikroenkapsülasyon işlemi için kullanılan kaplama materyalleri gıdalarda kullanılabilir saflıkta olup, lipit esaslı kaplama materyali olarak hidrojene palm yağı (FELDA IFFCO Gıda Sanayi ve Ticaret A.Ş., Türkiye) (PalmY), rafine ayçiçek yağı (yerel bir firmadan) (AY) ve protein esaslı kaplama materyalleri olarak peynir altı suyu protein izolatu (Hardline Nutrition), jelatin (Merck), Na-kazeinat (Sigma-Aldrich) kullanılmıştır. Emülsiyon stabilizatörleri olarak soya lesitini (Smart Kimya), polisorbat 20 (Sigma-Aldrich) ve poligliserol polirisinolat (PGPR) (ASPEK Kimya) kullanılmıştır. Ambalaj materyali olarak alüminyum kaplı polietilen (ALPE) kullanılmıştır.

#### **3.2. Yöntem**

##### **3.2.1. Emülsiyon Hazırlama Yöntemi**

Enkapsülasyon işleminin etkinliğini belirleyen en önemli parametrelerin başında kullanılan kaplama materyallerinin ve stabilizatörlerin tipi gelmektedir. Bu nedenle tez kapsamında kapsaisinin (Cap) mikroenkapsülasyonunda protein olarak jelatin (G), Na-kazeinat(Na-Cas), peynir altı suyu protein izolatu (WPI), stabilizatör olarak soya lesitini (SL), polisorbat 20 (PS20) ve poligliserol polirisinolat (PGPR) denenmiştir.

Kapsaisin emülsiyonunun hazırlanmasında yürütülmüş olan deneme planı Çizelge 3.1'de verildiği üzere kullanılan proteinler her bir stabilizatör için tekli, ikili, üçlü kombinasyonlar halinde, protein ve stabilizatör olmaksızın denenmiştir. Çizelge 3.1'de numerik faktörler olarak verilen 1 ve 0 değerleri emülsiyon içerisinde bulunan protein(ler)i temsil etmekte olup, 1: karşılık gelen protein(ler)in emülsiyon içerisinde bulunduğunu; 0: karşılık gelen protein(ler)in emülsiyon içerisinde bulunmadığını göstermektedir. Plan (Çizelge 3.1) dahilindeki denemeler (25 adet) üretilmiş olup, üretilen 25 denemenin hazırlanış kompozisyonu ise Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.1 Emülsiyon hazırlama aşamasında protein ve stabilizatör tipinin seçiminde izlenen deneme planı.

Den. No	Protein tipi ve karışım oranları			Stabilizatör tipi
	Jelatin (G)	Na-kazeinat (Na-Cas)	Peynir altı suyu protein izolatı (WPI)	
1	1	0	0	Soya lesitini
2	1	0	0	Polisorbat 20
3	1	0	0	Poligliserol polirisinolat
4	0	1	0	Soya lesitini
5	0	1	0	Polisorbat 20
6	0	1	0	Poligliserol polirisinolat
7	0	0	1	Soya lesitini
8	0	0	1	Polisorbat 20
9	0	0	1	Poligliserol polirisinolat
10	1	1	0	Soya lesitini
11	1	1	0	Polisorbat 20
12	1	1	0	Poligliserol polirisinolat
13	1	0	1	Soya lesitini
14	1	0	1	Polisorbat 20
15	1	0	1	Poligliserol polirisinolat
16	0	1	1	Soya lesitini
17	0	1	1	Polisorbat 20
18	0	1	1	Poligliserol polirisinolat
19	1	1	1	Soya lesitini
20	1	1	1	Polisorbat 20
21	1	1	1	Poligliserol polirisinolat
22	0	0	0	Soya lesitini
23	0	0	0	Polisorbat 20
24	0	0	0	Poligliserol polirisinolat
25	0	0	0	-*

\*Protein ve stabilizatör olmaksızın palm yağı ile hazırlanan deneme

Kapsaisin, kimyasal yapısından dolayı, yağ içerisinde çözünebilmektedir. Son emülsiyon 200 g olacak şekilde emülsiyonlar hazırlanırken izlenen yol aşağıda maddeler halinde listelenmiştir: Verilen % oranları toplam besleme içerisindeki oranlardır.

- Deneme planında belirtilen protein tip(ler)inden toplam 3 g (% 1.5 oranında) olacak şekilde tartılıp, 12 g (% 6 oranında) su içerisinde çözüldürülmüştür.
- 0.6 g (% 0.3) kapsaisin (50,000 Scoville heat unit süper acı bibere benzer); ilk 21 deneme için 2.4 g (% 1.2) ayçiçek yağı ve 22-25. denemeler için 0.6 g (% 0.3) ayçiçek yağı ile karıştırılıp, ultrasonik banyo ( $25\pm 1^{\circ}\text{C}$  60W ultrasonik güçte 10dk) yardımıyla çözüldürülmüştür.
- Elde edilen protein çözeltisine kapsaisin-ayçiçek yağı karışımı ilave edilmiş ve 10000 dev/dak hızda 3 dakika boyunca IKA T18 model Digital Ultra Turrax'ta homojenize edilmiştir.
- Palm yağı (PalmY)  $65^{\circ}\text{C}$ 'de su banyosu içerisinde eritilmiştir.
- Son emülsiyonda poligliserol polirisinolat (PGPR) ve polisorbitat 20 (PS20) için 2 g; soya lesitini (SL) için 1 g (stabilizatör %'leri yapılan ön denemeler sonucu soya lesitini için % 0.5, poligliserol polirisinolat ve polisorbitat 20 için % 1 olarak belirlenmiştir) olacak şekilde stabilizatör tipinden tartılıp, erimiş palm yağı içerisine ilave edilmiştir. 10000 dev/dak hızda 3 dakika boyunca homojenize edilmiştir.
- Elde edilen protein-kapsaisin karışımı, palm yağı-stabilizatör karışımının içerisine damla damla olacak şekilde ilave edilmiş ve 10000 dev/dak hızda 3 dakika boyunca tekrar homojenize edilmiştir.
- Palm yağının sürekli eriyik kalabilmesi için yukarıda değinilen tüm işlemler  $65^{\circ}\text{C}$  sıcaklığa ayarlanan su banyosu içerisinde gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.2. Emülsiyonların yüzdesel içerikleri.

Den. No	PalmY	G	Na-Cas	WPI	PGPR	SL	PS20	AY	Su	Cap
1	90.50	1.50	0.00	0.00	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
2	90.00	1.50	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
3	90.00	1.50	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
4	90.50	0.00	1.50	0.00	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
5	90.00	0.00	1.50	0.00	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
6	90.00	0.00	1.50	0.00	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
7	90.50	0.00	0.00	1.50	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
8	90.00	0.00	0.00	1.50	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
9	90.00	0.00	0.00	1.50	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
10	90.50	0.75	0.75	0.00	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
11	90.00	0.75	0.75	0.00	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
12	90.00	0.75	0.75	0.00	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
13	90.50	0.75	0.00	0.75	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
14	90.00	0.75	0.00	0.75	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
15	90.00	0.75	0.00	0.75	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
16	90.50	0.00	0.75	0.75	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
17	90.00	0.00	0.75	0.75	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
18	90.00	0.00	0.75	0.75	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
19	90.50	0.50	0.50	0.50	0.00	0.50	0.00	1.20	6.00	0.30
20	90.00	0.50	0.50	0.50	0.00	0.00	1.00	1.20	6.00	0.30
21	90.00	0.50	0.50	0.50	1.00	0.00	0.00	1.20	6.00	0.30
22	98.90	0.00	0.00	0.00	0.00	0.50	0.00	0.30	0.00	0.30
23	98.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	0.30	0.00	0.30
24	98.40	0.00	0.00	0.00	1.00	0.00	0.00	0.30	0.00	0.30
25	99.40	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.30	0.00	0.30

Hazırlanan emülsiyonlardan kinetik stabilite, santrifüj stabilitesi, viskozite analizlerinin gerçekleştirilebilmesi için örnekler alındıktan sonra, kalan kısım doğrudan sprey soğutma cihazına beslenmiştir.

### 3.2.2. Sprey soğutma yöntemi ile kapsaisin mikroenkapsülasyonu

Mikroenkapsülasyon işlemi Bakon-B15 modeli laboratuvar ölçekli sprej soğutma cihazında (Şekil 3.1) gerçekleştirilmiştir. Ekipman 1.35 m yükseklikte, üst kısmı silindirik alt kısmı konik cam bir kurutma kabininden oluşmaktadır. Nozulun bulunduğu haznenin çapı 0.15 m'dir.

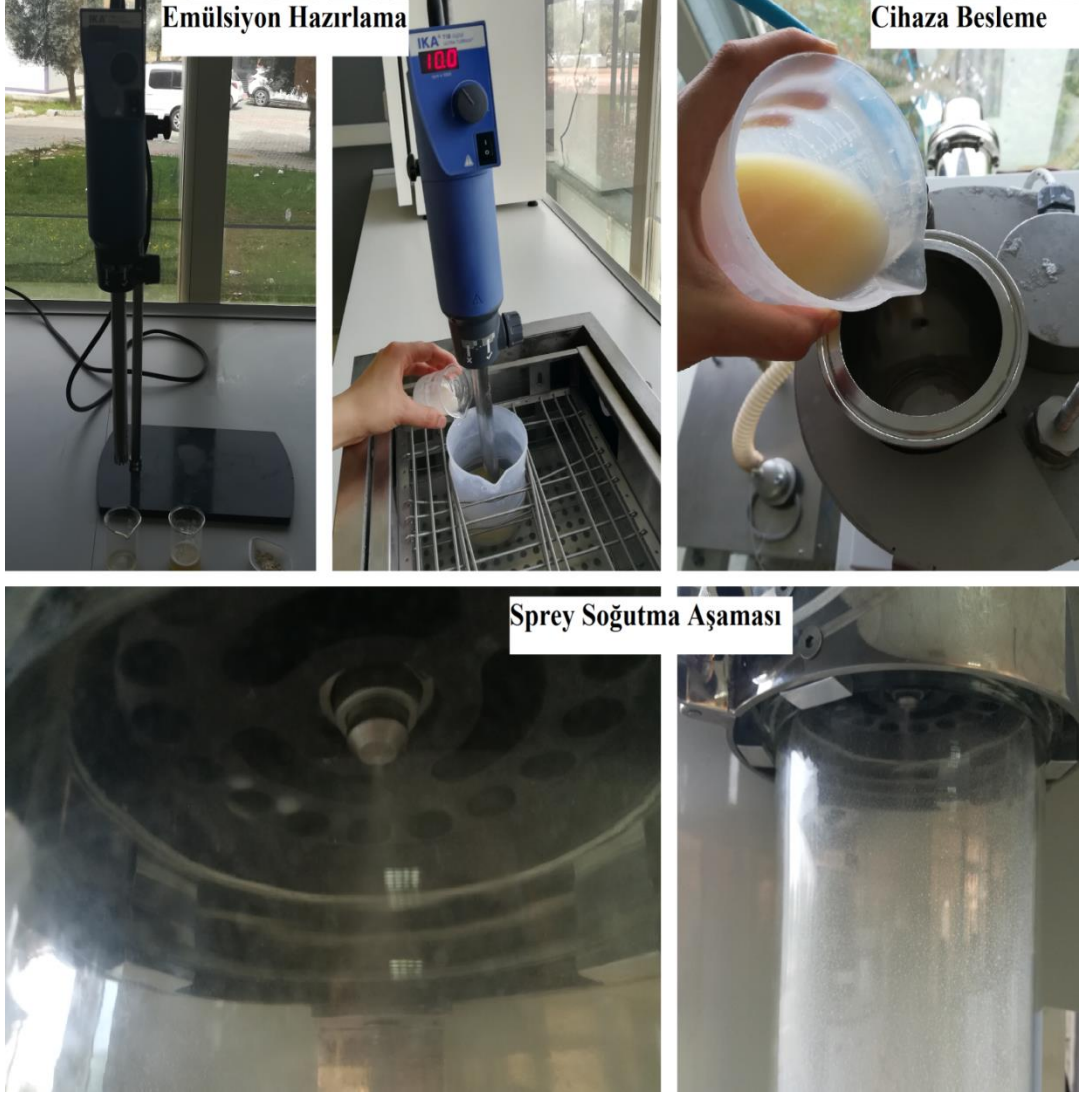


Şekil 3.1. Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan laboratuvar ölçekli sprej soğutma cihazı.

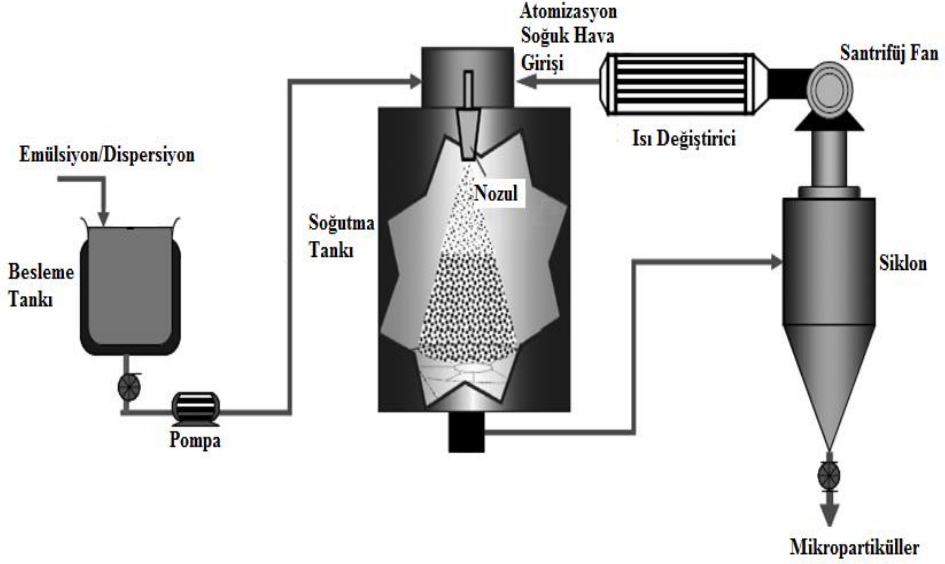
Sprej soğutma yöntemi ile kapsaisin mikroenkapsülasyonu için Çizelge 3.2'de belirtildiği gibi hazırlanan her bir deneme (detayları 3.2.1'de belirtildiği şekilde) kompresör basıncı yardımı ile sprej soğutma ünitesine beslenmiştir. Sprej soğutma haznesine beslenen havanın sıcaklığı, yapılan ön denemeler sonucunda 10°C olarak belirlenmiş ve tüm işlemlerde sabit tutulmuştur. Hazırlanan denemeler, 65°C sıcaklıktaki besleme ünitesine aktarılarak, sabit 1.5 L/sa hava akış hızında, 65°C sıcakta sabit tutulmuş nozula (0.7 mm çaplı) beslenmiştir.



Kapsaisin mikroenkapsülasyonu aşamalarının görselleri Şekil 3.2’de, sprej soğutma cihazının temel çalışma prensibi ise Şekil 3.3’de verilmiştir.



Şekil 3.2. Kapsaisin enkapsülasyonu aşamaları.



Şekil 3.3. Sprey soğutma cihazının temel çalışma prensibi (Djordjevic vd., 2016).

Sprey soğutma sonrası örnek toplama ünitesinde toplanan kapsaisin katı lipid mikropartikülleri ALPE ambalaj materyali içerisine aktarılarak analizlere kadar 4°C’de saklanmıştır. Hazırlanan her bir deneme için, emülsiyon stabilitesi (santrifüj ve kinetik stabilite) ve mikroenkapsülasyon etkinliği sistemin yanıtı olarak seçilmiş olup; en yüksek emülsiyon stabilitesi gösteren denemeler belirlenerek, bu denemelerin mikroenkapsülasyon etkinlikleri değerlendirilmiştir.

Kapsaisin mikroenkapsülasyonu için hazırlanan tüm denemelerde yoğunluk, viskozite, santrifüj ve kinetik stabilite analizleri yürütülmesinin yanı sıra hazırlanan denemelerin 0. ve 15. dakikalarda MshOt marka mikroskopta görüntüleri alınmıştır

Sprey soğutma cihazı (Şekil 3.1) yardımı ile elde edilen toz örneklerde ise nem, su aktivitesi, yığın yoğunluğu, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, akabilirlik, partikül yoğunluğu, partikül morfolojisi, toplam kapsaisin miktarı, yüzeyde kapsaisin miktarı, ürün verimi, enkapsülasyon etkinliği, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile termal erime davranışının belirlenmesi ve Scoville acılık indeksi analizleri yürütülmüştür.

### 3.3. Analiz Yöntemleri

#### 3.3.1. Emülsiyon Yoğunluğu ve viskozitesinin belirlenmesi

Kullanılan hidrojene palm yağı, ayçiçek yağı eklenmiş hidrojene palm yağı ve hazırlanan tüm denemelerin emülsiyon yoğunlukları, piknometre yardımı ile kütle/hacim oranından hesaplanmış olup; görünür viskozitesi yağ fazın erime sıcaklığının en az 5°C üzerinde bir sıcaklıkta, viskozimetre (Fungilab Expert series) kullanılarak ölçülmüştür (Tratnik vd., 2006). Çizelge 3.2'deki karışım kompozisyonu dikkate alınarak hazırlanan emülsiyonların reolojik ölçümleri Fungilab'ın daldırma probu (TR 8) ile yürütülmüş olup, kayma gerilimi ve kayma hızları ölçülmüştür. Sıcaklık ölçüm süresince 65±0.1°C'de sabit tutulmuştur. Ölçümler 2 tekrar olarak gerçekleştirilmiştir. Uygun reolojik model ve parametreler Newtonian akış modeli (Eşitlik 1), Bingham plastik akış modeli (Eşitlik 2) ve Herschel–Bulkley akış modeli (Eşitlik 3) kullanılarak incelenmiştir.

$$\tau = K\dot{\gamma} \quad (1)$$

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma} \quad (2)$$

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n \quad (3)$$

Burada,  $\tau_0$ , kayma gerilimi (Pa); K, kıvam katsayısı (Pa·s);  $\dot{\gamma}$ , kayma hızı ( $s^{-1}$ ) ve n, akış davranış indeksini ( $n < 1$  olduğu durumda pseudoplastik davranış,  $n > 1$  olduğu durumda dilatant davranış ve  $n = 1$  olduğu durumda Newtonian tipi davranış) belirtmektedir.

#### 3.3.2. Emülsiyon stabilitesinin belirlenmesi

Farklı proteinler (jelatin, Na-kazeinat, peynir altı suyu protein izolatu) ve stabilizatörler (poligliserol polirisinolat, polisorbata 20, soya lesitini) kullanılarak hazırlanan kapsaisin emülsiyonlarının (deneme numarası 1-21) emülsiyon stabilite; kinetik stabilite ve santrifüj stabilite analizleri ile belirlenmiştir. Bu stabilite analizlerinin yapılaş detayları aşağıda görülmektedir. Literatürde kapsaisin mikroenkapsülasyonuna rastlanılmamasına rağmen tek ve çift kaplamalı kapsaisin mikropartiküllerinin karşılaştırılması amacı ile kontrol denemeleri (deneme numarası 22-25) gerçekleştirilmiş olup, kontrol denemelerinin dispersiyon yapıda olmaları nedeni ile stabilite analizleri yapılmamıştır.

### 3.3.2.1. Santrifüj Stabilite Analizi

Emülsiyonlardan alınan örneklerde santrifüj stabilitesi analizinin gerçekleştirilebilmesi için 15 ml'lik santrifüj tüpleri içerisine örnekler yerleştirilmiş, 4000 dev/dak hızda (2133.33 g) 15 dakika boyunca santrifüjleme yapılmış (Sciarini vd., 2009) ve aşağıdaki Eşitlik 4'e göre hesaplanmıştır;

$$SS = \frac{f_{ev}}{i_{ev}} \times 100 \quad (4)$$

burada,  $f_{ev}$  santrifüj sonrası emülsiyon hacmini,  $i_{ev}$  santrifüj öncesi emülsiyon hacmini ifade etmektedir.

### 3.3.2.2. Kinetik Stabilite Analizi

Kinetik stabilitenin belirlenebilmesi amacıyla içerisine emülsiyon konulan 15 ml'lik deney tüpleri, 65°C'de tutulan su banyosuna konulmuştur. 2 saat süreyle su banyosunda bekletilen örneklerde 15, 30, 60 ve 120. dakikalarda çökme miktarı belirlenmiş ve emülsiyondan ayrılan sıvı faz yüksekliği ölçülerek, bu değerler üzerinden kinetik stabilite hesaplanmıştır (Consoli vd., 2016).

### 3.3.2.3. Emülsiyon Mikroskop Görüntüsü

Çizelge 3.2'ye göre hazırlanan emülsiyonların ve dispersiyonların 0. ve 15. dakika görüntüleri MshOt marka mikroskopta alınarak, incelenmiştir.

### 3.3.3. Kapsaisin mikroenkapsülasyonu ve mikroenkapsüle toz ürün analizleri

#### 3.3.3.1. Nem İçeriği

Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının nem içerikleri gravimetrik yöntem ile 0.99'lük korelasyonun sağlandığı halojen kurutmalı nem tayin cihazında belirlenmiştir.

#### 3.3.3.2. Su Aktivitesi

Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının su aktivitesi,  $\pm 0.003$  hassasiyete sahip AquaLab 4TE su aktivitesi tayin cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

### 3.3.3.3. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile termal erime davranışının belirlenmesi

Kaplama materyali olarak kullanılan palm yağının ve toz örneklerin termal analizleri DSC (Perkin-Elmer DSC 6000) ile gerçekleştirilmiş olup, yaklaşık 6-7 mg örnek alüminyum kap içerisine tartılmış ve kapağı hava sızdırmaz olacak şekilde kapatılmıştır. DSC fırınının içerisi 50 ml/dak akış hızına sahip azot gazı ile şartlandırılmış ve örnekler 25°C'den 90°C'ye 15°C/dak sıcaklık artış hızıyla ısıtılmıştır. Cihazın yazılımı (Pyris Manager Software, Perkin-Elmer) ile elde edilen termogramlar analiz edilerek örneklerin erime sıcaklığı ( $T_m$ ) ve füzyon entalpisi ( $\Delta H$ ) hesaplanmıştır.

### 3.3.3.4. Partikül Özellikleri

#### 3.3.3.4.1. Partikül Yoğunluğu

Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül yoğunluğu analizi, Barbosa-Canova vd. (2005)'ne göre sıvı piknometresi yöntemi ile çözgen olarak saf su kullanılmasıyla gerçekleştirilmiştir ve Eşitlik 5'e göre toz ürünlerin partikül yoğunluğu hesaplanmıştır.

$$\rho_p = \frac{(m_s - m_0)\rho}{(m_l - m_0) - (m_{sl} - m_s)} \quad (5)$$

burada;  $m_s$ : toz ürün ile dolu piknometre ağırlığı (g),  $m_0$ : boş piknometre ağırlığı (g),  $\rho$ : saf suyun yoğunluğu (1.000 g/cm<sup>3</sup>),  $m_l$ : saf su dolu piknometre ağırlığı (g),  $m_{sl}$ : toz ürün ve saf su dolu piknometre ağırlığı (g) dir.

#### 3.3.3.4.2. Partikül Boyut Dağılımı

Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül boyut dağılımı  $D_{[4,3]}$  ( $\mu\text{m}$ ), açıklık ve tekdüzelik değerleri LLD (Laser Light Diffraction) cihazı kullanılarak (Malvern Mastersizer Model 2000), 25°C'de ölçülmüştür. Çözgen olarak saf su kullanılmıştır. Toz ürünün partikül boyutu ortalama hacimsel alan boyutu ( $D_{[4,3]}$ ) olarak ifade edilmiş ve Eşitlik 6 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$D_{[4,3]} = \frac{\sum n_i d_i^4}{\sum n_i d_i^3} \quad (6)$$

$n_i$ ;  $d_i$  çapına sahip partiküllerin sayısını ifade etmektedir.

Açıklık yığın içindeki partiküllerin dağılımını ifade etmekte olup Eşitlik 7'e göre hesaplanmıştır.

$$açıklık = \frac{d_{90}-d_{10}}{d_{50}} \quad (7)$$

$d_{90}$ ,  $d_{10}$  ve  $d_{50}$  sırasıyla %90, %10 ve %50 kümülatif hacime sahip eşdeğer hacimsel çapları ifade etmektedir.

### 3.3.3.4.3. Partikül Morfolojisi

Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül morfolojisi (x500) taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Carl Zeiss 300VP) kullanılarak belirlenmiştir.

### 3.3.3.5. Yığın Özellikleri

#### 3.3.3.5.1. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu

Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının yığın yoğunluğu, 10 ml hacme sahip silindirik bir kap içerisine hava boşluğu kalmayacak şekilde ancak herhangi bir basınç uygulamaksızın doldurulmasıyla, kütle/hacim oranından hesaplanmıştır (Bhandari vd., 1999). Yığın yoğunluğu, ( $\rho_b$ )  $g/cm^3$  olarak verilmiştir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ise, 2 g toz örneğin 10 ml hacme sahip silindirik kabın içerisine doldurulup sıkıştırılması ile kütle/hacim oranından belirlenmiştir (Bhandari vd., 1999). Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ( $\rho_t$ )  $g/cm^3$  olarak verilmiştir.

#### 3.3.3.5.2. Akabilirlik

Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri kullanılarak hesaplanan Carr indeks (CI) terimi ile örneklerin akabilirlikleri belirtilmiştir (Carr, 1965).

$$CI = ((\rho_t - \rho_b) / \rho_t) \times 100 \quad (8)$$

Carr (1965) toz ürünlerin yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluklarını kullanarak belirlediği "Carr Index (CI)" değerlerine göre; CI değerinin 15'ten küçük olması durumunda akabilirliği çok iyi, 15-20 arasında iyi, 20-35 arasında zayıf, 35-45 arasında kötü, 45'ten büyük ise çok kötü olarak tanımlamıştır.

### 3.3.3.6. Toplam Kapsaisin ve Yüzeyde Kapsaisin Miktarının belirlenmesi

Sprey soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartiküllerinde aşağıda belirtilen kromatografik koşullarda HPLC cihazında toplam ve yüzeyde kapsaisin miktarları belirlenmiş, kaybolan ve kapsüllenemeyen kapsaisin miktarları hesaplanmıştır. Analizlerinin yapılış detayları aşağıda verilmiştir.

#### 3.3.3.6.1. Toplam Kapsaisin Miktarının Belirlenmesi

Toplam kapsaisin analizi bazı modifikasyonlarla Consoli vd. (2016)'nin gallik asit için kullandığı yöntemine göre yapılmıştır. Buna göre; 50 ml'lik falkon tüpleri içerisine 200 mg çözüldürülecek olan kapsaisin mikropartikülleri 10 ml hekzan içinde 10 dakika ultrasonik su banyosunda bekletilmiştir. Daha sonra 10 ml metanol ve 10 ml saf su ilave edilerek tekrar 10 dakika ultrasonik su banyosunda bekletilmiştir. 4000 dev/dak'da 15 dakika santrifüj yapıldıktan sonra ayırımın gerçekleştiği sulu fazdan örnek alınarak, 0.45µm filtreden geçirilip, Al Othman vd. (2011)'de belirtilen aşağıdaki kromatografik şartlarda HPLC'de analiz edilmiştir.

HPLC kromatografi şartları: kolon sıcaklığı 60°C, örnek hacmi 20µl, UV-dedektör ile 222 nm dalga boyu, mobil faz su:asetonitril (50:50), akış hızı 1.5 ml/dk.

#### 3.3.3.6.2. Yüzey Kapsaisin Miktarının Belirlenmesi

50 ml'lik falkon tüpleri içerisinde 200 mg kapsaisin mikropartikülleri 10 ml kloroform içinde 1 dakika vortekslenildikten sonra 10 dakika bekletilmiştir. Daha sonra 10 ml metanol ve 10 ml saf su ilave edilerek tekrar vortekslenip, 10 dakika bekletilmiştir. 4000 dev/dak'da 15 dakika santrifüj yapıldıktan sonra ayırımın gerçekleştiği üst fazdan örnek alınarak, 0.45µm filtreden geçirilip, Al Othman vd. (2011)'de belirtilen toplam kapsaisin içinde kullanılan kromatografik şartlarda HPLC'de analiz edilmiştir.

#### 3.3.3.6.3. Ürün Verimi ve Enkapsülasyon Etkinliği

Elde edilen ürünün verimi Şahin-Nadeem ve Özen (2014)'e göre hesaplanmıştır. Enkapsülasyon etkinliği (EE) ise, Consoli vd. (2016)'da rapor edilen aşağıdaki Eşitlik 9 kullanılarak belirlenmiştir.

$$EE\% = \frac{TK-YK}{EK} \times 100 \quad (9)$$

EE: enkapülasyon etkinliđi,

TK: toplam kapsaisin miktarı,

YK: yüzey kapsaisin miktarı,

EK: emülsiyon kapsaisin konsantrasyonu

#### **3.3.3.6.4. Scoville acılık indeksinin belirlenmesi:**

Kapsaisin içeren katı lipit mikropartiküllerinin Scoville acılık indeksini belirlemek amacıyla;  $1\pm 0.001$  g örnek 50 ml'lik ölçülü balona tartılıp, balon çizgisine kadar etanol (%95'lik, analitik saflıkta) ile doldurulmuştur. Ağız kapatıldıktan sonra çalkalanan bu çözelti 1 gün karanlık koşullarda bekletilmiştir. Bekletme sırasında balon 6 saatte bir çalkalanmıştır. Elde edilen ekstrakt %5'lik sakaroz çözeltisi ile 100 ml'lik ölçü balonlarına deđişik konsantrasyonlarda seyreltilmiştir. Analiz konusunda eğitilmiş 5 adet paneliste acılık bakımından en seyreltik olandan başlamak koşulu ile sırasıyla tattırılmış ve panelistlerin acılığı tanımlayabildiđi çözeltinin seyreltme faktörü belirlenmiştir. 5 panelistten en az 3'ünün hissedebildiđi en seyreltik çözeltinin seyreltme faktörü Skoville Acılık İndeksi (Scoville heat unit) olarak kabul edilmiştir (Topuz, 2002).

#### **3.3.4. İstatistiksel analiz**

Mikroenkapsülasyon işleminin öncesi farklı protein, stabilizatörler ve hidrojenize palm yađı ile hazırlanan kapsaisin emülsiyon formülasyonlarının emülsiyon stabilitesi, vizkozitesi ve bu emülsiyonların sprey sođutma yöntemi ile enkapsüle edilmesiyle elde edilen kapsaisin tozlarının özellikleri üzerine etkisi ANOVA analizi gerçekleştirilerek SPSS paket programı (SPSS Inc., Chicago, IL) kullanılarak incelenmiştir. Elde edilen verilere Duncan Çoklu Karşılaştırma testi uygulanmıştır.

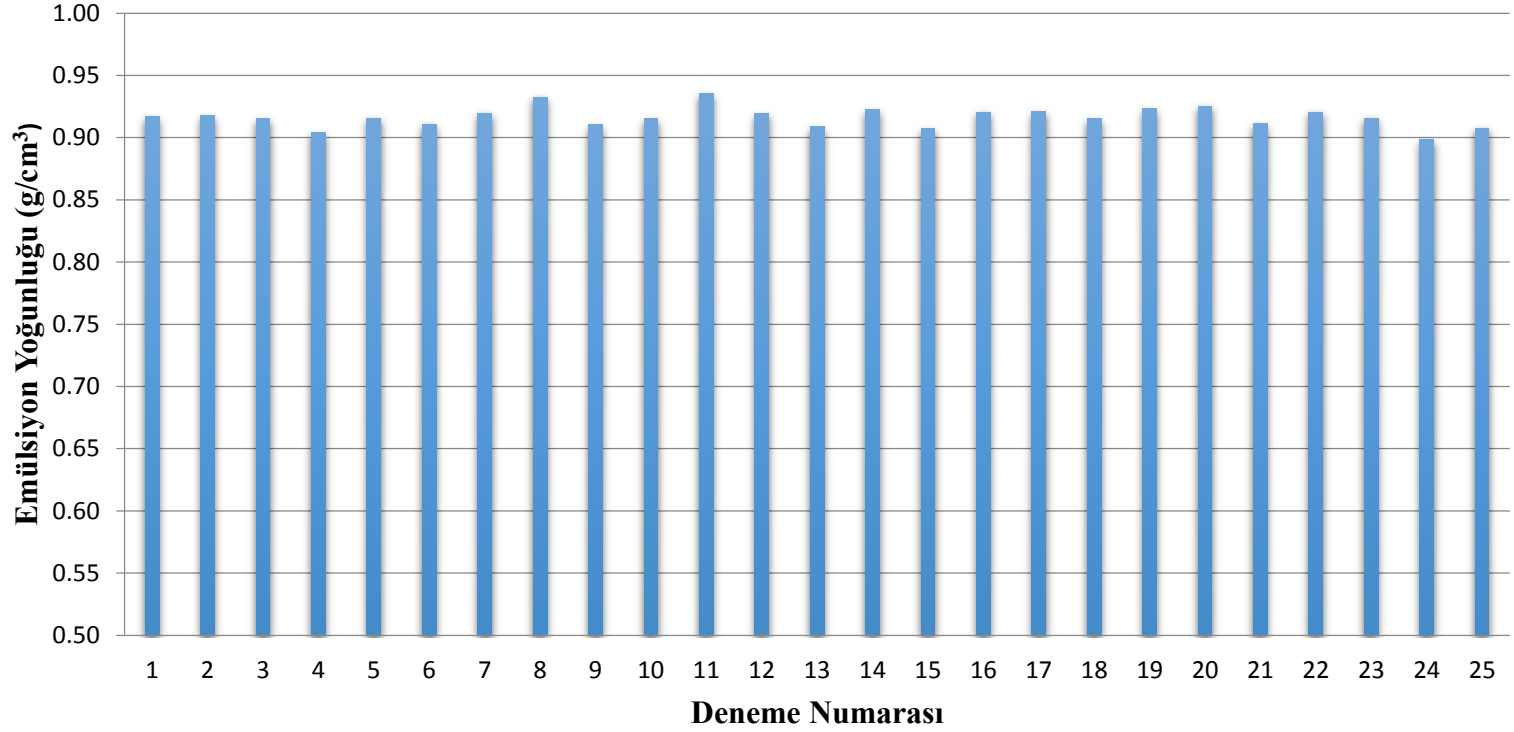


## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

### 4.1. Emülsiyon Yoğunluğu ve Viskozitesi

Şekil 4.1’de emülsiyon yoğunlukları (piknometre yardımı ile kütle/hacim oranından hesaplanmıştır) incelendiğinde, kapsaisin enkapsülasyonu için farklı protein ve stabilizatörler ile hazırlanan tüm denemelerin yoğunluklarının 0.90 ve 0.94 g/cm<sup>3</sup> arasında değiştiği ve yoğunluklar arasında belirgin bir farklılık olmadığı saptanmıştır.

Bir salınım sistemindeki partiküller, içine dahil edildiği gıda maddesinin reolojisini taşıyıcı parçacıkların bileşimine, konsantrasyonuna, etkileşimine ve boyutuna bağlı olarak etkileyebilir. Çizelge 4.1’de verilen viskozite analiz verileri incelendiğinde; stabilizatör olarak polisorbitat 20 ve birden fazla protein kullanılarak hazırlanan emülsiyonların Bingham tipi reolojik davranış gösterirken, Na-kazeinat ve peynir altı suyu protein izolatının tek başına kullanıldığı durumlarda ise polisorbitat 20 içeren emülsiyonların akış tipinin Newtonian akış sergilediği saptanmıştır. PGPR içeren çift tabaklı denemelerin, deneme 6 (PGPR-Na-Cas), 9 (PGPR-WPI), 18 (PGPR- Na-Cas/WPI) ve 21 (PGPR-G/ Na-Cas/WPI) dışında tümünün Bingham tipi reolojik davranış gösterdiği anlaşılır iken; stabilizatör olarak kullanılan soya lesitininin akış tipine etkisinin olmadığı belirlenmiştir. Ayrıca sadece peynir altı suyu protein izolatı ile hazırlanmış olan emülsiyonlar – deneme 7 (SL-WPI), 8 (PS20-WPI), 9 (PGPR-WPI)- Newtonian tipi reolojik davranış gösterirken; protein çözeltisi içermeyen tek tabakalı kontrol denemeleri – deneme 22 (SL), 23 (PS20), 24 (PGPR), 25 (PALM) Bingham tipi bir akış sergilemektedirler.



Şekil 4.1. Hazırlanan emülsiyon ve dispersiyonların yoğunlukları (g/cm<sup>3</sup>).

Çizelge 4.1. Emülsiyon ve dispersiyon örneklerinin hesaplanan reolojik parametreleri ve  $R^2$  değerleri.

Deneme No	$T_0$ (Pa)	K (Pa s)	n	$R^2$
1*	5.77±3.03 <sup>g</sup>	0.26±0.11 <sup>a</sup>	1.00±0.28 <sup>b,c</sup>	0.999
2**	0.00±0.00 <sup>a</sup>	0.35±0.08 <sup>a</sup>	0.90±0.04 <sup>a,b</sup>	1.000
3*	0.57±0.57 <sup>a,b</sup>	0.27±0.13 <sup>a</sup>	1.00±0.09 <sup>a,b,c</sup>	0.999
4**	0.00±0.00 <sup>a</sup>	0.29±0.03 <sup>a</sup>	0.93±0.01 <sup>a,b,c</sup>	1.000
5***	0.00±0.37 <sup>a,b</sup>	0.23±0.02 <sup>a</sup>	1.00±0.02 <sup>a,b,c</sup>	1.000
6***	0.00±0.24 <sup>a,b</sup>	0.27±0.06 <sup>a</sup>	1.00±0.04 <sup>a,b,c</sup>	1.000
7***	0.00±0.14 <sup>a</sup>	0.23±0.01 <sup>a</sup>	1.00±0.01 <sup>a,b,c</sup>	1.000
8***	0.00±0.07 <sup>a</sup>	0.23±0.01 <sup>a</sup>	1.00±0.00 <sup>a,b,c</sup>	1.000
9***	0.00±0.16 <sup>a,b</sup>	0.21±0.01 <sup>a</sup>	1.00±0.01 <sup>a,b,c</sup>	1.000
10****	0.94±0.94 <sup>a,b,c</sup>	0.34±0.07 <sup>a</sup>	0.90±0.04 <sup>a,b</sup>	0.999
11*	3.75±0.24 <sup>c,d,e,f,g</sup>	0.13±0.02 <sup>a</sup>	1.00±0.00 <sup>b,c</sup>	1.000
12*	3.16±0.11 <sup>b,c,d,e,f,g</sup>	0.14±0.01 <sup>a</sup>	1.00±0.00 <sup>b,c</sup>	1.000
13*	3.51±0.09 <sup>c,d,e,f,g</sup>	0.15±0.03 <sup>a</sup>	1.00±0.03 <sup>b,c</sup>	1.000
14*	2.71±0.32 <sup>a,b,c,d,e,f,g</sup>	0.23±0.09 <sup>a</sup>	1.00±0.08 <sup>a,b,c</sup>	1.000
15*	1.40±0.06 <sup>a,b,c</sup>	0.20±0.01 <sup>a</sup>	1.00±0.01 <sup>a,b,c</sup>	1.000
16****	2.53±0.12 <sup>a,b,c,d,e</sup>	0.32±0.08 <sup>a</sup>	0.90±0.05 <sup>a,b</sup>	1.000
17*	3.74±0.54 <sup>c,d,e,f,g</sup>	0.19±0.02 <sup>a</sup>	1.00±0.01 <sup>c</sup>	1.000
18****	1.50±1.50 <sup>a,b,c</sup>	0.32±0.15 <sup>a</sup>	0.94±0.09 <sup>a,b,c</sup>	1.000
19****	2.02±2.02 <sup>a,b,c,d</sup>	0.35±0.19 <sup>a</sup>	0.93±0.10 <sup>a,b</sup>	0.998
20*	5.55±0.82 <sup>f,g</sup>	0.14±0.01 <sup>a</sup>	1.00±0.01 <sup>b,c</sup>	1.000
21****	3.08±0.18 <sup>b,c,d,e,f,g</sup>	0.66±0.16 <sup>b</sup>	0.78±0.05 <sup>a</sup>	0.998
22*	4.99±0.24 <sup>e,f,g</sup>	0.09±0.00 <sup>a</sup>	1.00±0.00 <sup>b,c</sup>	1.000
23*	5.02±0.33 <sup>e,f,g</sup>	0.08±0.00 <sup>a</sup>	1.00±0.01 <sup>b,c</sup>	0.999
24*	4.42±0.16 <sup>d,e,f,g</sup>	0.17±0.08 <sup>a</sup>	1.00±0.09 <sup>a,b,c</sup>	0.999
25*	5.36±0.37 <sup>e,f,g</sup>	0.10±0.00 <sup>a</sup>	1.00±0.03 <sup>b,c</sup>	0.998

\*Bingham plastik tip akış gösteren örnekler; \*\*Pseudoplastik tip akış gösteren örnekler; \*\*\*Newtonian tip akış örnekler; \*\*\*\*Herschel–Bulkley akış modeli (Sütunların üzerindeki farklı harfler (a, b, c, d, e, f veya g) formülasyonlar arasındaki önemli farkı göstermektedir).

Besleme çözeltisinin reolojik özellikleri, parçacık boyutu ve boyut dağılımını etkileyecektir. Emülsiyon viskozitesi, bileşenlerin mikroenkapsülasyonunda belirli bir seviyeye kadar arttıkça kapsül içerisindeki sirkülasyon ve difüzyon yavaşlar, böylece kapsül içerisindeki tutulma gelişir. Emülsiyon viskozitesinin çok yüksek

olması, atomizasyon sırasında parçalanmaya sebep olacağından damlacık oluşumu zorlaşacaktır. Bu nedenle daha küçük damlacıklar ve parçacık büyüklükleri üretebilmek için besleme çözeltisinin düşük viskozitede olması tercih edilir. Hazırlanan denemeler 0.13 ila 0.66 Pa·s. arasında düşük kıvam katsayısı değerlerine sahip olup, en yüksek kıvam katsayısı değeri PGPR-G/ Na-Cas/ WPI içeren 21. denemedir. Tek protein ile hazırlanan denemeler incelendiğinde stabilizatörlerin aynı olması durumunda WPI'nın G ve Na-Cas'ta kıyasla daha düşük kıvam katsayısı değerine sebep olduğu anlaşılmıştır. Benzer sonuçlar Kocabıyık (2014)'in çalışmasında da bulgulanmış olup, soya proteini içeren emülsiyonun, WPI içeren emülsiyonunun aksine yüksek kıvam katsayısı sahip olduğu bildirilmiştir. Ayrıca bu çalışmada protein içermeyen kontrol denemelerinin kıvam katsayı değerlerinin protein içeren çift tabakalı örneklerle nazaran daha düşük olduğu sonucuna varılmıştır. Matos vd. (2015) kaplama materyali olarak hidrojenize palm yağı (erime sıcaklığı: 64.02°C) ve bitkisel gliserol monostearat'ın (erime sıcaklığı: 79.51°C) kullanıldığı askorbik asit enkapsülasyonunda, sırasıyla 10 mPa·s ve 20 mPa·s bulgulamıştır.

Çizelge 4.2'de verilen ANOVA analizi sonuçları incelendiğinde, emülsiyon formülasyonlarının viskozite analiz verilerinden  $T_0$  üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu gözlemlenmiştir ( $p < 0.05$ ). Ayrıca Ek 2'de verilen Pearson korelasyon sonuçları incelendiğinde mikroenkapsüle kapsaisin emülsiyon ve dispersiyonlarının  $T_0$  ile K (kıvam katsayısı) değerleri ( $r = 0.628$ ;  $p < 0.01$ ) ve K ile n değerleri arasında korelasyonun anlamlı olduğu belirlenmiştir ( $r = -0.805$ ;  $p < 0.01$ ).

Çizelge 4.2. Emülsiyon formülasyonlarının viskozite analizi verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	p-Değeri
<b><math>T_0</math> (Pa)</b>	Gruplar Arasında	24	190.71	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	37.01	
	Toplam	49	227.72	
<b>K (Pa·s)</b>	Gruplar Arasında	24	0.69	0.016
	Gruplar İçerisinde	25	0.30	
	Toplam	49	0.99	
<b>n</b>	Gruplar Arasında	24	0.38	0.151
	Gruplar İçerisinde	25	0.26	
	Toplam	49	0.64	

## 4.2. Emülsiyon Stabilitesi

Emülsiyon stabilitesi, emülsiyonun özelliklerinde meydana gelen değişikliklere karşı gösterilen direnç olarak tanımlanmaktadır. Bir emülsiyonun çökme hızı ve bu işlemin meydana geldiği mekanizma, emülsiyonun bileşimine-mikroyapısına (Dickinson, 1992) ve ayrıca bulunduğu çevre/proses koşullarına (örneğin sıcaklık değişimleri, mekanik karıştırma ve depolama koşulları) bağlıdır (McClement, 1999).

Farklı proteinler ve stabilizatörler kullanılarak hazırlanan kapsaisin emülsiyonlarının (deneme 1-21) emülsiyon stabilite, kinetik stabilite ve santrifüj stabilite analizleri ile belirlenmiştir. Literatürde kapsaisin mikroenkapsülasyonuna rastlanılmamasına rağmen tek ve çift kaplamalı kapsaisin mikropartiküllerinin karşılaştırılması amacı ile kontrol denemeleri (deneme numarası 22-25) gerçekleştirilmiş olup, kontrol denemelerinin dispersiyon yapıda olmaları nedeni ile stabilite analizleri yapılmamıştır.

Emülsiyonlara uygulanan kinetik stabilite ve santrifüj stabilitesi analizlerinin sonuçları Çizelge 4.3'de verilmiştir. Çizelge 4.3'de belirtilen emülsiyon numaraları Çizelge 3.1'deki deneme numaraları ile aynıdır. Çizelge 4.4'te verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre emülsiyon formülasyonlarının kinetik stabilite ve santrifüj stabilitesi üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu saptanmıştır ( $p<0.05$ ). Ek 2'de verilen Pearson korelasyon sonuçlarına göre mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının kinetik stabilite ve santrifüj stabilite değerleri arasında anlamlı bir korelasyonun olduğu gözlenmiştir ( $r=0.582$ ;  $p<0.01$ ).

Çizelge 4.3. Emülsiyonlara uygulanan santrifüj stabilitesi ve kinetik stabilite analizlerinin sonuçları.

Den. No	Santrifüj Stabilitesi (%)	Kinetik Stabilite (%)			
		15. dakika	30. dakika	60. dakika	120. dakika
1	100.00±0.00 <sup>f</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	94.00±0.00 <sup>b</sup>	94.00±0.00 <sup>d,e</sup>
2	91.50±0.00 <sup>d</sup>	98.00±0.00 <sup>d</sup>	97.00±0.00 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>e,f</sup>
3	89.00±0.00 <sup>b</sup>	98.00±0.00 <sup>d</sup>	100.00±0.00 <sup>c</sup>	96.00±0.00 <sup>d</sup>	95.00±0.00 <sup>e,f</sup>
4	86.70±0.35 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>
5	89.50±0.00 <sup>b,c</sup>	97.00±0.00 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	94.50±0.70 <sup>d,e,f</sup>

6	89.50±0.00 <sup>b,c</sup>	99.00±0.00 <sup>f</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>
7	100.00±0.00 <sup>f</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>e,f</sup>
8	91.38±0.88 <sup>d</sup>	98.00±0.00 <sup>d</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>e,f</sup>
9	89.50±0.00 <sup>b,c</sup>	99.00±0.00 <sup>f</sup>	91.00±1.41 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	85.00±0.00 <sup>a</sup>
10	89.00±0.00 <sup>b</sup>	98.00±0.00 <sup>d</sup>	97.00±0.00 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>e,f</sup>
11	91.10±0.85 <sup>d</sup>	100.00±0.00 <sup>f</sup>	100.00±0.00 <sup>e</sup>	97.00±1.41 <sup>e</sup>	96.50±0.70 <sup>e,f</sup>
12	91.75±1.77 <sup>d,e</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	99.00±1.41 <sup>d</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>
13	90.50±0.00 <sup>c,d</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	99.00±0.00 <sup>d</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>
14	93.00±0.00 <sup>e</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	97.00±2.82 <sup>c</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	97.00±4.24 <sup>f</sup>
15	90.50±0.00 <sup>c,d</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	100.00±0.00 <sup>e</sup>	99.00±0.00 <sup>f</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>
16	90.50±0.00 <sup>c,d</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	87.50±0.00 <sup>b</sup>
17	91.75±0.00 <sup>d,e</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	96.50±0.70 <sup>b,c</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	94.00±0.00 <sup>d,e</sup>
18	90.50±0.00 <sup>c,d</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	99.00±0.00 <sup>d</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	87.50±0.00 <sup>b</sup>
19	90.50±0.00 <sup>c,d</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	100.00±0.00 <sup>e</sup>	99.00±0.00 <sup>f</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>
20	93.00±0.00 <sup>e</sup>	98.50±0.70 <sup>e</sup>	95.00±0.00 <sup>b</sup>	95.00±0.00 <sup>c</sup>	92.00±2.82 <sup>c,d</sup>
21	91.00±1.41 <sup>d</sup>	100.00±0.00 <sup>g</sup>	96.5±0.70 <sup>b,c</sup>	90.00±0.00 <sup>a</sup>	90.00±0.00 <sup>b,c</sup>

Sütunların üzerindeki farklı harfler (a, b, c, d, e, f veya g), emülsiyon formülasyonu arasındaki önemli farkı göstermektedir.

Örneklerin santrifüj stabiliteleri % 87-100 arasında değişim gösterirken, kinetik stabiliteleri zamana bağlı olarak azalmış, % 90-100 değerlerinden (15.dakika), % 85-98 değerlerine (120.dakika) düşmüştür. Benzer stabilite sonuçları sprey soğutma yöntemi ile gallik asidin mikroenkapsülasyonunun yapıldığı bir çalışmada da bulgulanmıştır (Consoli vd., 2016). Literatürde konu ile ilgili yapılmış çalışmalar incelendiğinde, araştırmacıların emülsiyon stabilitesi üzerinde emülsifiyer tipinin en önemli parametre olduğunu ve doğru emülsifiyer seçimi ile yüksek stabilitede emülsiyonlar elde edilebileceğini belirtmişlerdir. Bebekler tarafından tüketilen lipid bazlı emülsiyon formülasyonunda (süt proteinleri, vitaminler, mineraller ve diğer mikro besinleri içeren) yüzey aktif bileşeni olarak kullanılan lesitin ve monoaçilgliserolün etkisinin araştırıldığı bir çalışmada, her iki stabilizatörün (yüzey aktif bileşenin) emülsiyon stabilitesi üzerinde baskın bir rol oynadığı tespit edilmiştir (Zou ve Akoh, 2013). Yapılmış diğer çalışmada mayonez emülsiyonu oluşturabilmek için farklı emülsifiyerler kullanılmış,

santrifüj stabilitesi analizi sonuçlarına göre örnekler % 34.0 ile % 76.4 gibi geniş bir aralıkta stabilite göstermiştir (Yıldırım, 2015).

Jelatin ile hazırlanan emülsiyonun kinetik stabilite olarak en stabil olduğu belirlenirken, Na-Kazeinat ve peynir altı suyu protein izolatının emülsiyonlara eklenmesi, kinetik stabilitede bir azalmaya neden olmuştur. Jelatinin kinetik stabiliteyi arttırması, içerdiği jel ağının küçük gözenek boyutu ve kılcal kuvvetlerin etkisiyle su moleküllerini sıkı bir şekilde tutması nedeni ile başarılı bir su tutma kapasitesine sahip olmasına bağlanabilir (McClements, 2016). Jelatinin bu özelliği nedeniyle, kapsaisin emülsiyonlarında sulu fazın ayrılması önlenmiştir. Emülsiyonların santrifüj stabilitesi sonuçları, peynir altı suyu proteini ve jelatin ile hazırlanan emülsiyonların en yüksek stabilite değerlerine sahip olduğunu göstermiştir. Peynir altı suyu proteinleri kazeine kıyasla çok daha serttir (Kinsella ve Morr, 1984). Bu nedenle, yüksek sodyum kazeinat konsantrasyonları, daha önce bildirildiği üzere düşük emülsiyon stabilitelere yol açmıştır (Srinivasan vd., 2000).

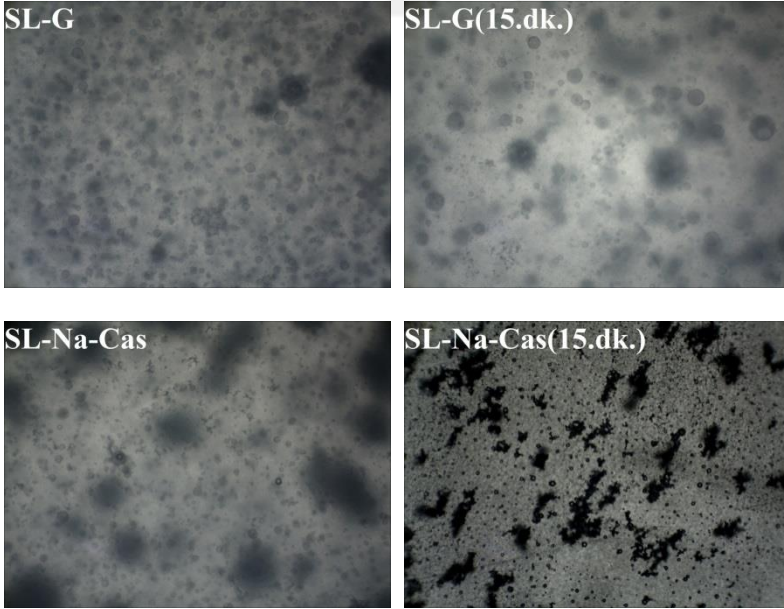
Çizelge 4.4. Emülsiyon formülasyonlarının santrifüj stabilitesi, kinetik stabilite analizi verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

Emülsiyon stabilitesi	Varyasyon kaynağı	SD	Kareler Toplamı	<i>p</i> -Değeri
<b>SS</b>	Gruplar Arasında	20	403.07	0.000
	Gruplar İçerisinde	21	6.75	
	Toplam	41	409.82	
<b>15. dak</b>	Gruplar Arasında	20	359.91	0.000
	Gruplar İçerisinde	21	0.50	
	Toplam	41	360.41	
<b>KS</b>	Gruplar Arasında	20	369.48	0.000
	Gruplar İçerisinde	21	13.00	
	Toplam	41	382.48	
<b>30. dak</b>	Gruplar Arasında	20	432.48	0.000
	Gruplar İçerisinde	21	27.00	
	Toplam	41	459.48	
<b>120. dak</b>	Gruplar Arasında	20	432.48	0.000
	Gruplar İçerisinde	21	27.00	
	Toplam	41	459.48	

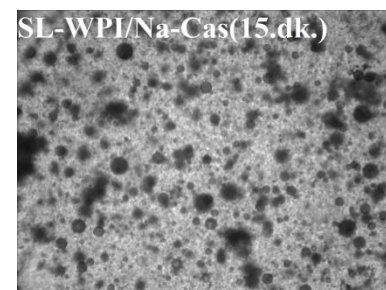
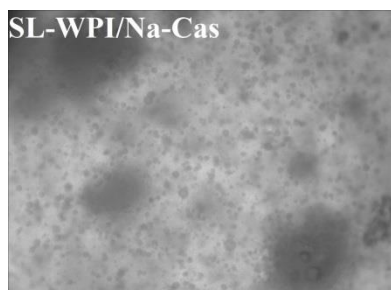
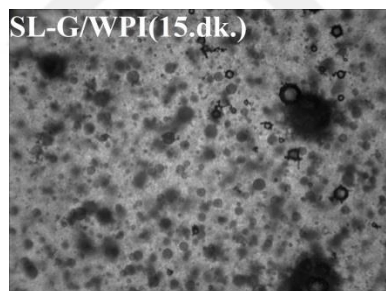
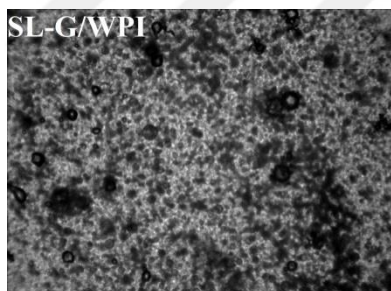
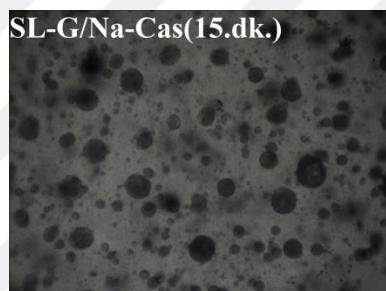
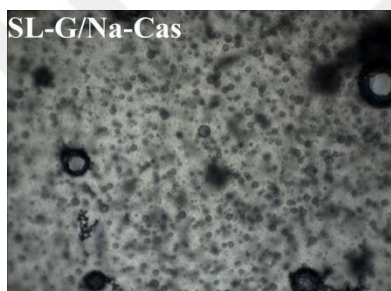
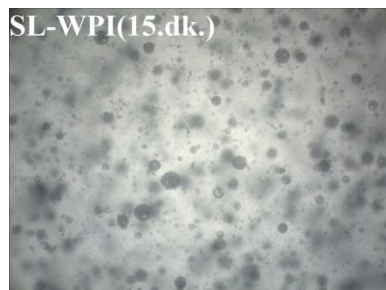
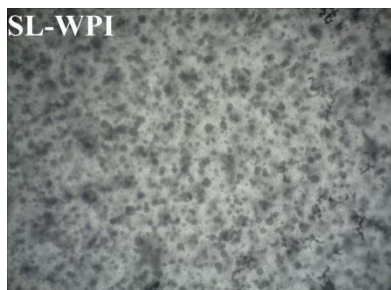
Şekil 4.2; 4.3; 4.4'de verilen emülsiyonların 0. ve 15. dakikalara ait görüntüleri incelendiğinde, farklı damlacık boyutlarına sahip olmaları nedeni ile polidispers

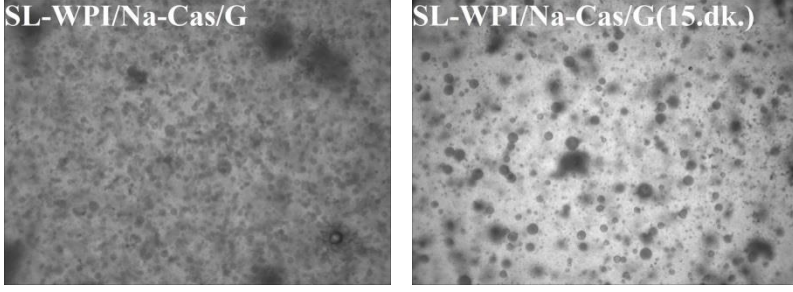
bir yapıda oldukları görülmekte iken; protein olmaksızın ve sadece palm yağı ile hazırlanan Şekil 4.5'de verilen dispersiyonların (22-25. denemeler) ise yağ içerisinde çözüldürülmüş olan kapsaisin çevreleyecek bir protein içermemelerinden dolayı ilk 21 denemede görüldüğü gibi palm içerisine dağılmış damlacık yapıları gözlemlenmemektedir. 22. denemede partikül/damlacık gibi oluşan yapılar lamelin kapatılması esnasındaki hata nedeniyle dispersiyon içerisine hava moleküllerinin sıkışması ile alakalıdır. Ayrıca 22. Denemede (SL) için mikroskop görüntüleri incelendiğinde oluşan yapıların stabilizatör olarak kullanılan soya lesitininden kaynaklandığı ve Şekil 4.2'de verilen soya lesitini içeren emülsiyonlarda da benzer yapıların olduğu belirlenmiştir.

15. dakikada emülsiyon ve emülsiyonu oluşturan partiküllerin büyüklüklerindeki değişimin nedeni, emülsiyon içerisindeki damlacıkların sürekli hareket halinde olması, partiküllerin Brownian hareketleri ve yerçekimi kuvvetleri nedeni ile birbirlerine çekilip birleşmeleri (Goubault vd., 2001) olarak değerlendirilebilir.



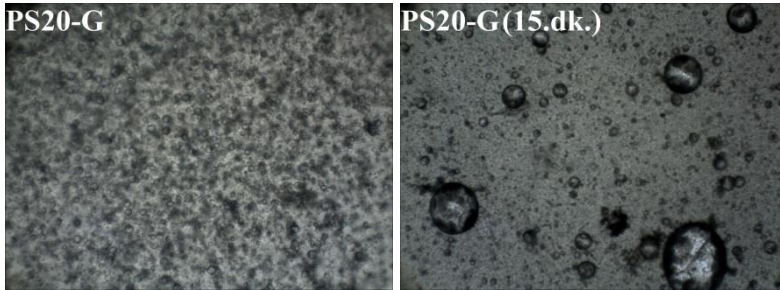


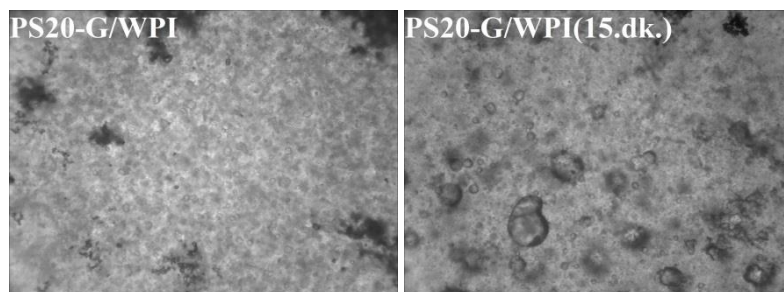
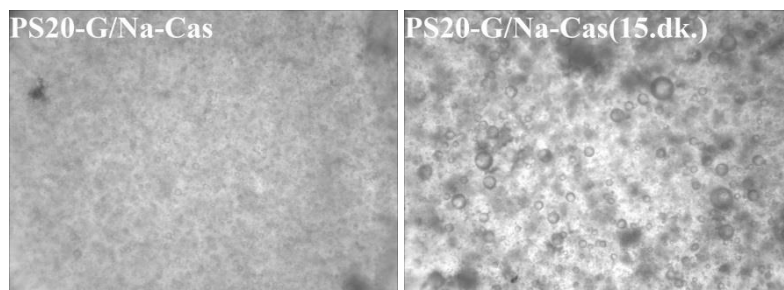
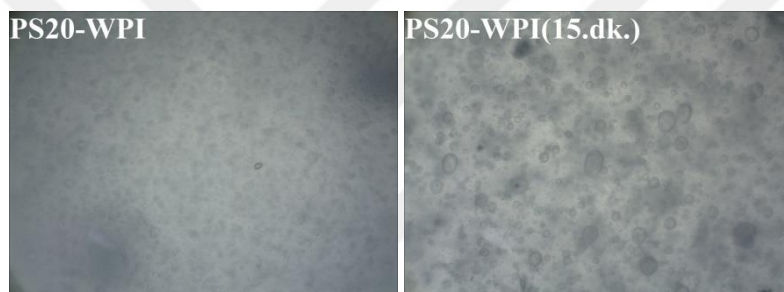
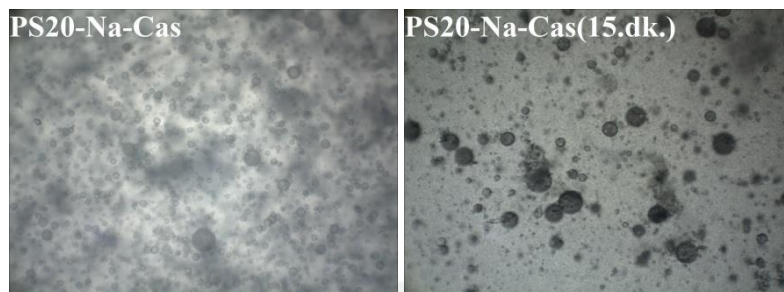


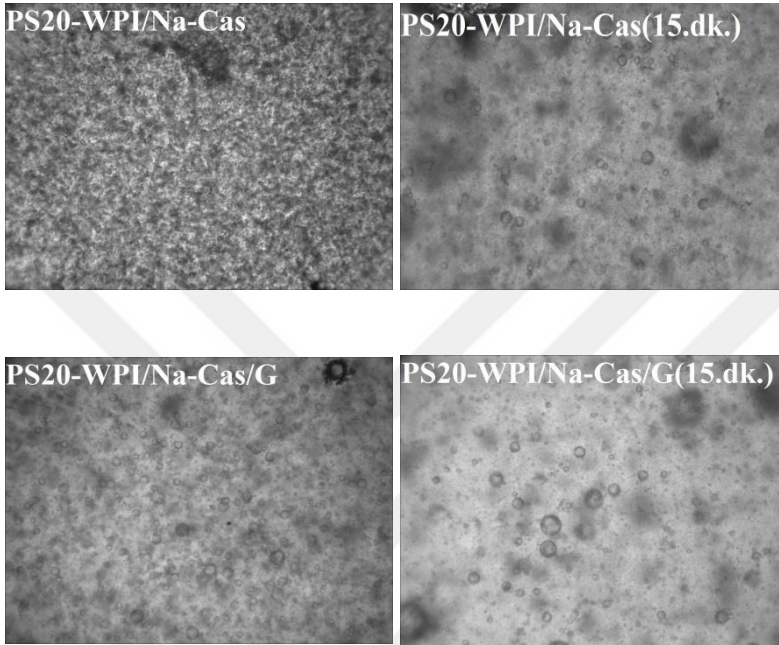


Şekil 4.2. Stabilizatör olarak soya lesitinini kullarıldığı emülsiyonlara ait mikroskop görüntüleri.

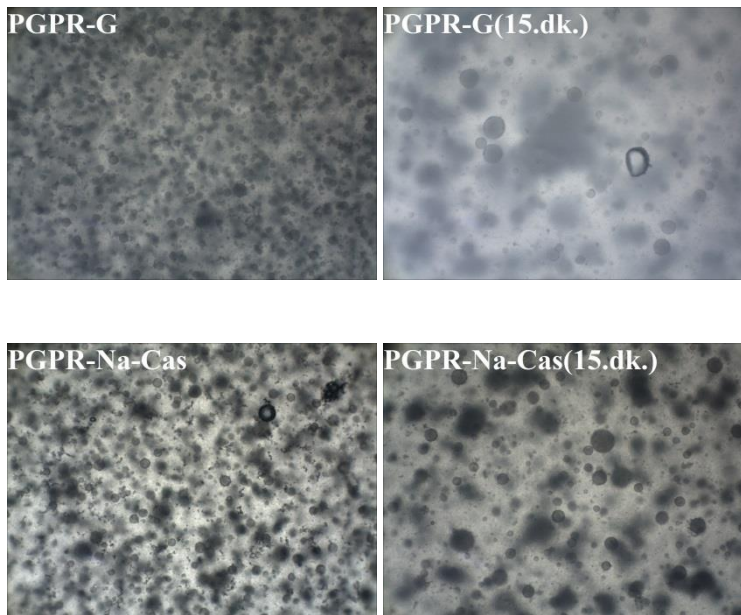
Literatürde emülsiyonu oluşturan damlacıkların büyüklüğünün; kullanılan yüzey aktif bileşenlerin (stabilizatör) tipine, homojenizasyon işlemine (süre ve hız), fazların birbiri içerisine ilave edilme hızlarına ve hacmine göre değişebildiği; enkapsülasyon etkinliğinin, emülsiyon damlacık boyutunun azaltılmasıyla arttığı belirtilmektedir (Patist ve Bates, 2008; Çelebi vd., 2009; Güngör, 2013). Bu bilgiler ışığında incelenen emülsiyon görüntülerinin, denemelerin enkapsülasyon etkinliğiyle bağlantılı olduğu ve %99.73 ile en yüksek mikroenkapsülasyon etkinliğine sahip 7. Denemenin (SL-WPI) emülsiyon damlacık boyutlarının; %82.23 ile en düşük mikroenkapsülasyon etkinliğine sahip 3. Denemenin (PGPR-G) emülsiyon damlacık boyutlarına kıyasla daha küçük boyuta sahip olduğu belirlenmiştir. Hogan vd. (2001) de çalışmalarında, süt proteini ve karbonhidrat karışımları ile hazırlanan püskürtülerek kurutulmuş soya yağının mikroenkapsülasyon verimliliğinin, emülsiyon damlacık boyutu ile aralarında ters bir orantı olduğunu belirtmişlerdir. Portakal kabuğu yağının mikroenkapsüle edildiği bir başka çalışmada, emülsiyon damlacık boyutu minimum olacak şekilde azaltıldığında, kapsül içerisine alıkonan aromanın arttığı ve kaplanmamış yüzey yağının azaldığı bulgulanmıştır (Risch ve Reineccius, 1988).

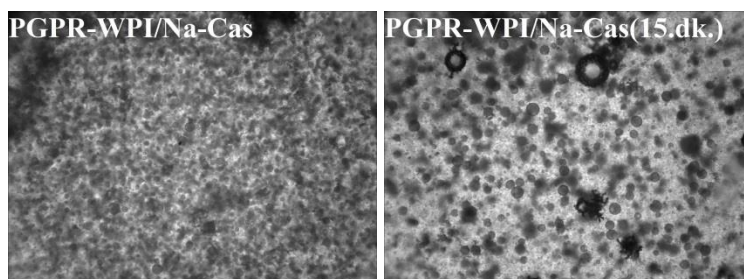
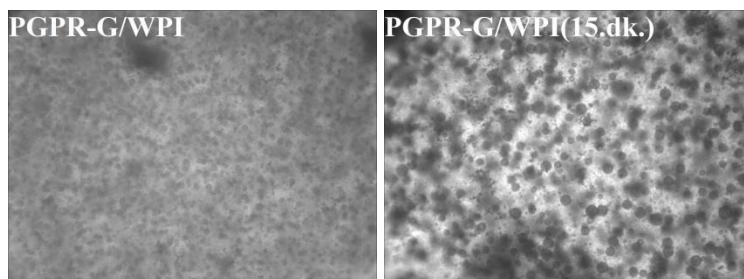
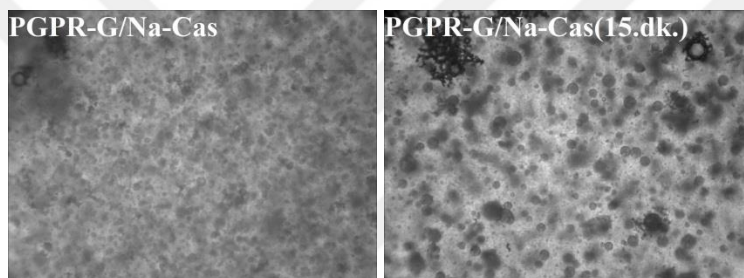
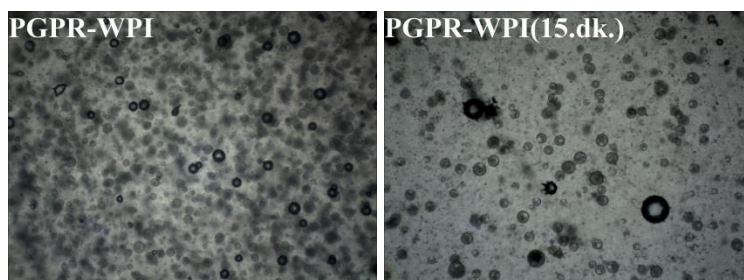


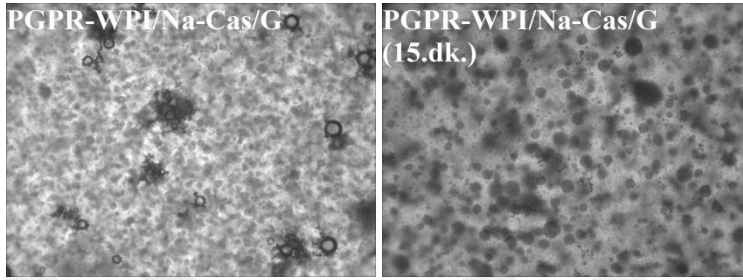




Şekil 4.3. Stabilizatör olarak polisorbitat 20'nin kullanıldığı emülsiyonlara ait mikroskop görüntüleri.

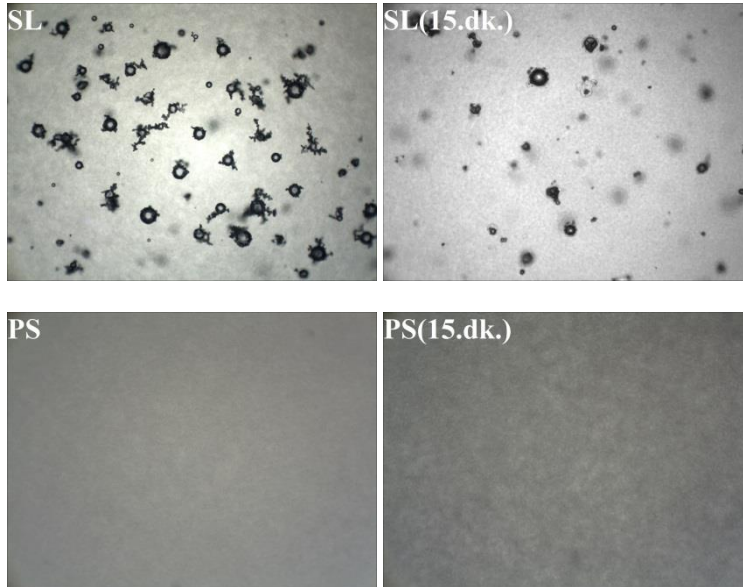


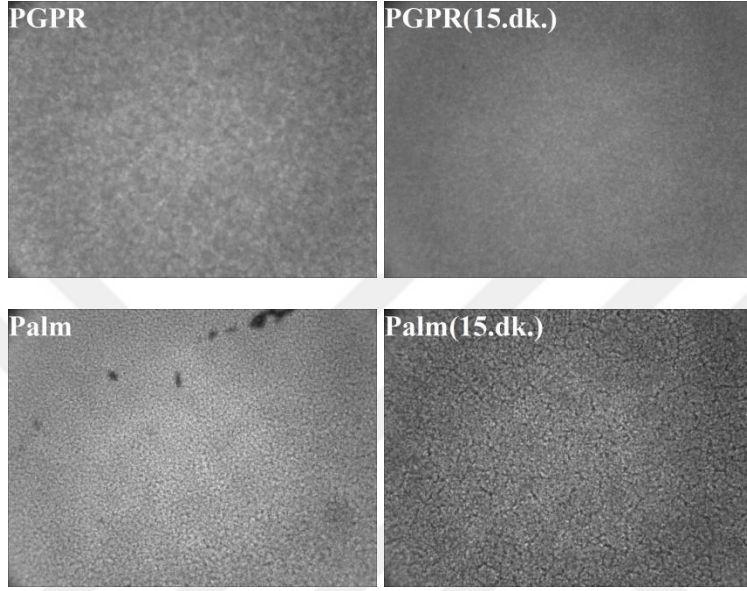




Şekil 4.4. Stabilizatör olarak PGPR'nin kullanıldığı emülsiyonlara ait mikroskop görüntüleri.

Ayrıca, tek protein içeren denemelerde sırasıyla partikül/damlacık büyüklüğü artan emülsiyonlar WPI, G, Na-Cas içeren emülsiyonlar şeklinde olup; 0. ve 15. dakika emülsiyon partikül yapıları incelendiğinde en küçük partikül yapısının stabilizatör olarak soya lesitinini kullandığı emülsiyonlar (Şekil 4.2) olduğu tespit edilmiştir.





Şekil 4.5. Protein olmaksızın stabilizatörler kullanılarak ve sadece palm yağı ile hazırlanan dispersiyonlara ait mikroskop görüntüleri.

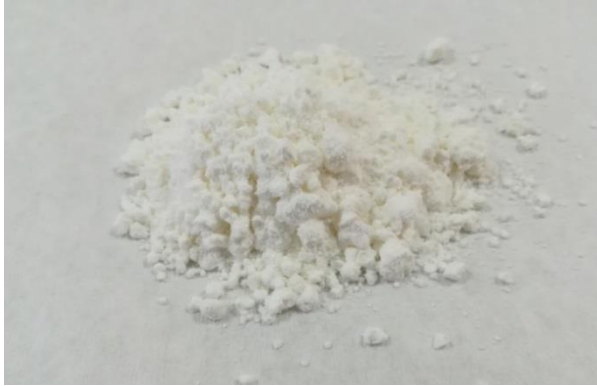
Minemoto vd. (2002) de yapmış oldukları çalışmada linoleik asitin enkapsülasyonunda, hazırladıkları emülsiyondaki -emülsifiye etme kabiliyeti yüksek- soya polissakkarit oranının artması ile ortalama damlacık boyutunun küçüldüğünü ve buna bağlı olarak enkapsülasyon etkinliğinin arttığını bildirmişlerdir. Ayrıca Öztürk vd. (2014), sürfaktan olarak lesitin ve quillaja saponin kullanarak oluşturdukları nanoemülsiyonlarının daha küçük partikül boyutuna sahip olabilmesi için, quillaja saponine göre daha fazla miktarda lesitin kullanılması gerektiğini bildirmişlerdir. Başka bir çalışmada yüzey aktif bileşeni olarak kullanılan lesitin su içinde yağ emülsiyonu formülasyonunda, emülsiyonun emülsifiye edici özelliklerini geliştirdiği belirlenmiş (Weete vd., 1994) olup, Fang ve Dalgleish (1993)'in yaptıkları çalışmada ise lesitin, benzer şekilde su emülsiyonlarındaki yağ stabilitesini arttırdığı bildirilmiştir.

### 4.3. Kapsaisin mikroenkapsülasyonu ve mikroenkapsüle toz ürün özellikleri

Elde edilen emülsiyonlar Şekil 3.1’de gösterilen sprej soğutma cihazı yardımı ile toz forma dönüştürülmüştür. Sprej soğutma ekipmanının besleme tankı cidarlı su banyosu yardımıyla sürekli olarak 65°C sıcaklıkta tutulmuş ve besleme bu sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. Viskoz yapısından dolayı emülsiyonlar soğutma kabini içerisine serbest düşme gerçekleştiremediği için basınçlı bir sistemle desteklenmiş ve besleme tankı içerisine yaklaşık 1 bar basınç verilmiştir. Basınç yardımıyla emülsiyon, sıcaklığı 60-65°C dolaylarında sabit tutulan nozul içerisinden geçerek soğutma kabine girmiş, soğutma kabinde soğuk hava ile karşılaştığı anda katılaşır, toz haline dönüşmüştür. Aspirasyon yardımıyla katılaştıran partiküller siklon içerisine çekilmiş ve işlem sonunda elde edilen toz örnek, örnek toplama kabından toplanmıştır. Tüm işlem boyunca aspirasyon yüzdesi 50’de, soğuk hava giriş sıcaklığı 10°C’de sabit tutulmuştur.

#### 4.3.1. Nem Tayini ve Su Aktivitesi

Siklon içerisinden alınan toz örneklerde (Şekil 4.6) nem tayini gravimetrik yöntem kullanılarak gerçekleştirilmiş olup, su aktivitesi, AquaLab 4TE su aktivitesi tayin ekipmanı kullanılmış ve bu analizlere ait sonuçlar Çizelge 4.5’de gösterilmiştir.



Şekil 4.6. Sprej soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartikülleri.

Sprej soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartiküllerine ait nem ve su aktivitesi analizlerinin sonuçları incelendiğinde, ilk 21 denemenin nem



değerlerinin %5.08-5.13 arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Protein olmaksızın ve sadece palm yağı ile hazırlanan tek tabakalı denemelerde ( Deneme 22-25) ise içeriğinde su bulunmaması nedeni ile beklenildiği üzere nem miktarı gözlenilmemiştir. Kapsaisin mikrokapsülasyonunda, her bir deneme için farklı protein ve stabilizatör kombinasyonları kullanıldığından dolayı %6 su içeriğine sahip olan tüm örneklerin nem değerlerinde belirgin bir farklılık saptanmamıştır. Yüksek sıcaklık uygulaması olmadığı için tüm örnekler ilk etapta sahip oldukları su içeriğini korumuş olup, meydana gelen yaklaşık %1'lik su kaybının, emülsiyon hazırlamada kullanılan protein ve stabilizatör tarafından hapsedildiği veya emülsiyon hazırlama ve besleme aşaması esnasında kısa süreli maruz kalınan yüksek sıcaklıkla kaybolduğu düşünülmektedir.

Çizelge 4.5. Kapsaisin mikropartiküllerine ait nem ve su aktivitesi değerleri.

Den. No	Nem içeriği (%)	Su Aktivitesi
1	5.11±0.01 <sup>b,c,d,e</sup>	0.42±0.00 <sup>f</sup>
2	5.09±0.01 <sup>b,c</sup>	0.42±0.00 <sup>f</sup>
3	5.08±0.03 <sup>b</sup>	0.42±0.00 <sup>f</sup>
4	5.12±0.02 <sup>b,c,d,e</sup>	0.48±0.00 <sup>i</sup>
5	5.10±0.00 <sup>b,c,d,e</sup>	0.48±0.00 <sup>i</sup>
6	5.11±0.01 <sup>b,c,d,e</sup>	0.48±0.00 <sup>i</sup>
7	5.12±0.01 <sup>c,d,e</sup>	0.39±0.00 <sup>d</sup>
8	5.12±0.02 <sup>b,c,d,e</sup>	0.39±0.00 <sup>d</sup>
9	5.12±0.00 <sup>c,d,e</sup>	0.39±0.00 <sup>d</sup>
10	5.13±0.01 <sup>d,e</sup>	0.46±0.00 <sup>h</sup>
11	5.09±0.01 <sup>b,c,d</sup>	0.46±0.00 <sup>h</sup>
12	5.08±0.01 <sup>b</sup>	0.46±0.00 <sup>h</sup>
13	5.11±0.03 <sup>b,c,d,e</sup>	0.39±0.00 <sup>e</sup>
14	5.09±0.04 <sup>b,c,d</sup>	0.39±0.00 <sup>e</sup>
15	5.12±0.01 <sup>c,d,e</sup>	0.39±0.00 <sup>e</sup>
16	5.13±0.01 <sup>d,e</sup>	0.43±0.00 <sup>g</sup>
17	5.10±0.01 <sup>b,c,d,e</sup>	0.43±0.00 <sup>g</sup>
18	5.12±0.01 <sup>c,d,e</sup>	0.43±0.00 <sup>g</sup>
19	5.10±0.00 <sup>b,c,d,e</sup>	0.38±0.00 <sup>c</sup>
20	5.13±0.00 <sup>e</sup>	0.38±0.00 <sup>b,c</sup>
21	5.10±0.01 <sup>b,c,d,e</sup>	0.38±0.00 <sup>b</sup>
22	0.00±0.00 <sup>a</sup>	0.00±0.00 <sup>a</sup>

<b>23</b>	0.00±0.00 <sup>a</sup>	0.00±0.00 <sup>a</sup>
<b>24</b>	0.00±0.00 <sup>a</sup>	0.00±0.00 <sup>a</sup>
<b>25</b>	0.00±0.00 <sup>a</sup>	0.00±0.00 <sup>a</sup>

Sütunların üzerindeki farklı harfler (a, b, c, d, e, f, g, h veya i) formülasyonlar arasındaki önemli farkı göstermektedir.

Toz örneklerin su aktivitesi analizlerinin sonuçları incelendiğinde, her bir deneme için kullanılan farklı protein ve stabilizatör kombinasyonlarının nem içeriğine kıyasla su aktivitesi değerlerinde belirgin bir farklılık gözlemlenmiştir. Örneklerin su aktivitesi değerlerinin 0.38-0.48 arasında değiştiği belirlenmiş olup, denemelerin hazırlanmasında kullanılan stabilizatörlerin bir etkisi gözlenmez iken; protein tipleri ve kombinasyonlarının değişmesi tüm emülsiyonlarda su bağlama oranının farklı olmasına neden olmuştur. Protein olarak sadece jelatin ile hazırlanan denemelerde su aktivitesi değeri 0.42; Na-Kazeinat ile hazırlanan denemelerde su aktivitesi değeri 0.48; WPI ile hazırlananlarda ise su aktivitesi değerinin 0.39 olduğu belirlenmiş olup, proteinlerin üçlü kombinasyonları ile hazırlanan denemelerin su aktivite değerleri ise 0.38 olarak belirlenmiştir. Ayrıca hazırlanan denemelerdeki Na-Kazeinat proteininin kapsaisin mikropartiküllerinin su aktivitesini artırırken; WPI proteininin kapsaisin mikropartiküllerinin su aktivitesini düşürdüğü sonucuna varılmıştır. Fakat antep fıstığı yağının mikroenkapsülendiği bir çalışmada ise WPI içeren örneklerin Na-Cas içeren örneklere kıyasla daha yüksek bir su aktivitesine sahip olduğu bildirilmiştir (Kocabıyık, 2014). Tek tabakalı mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının emülsiyon aşamalarında su ilave edilmemesi nedeni ile beklenildiği üzere su aktivitesi değerleri 0.00 olarak belirlenmiştir. Konu ile ilgili literatürde yapılmış benzer çalışmalarda, su aktivitesi değerinin emülsiyon veya dispersiyonun su içeriği ve emülsiyon/dispersiyon bileşenlerinin bağladığı su içeriğine göre değişiklik gösterebileceği bildirilmiştir. Literatür çalışmalarında sprey soğutma yöntemi ile elde edilen toz partiküllerde su aktivitesi değeri 0.46-0.60 arasında değişmiştir (Martins vd., 2012; Martins vd., 2013).  $a_w < 0.6$  olan tozların genellikle mikrobiyolojik olarak stabil olduğu bilinmekte (Labuza ve Rahman, 2007) olup, elde edilen mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının mikrobiyal bozulma açısından stabil olduğunu anlaşılmaktadır.

Çizelge 4.6'da verilen ANOVA analizi sonuçları incelendiğinde, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının su aktivitesi ve nem içeriği değerleri üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu belirlenmiştir ( $p < 0.05$ ). Ayrıca Ek 2'de Pearson korelasyon sonuçlarına göre mikroenkapsüle

kapsaisin tozlarının su aktivitesi ve nem içeriği değerleri arasında korelasyonun anlamlı olduğu ve korelasyon katsayısının yüksek olduğu saptanmıştır ( $r=0.978$ ;  $p<0.01$ ).

Çizelge 4.6. Emülsiyon formülasyonlarının mikrokapsüle kapsaisin tozlarının su aktivitesi ( $a_w$ ) ve nem içeriği (%) analiz verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	$p$ -Değeri
$a_w$	Gruplar Arasında	24	1.249	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.000	
	Toplam	49	1.249	
Nem İçeriği (%)	Gruplar Arasında	24	175.205	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.006	
	Toplam	49	175.211	

#### 4.3.2 Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile termal erime davranışının belirlenmesi

Matris malzemesinin (kaplama materyali) ve sprey soğutma yöntemindeki atomizasyon/katılaştırma işleminin özellikleri incelendiğinde, soğuk hava ile temas eden damlacıkların hızlı bir şekilde katılması, kristal ve polimorfik formda değişikliklere yol açabilmekte ve kristalinite, matris malzemesinin bariyer ve çözünme özelliklerini etkilemektedir. (Favaro-Trindade vd., 2016). Lipit taşıyıcılar,  $\alpha$  (altıgen şekil),  $\beta'$  (ortorombik şekil) ve  $\beta$  (triklinik şekil) olarak adlandırılan üç farklı polimorfik formda kristalize olabilirler.  $\alpha$  şekli termodinamik olarak daha az stabil ve daha düşük erime noktasına sahip iken;  $\beta$  şekli daha kararlı ve daha yüksek erime noktasına sahiptir (Windbergs vd., 2009). En iyi bariyer özellikleri tipik olarak kristalli bir malzeme ile elde edilirken, daha hızlı çözünme genellikle amorf bir sistemle elde edilir (Favaro-Trindade vd., 2016).

Wegmüller vd. (2003, 2006), %1 lesitin içeren erimiş hidrojene palm yağı ile ferrik pirofosfat dispersiyonunu sprey soğutma yöntemi ile enkapsüle etmiştir. Tamamen hidrojene palm yağının, depolama sırasında demirin korunmasına yardımcı olan yüksek erime noktasına (63°C) sahip olduğu bildirilmiştir.

Çizelge 4.7. Kapsaisin mikropartiküllerine ait DSC analizi sonuçları.

Den. No	Erime Entalpisi $\Delta H$ (J/g)	Erime sıcaklığı $T_m$ (°C)
1	86.16±0.56 <sup>e,f,g,h</sup>	48.81±0.09 <sup>a,b,c,d</sup>
2	81.74±1.08 <sup>a,b,c,d,e</sup>	49.30±0.26 <sup>b,c,d</sup>
3	77.26±2.19 <sup>a</sup>	48.40±0.01 <sup>a,b,c,d</sup>
4	84.65±2.38 <sup>d,e,f</sup>	49.40±1.01 <sup>b,c,d</sup>
5	77.36±4.09 <sup>a</sup>	48.97±0.08 <sup>a,b,c,d</sup>
6	76.64±0.32 <sup>a</sup>	48.82±0.08 <sup>a,b,c,d</sup>
7	81.50±1.77 <sup>a,b,c,d,e</sup>	50.05±0.17 <sup>d</sup>
8	79.17±0.41 <sup>a,b,c,d</sup>	48.82±0.08 <sup>a,b,c,d</sup>
9	78.10±0.24 <sup>a,b</sup>	48.82±0.09 <sup>a,b,c,d</sup>
10	77.04±2.35 <sup>a</sup>	49.06±0.34 <sup>b,c,d</sup>
11	86.48±1.65 <sup>e,f,g,h</sup>	48.55±0.15 <sup>a,b,c,d</sup>
12	81.72±1.01 <sup>a,b,c,d,e</sup>	48.07±0.68 <sup>a,b,c</sup>
13	84.93±1.19 <sup>e,f</sup>	48.88±0.32 <sup>a,b,c,d</sup>
14	84.82±0.2 <sup>d,e,f</sup>	47.31±1.26 <sup>a</sup>
15	88.02±2.69 <sup>f,g,h</sup>	48.40±0.18 <sup>a,b,c,d</sup>
16	91.36±1.72 <sup>g,h</sup>	48.80±1.08 <sup>a,b,c,d</sup>
17	87.16±0.31 <sup>e,f,g,h</sup>	48.62±0.09 <sup>a,b</sup>
18	86.80±0.00 <sup>e,f,g,h</sup>	47.70±0.00 <sup>a,b,c,d</sup>
19	78.81±1.2 <sup>a,b,c</sup>	48.65±0.10 <sup>a,b,c,d</sup>
20	85.96±1.47 <sup>e,f,g,h</sup>	48.80±0.23 <sup>a,b,c,d</sup>
21	87.39±0.76 <sup>e,f,g,h</sup>	48.64±0.07 <sup>a,b,c,d</sup>
22	83.31±0.26 <sup>b,c,d,e,f</sup>	48.53±0.02 <sup>a,b,c,d</sup>
23	91.66±0.83 <sup>h</sup>	48.19±0.86 <sup>a,b,c,d</sup>
24	85.71±1.3 <sup>e,f,g</sup>	49.46±0.40 <sup>c,d</sup>
25	83.87±3.66 <sup>c,d,e,f</sup>	49.54±0.85 <sup>c,d</sup>
<b>Palm Yağı</b>	61.78±0.00	54.15±0.00

Sütunların üzerindeki farklı harfler (a, b, c, d, e, f, g veya h) formülasyonlar arasındaki önemli farkı göstermektedir.

Kapsüllenmiş kapsaisin mikro partiküllerinin erime noktası sıcaklığı ( $T_m$ ) ve füzyon entalpisi ( $\Delta H$ ), Çizelge 4.7'de verilmiştir. Çizelge 4.8'de verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin

tozlarının  $\Delta H$  ve  $T_m$  deęerleri üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduęu belirlenmiřtir ( $p < 0.05$ ).

Palm yaęının erime entalpisi ( $\Delta H$ ) deęerleri 61.78 J/g; erime sıcaklıęı ( $T_m$ ) deęerleri 54.15°C olarak ölçülmüřtür. Lipit matrisi, farklı soęuma hızına baęlı olarak farklı polimorfik řekillerde kristalize olabilir ve partiküllerin erime sıcaklıęı buna baęlı olarak deęiřebilir (Favaro-Trindade vd., 2016). Gerçekleřtirilen bu tez çalıřmasında soęutma havasının sabit sıcaklıkta tutulması nedeni ile sprey soęutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartiküllerine (25 deneme) ait termal erime davranıřı analizlerinin sonuçları incelendięinde, örneklerin erime entalpisi ( $\Delta H$ ) deęerlerinin 76.64-91.66 J/g; erime sıcaklıęı ( $T_m$ ) deęerlerinin 47.31-50.04 °C arasında deęiřtięi ve örnekler arasında bu deęerler açasından çok büyük farklılıęın olmadıęı gözlemlenmiřtir.

Stabilizatör olarak soya lesitini kullanılan denemelerde, peynir altı suyu proteini eklenmesi, kapsaisin partiküllerinin  $T_m$ 'sinin artmasına neden olurken, jelatinin partiküllerin  $T_m$ 'sini düşürdüęü tespit edilmiřtir. Na-kazeinatın mikrotaneciklerin erime noktası üzerinde önemli bir etkisinin olmadıęı, fakat jelatin içeren mikro kapsüllerden daha yüksek erime noktasına neden olduęu saptanmıřtır. Polisorbat 20 bulunan denemeler incelendięinde, peyniraltı suyu proteini eklenmesi partiküllerin  $T_m$ 'sini arttırırken, Na-kazeinat eklenmesi durumunda ise partiküllerin  $T_m$ 'sinin azaldıęı belirlenmiřtir. Son olarak poligliserol polirisinolat bulunan denemelerin partiküllerinin  $T_m$ 'si incelendięinde; dięer stabilizatörlerdeki sonuçlara paralel olarak jelatinin  $T_m$ 'yi düşürdüęü Na-kazeinat'ın peyniraltı suyu proteinine nazaran partiküllerin  $T_m$ 'sini düşürmedięi saptanmıřtır. Fakat tüm sonuçlar irdelendięinde deneme 1 (SL-G) ve 19 (SL-G/Na-Cas/WPI) hariç soya lesitininin stabilizatör olarak kullanıldıęı denemelerden elde edilen mikropartiküllerin erime sıcaklıęının, dięer stabilizatörleri içeren mikropartiküllere kıyasla daha yüksek olduęu bulgulanmıřtır. Bařka bir çalıřmada kapsaisin jelatin (tek tabakalı) ile enkapsülenmiř; erime sıcaklıęı ve enerjisi sırasıyla 100°C ve 199.9 J/g olarak hesaplanmıřtır (Wang vd., 2008). Mevcut çalıřmaların  $T_m$  ve  $\Delta H$  deęerleri arasındaki farkın kapsülleme formu (tek veya çift katmanlı) ve kapsülleme teknięinden kaynaklandıęı düşünölmektedir.

Çizelge 4.8. Emülsiyon formülasyonlarının  $\Delta H$  ve  $T_m$  verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	$p$ -Değeri
$\Delta H$ (J/g)	Gruplar Arasında	24	931.886	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	146.290	
	Toplam	49	1078.177	
$T_m$ (°C)	Gruplar Arasında	24	16.100	0.241
	Gruplar İçerisinde	25	12.591	
	Toplam	49	28.691	

### 4.3.3. Partikül Özellikleri

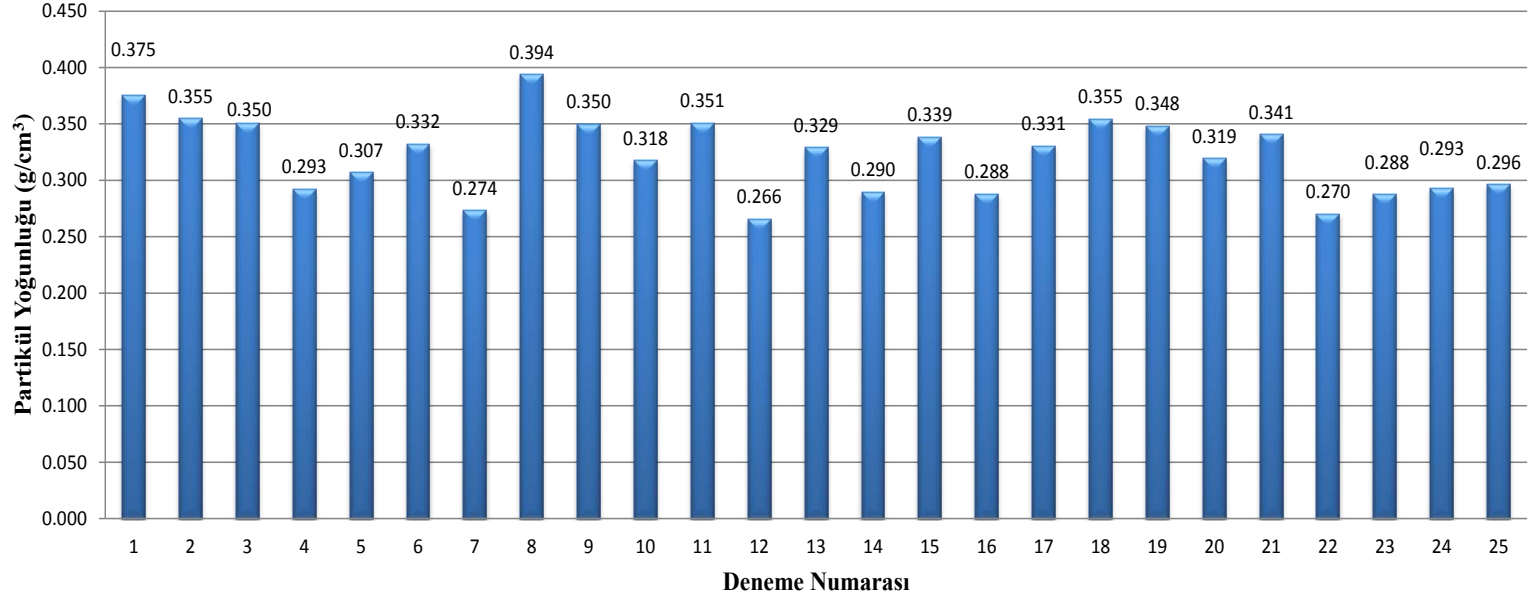
#### 4.3.3.1. Partikül Yoğunluğu

Partikül yoğunluğu toz ürünün yığın yapısı ve partikül büyüklüğü ile doğrudan ilişkili olup; işlem sıcaklığından, üretilen ürünün partikül büyüklüğünden, atomizasyon koşullarından ve beslenen ürünün niteliklerinden (emülsiyon, dispersiyon vb.) etkilenen bir değerdir (Okuyama vd., 1991). Elde edilen kapsaisin mikropartiküllerinin partikül yoğunluğu değerleri Şekil 4.7’de belirtildiği gibi 0.266-0.394 g/cm<sup>3</sup> arasında değişiklik göstermekte ve bu değişikliğin kaplama materyalleri ile alakalı olduğu düşünülmektedir. Söz konusu değerler literatürde yapılan benzer çalışmalarla da paralellik göstermektedir (Fernandes vd., 2014). Jimenez vd. (2010) farklı kaplama materyalleri kullanılarak konjuge linoleik asidin mikroenkapsülasyonunu gerçekleştirdikleri çalışmada, elde edilen partikül yoğunluğu değerlerinin kaplama materyallerinden etkilendiğini belirtmişlerdir.

Tek katlı mikroenkapsüle kapsaisin tozları, protein içeren çift katlı mikroenkapsüle kapsaisin tozlarına nazaran daha düşük partikül yoğunluğuna sahiptir. Tek başına jelatin içeren kapsaisin tozlarının partikül yoğunluğu değerlerinin ortalamanın üzerinde olduğu gözlenir iken; tek başına jelatin içeren kapsaisin tozları haricindeki denemelerde tek ve Çizelge 3.1’de belirtilmiş farklı kombinasyonlar olarak eklenen WPI ve/veya jelatin proteinlerinin, partikül yoğunluğunu düşürdüğü belirlenmiştir.

Çizelge 4.9'da verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül yoğunluğu ( $\text{kg/m}^3$ ) değerleri üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu saptanmıştır ( $p<0.05$ ).





Şekil 4.7. Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül yoğunluğu değerleri.



Çizelge 4.9. Emülsiyon formülasyonlarının partikül yoğunluğu ( $\text{kg/m}^3$ ) verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	<i>p</i> -Değeri
PY ( $\text{g/cm}^3$ )	Gruplar Arasında	24	0.057	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.002	
	Toplam	49	0.058	

#### 4.3.3.2 Partikül Boyut ve Boyut Dağılımı

Mikroenkapsüle partiküllerin boyut ve şekil açısından karakterizasyonu önemli olup (Schubert, 1987), sprey soğutma yönteminde; emülsifikasyon, soğutma havasının sıcaklığı ve hızı, atomizasyon basıncı, besleme akışı, atomizasyon tipi ve nozul çapı gibi proses değişkenleri partikül boyutunu doğrudan etkilemektedir. Taşıyıcı matrisin viskozitesini etkileyen lipit bileşimi, çekirdek materyalin bileşimi, yüzey aktif bileşenlerin varlığı, konsantrasyonu (Kentepozidou ve Kiparissides, 1995) ve türü, çekirdek materyal/taşıyıcı matris oranı (Pongpaibul, 1988) gibi karışım değişkenleri de partikül boyutunu etkilemektedir (Favaro-Trindade vd., 2016). Çizelge 4.10'da farklı kaplama materyalleri kullanılarak elde edilen mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül çaplarının (ortalama hacimsel boyutları- $D_{[4,3]}$ ) 64.459 (WPI/SL) ile 154.985 (G/PS20)  $\mu\text{m}$  arasında; açıklık değerlerinin 1.299 (G/SL) ile 2.462 (G/PS20) arasında değiştiği görülmekte olup,  $D_{[4,3]}$  değerlerinin kapsaisin tozları içerisinde bulunan stabilizatörlere bağlı olarak farklılık gösterdiği saptanmıştır. Ayrıca stabilizatör olarak soya lesitini içeren denemelerin diğer denemelere kıyasla daha düşük  $D_{[4,3]}$  değerine sahip olduğu; Na-Cas/S20 içeren 5. deneme haricindeki polisorbata 20 içeren denemelerin en büyük  $D_{[4,3]}$  değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir.

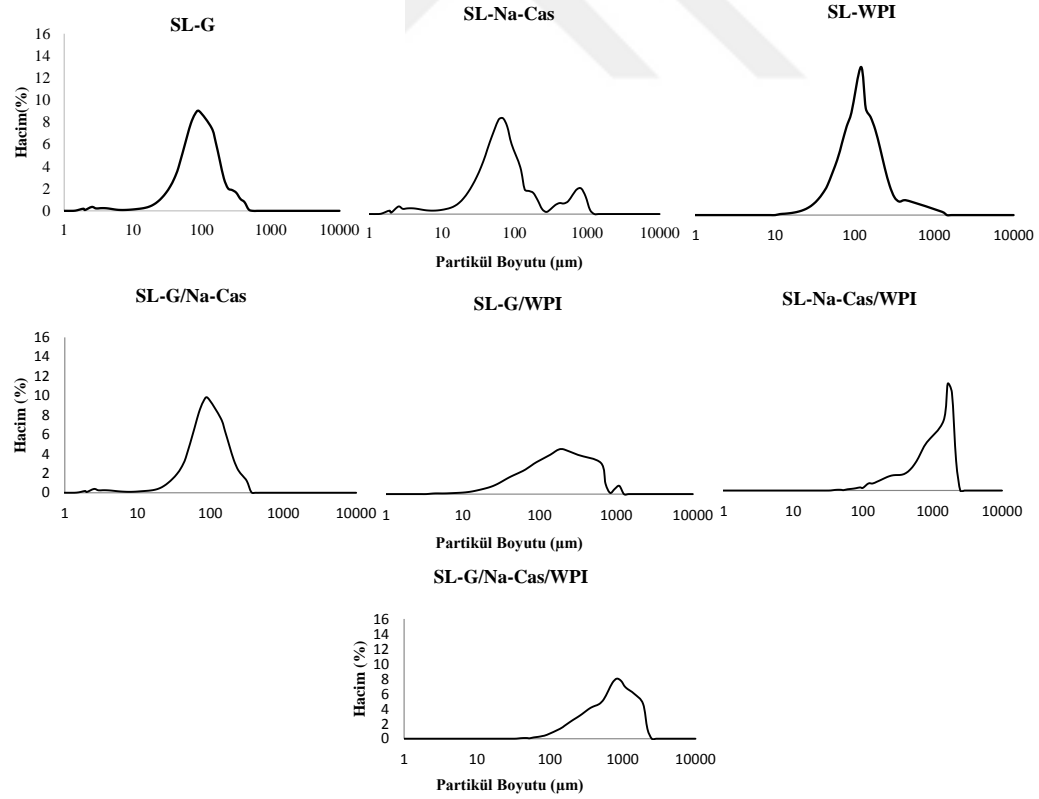
Partikül dağılımı ifadesi ile partikül büyüklüğünün dağılımı ifade edilmekte; toz ürün davranışı ve/veya fiziksel özelliklerin belirlenebilmesi için fiziksel, mekaniksel veya kimyasal bir proseste sıkça kullanılmaktadır (Schubert, 1987). Şekil 4.8'de stabilizatör olarak soya lesitinin kullanıldığı mikroenkapsüle kapsaisin tozlarında farklı protein ve protein kombinasyonları içeren tozların partikül boyut dağılımları arasında belirgin farklılıkların olduğu belirlenmiş olup; SL-Na-Cas (Deneme 4) ve SL-G/WPI (Deneme 16) içeren mikroenkapsüle kapsaisin tozları hariç diğer elde edilen tozlar unimodal dağılım göstermektedir. Koç vd. (2011) de yumurta tozunun mikroenkapsülasyonu çalışmalarında kaplama

materyali olarak tercih edilen jelatin, laktoz ve pullulanın partikül büyüklüğü üzerine etkili olduğunu bulgulamışlardır. Tek protein içeren örneklerde SL-WPI (Deneme 7) içeren kapsaisin tozunun diğer iki toz örneğe kıyasla daha yüksek oranda küçük ve homojen partikül boyut dağılımına sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca proteinlerin ikili ve üçlü kombinasyonlarını içeren toz örneklerin partikül boyutlarının daha yüksek olduğu saptanmıştır.

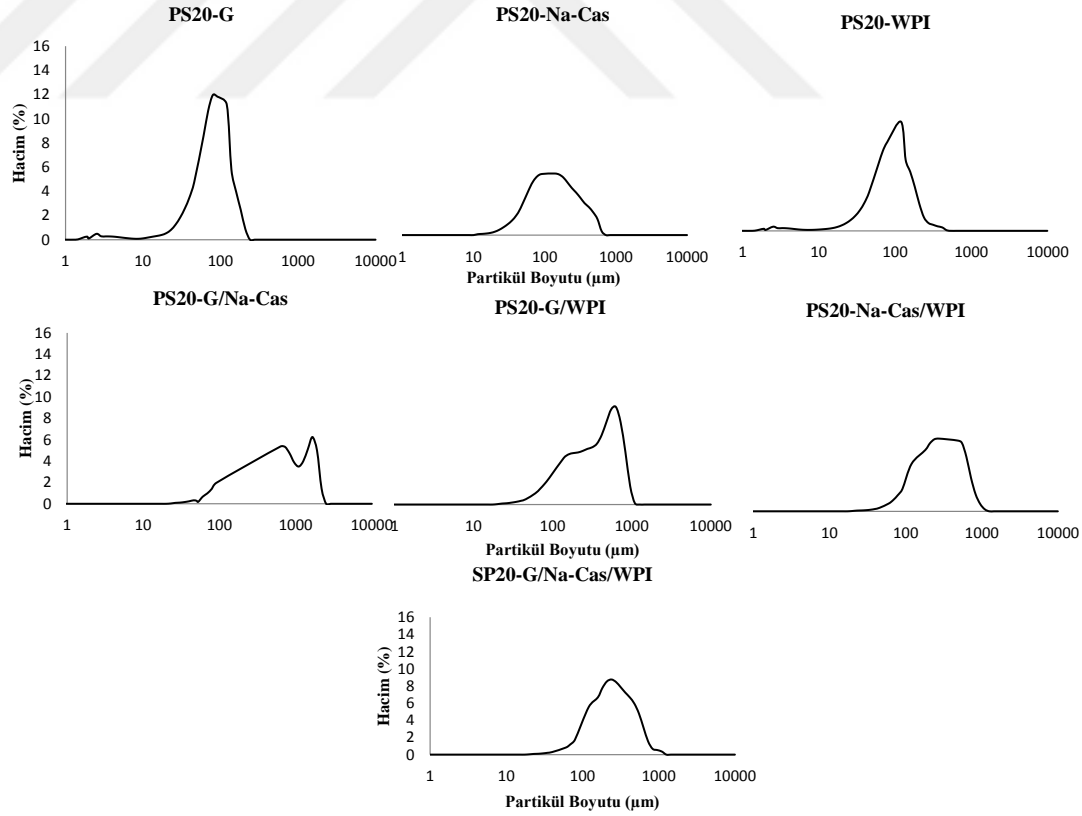
PS20-G/Na-Cas içeren (Deneme 11) toz örnek hariç Şekil 4.9'da verilen stabilizatör olarak polisorbata 20'nin kullanıldığı mikroenkapsüle kapsaisin tozları unimodal dağılım göstermiş ve Şekil 4.8'de verilen soya lesitini ile hazırlanan tozlara kıyasla heterojen partikül boyut dağılımı göstermektedir. Tek protein içeren toz örnekler incelendiğinde Na-Cas bulunan mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının partikül boyut dağılımının daha geniş bir pik verdiği gözlemlenmiş olup, Şekil 4.8 ve 4.9 incelendiğinde Na-Cas proteininin homojenliği olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir.

Şekil 4.10'da verilen stabilizatör olarak poligliserol polirisinolatın kullanıldığı mikroenkapsüle kapsaisin tozları incelendiğinde PGPR-G (Deneme 3) hariç, diğer elde edilen tozlarda ünimodal dağılım gözlenmekte olup; proteinlerin ikili ve üçlü kombinasyonlarında partikül boyutunun arttığı anlaşılmıştır.

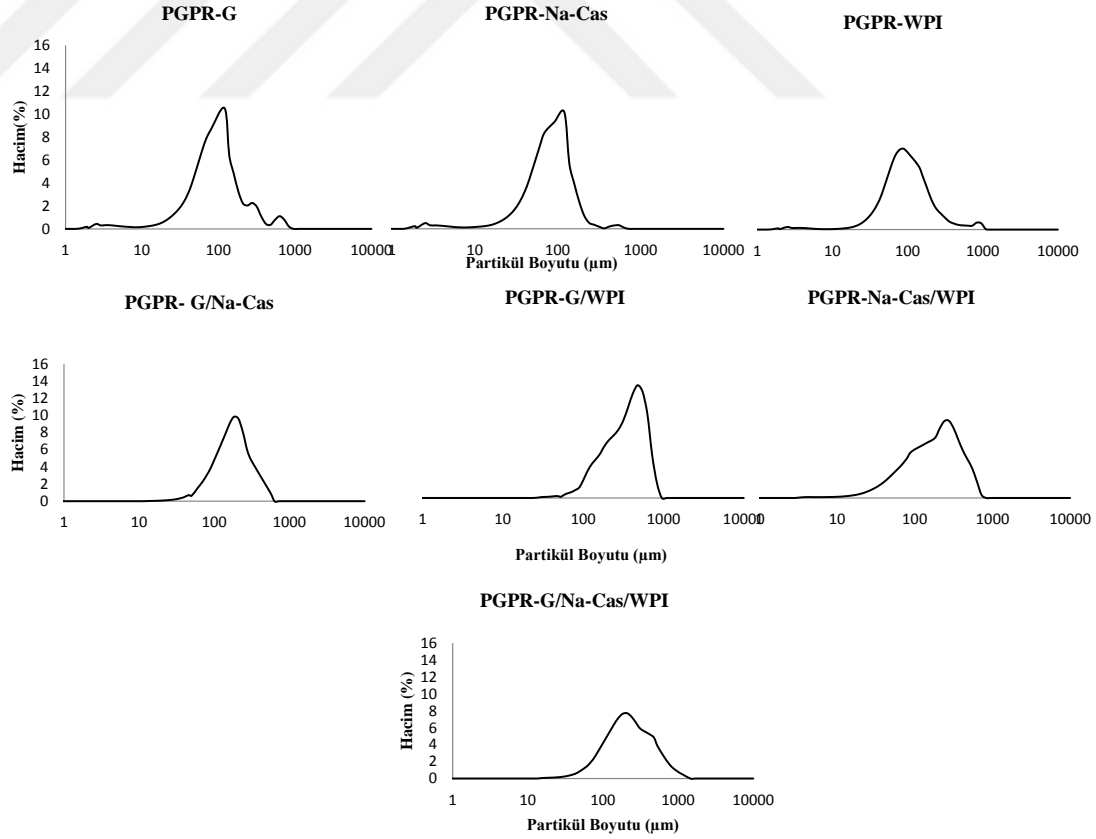
Şekil 4.11'de verilen protein olmaksızın ve sadece palm yağı ile hazırlanan mikroenkapsüle kapsaisin tozları incelendiğinde diğerlerine kıyasla daha heterojen bir dağılım gözlenmekte olup; soya lesitini ile elde edilen partiküllerin boyut dağılımlarının diğerlerine nazaran daha geniş pik verdiği; PGPR ile hazırlanan mikropartiküllerin ise diğerlerine nazaran daha homojen bir dağılım gösterdiği anlaşılmıştır. Cho ve Park (2002) aroma maddelerinin mikroenkapsüllemesinde kaplama materyalleri olarak maltodekstrin, gam arabik, gellan gam ve hidrojenize palm yağı kullanarak toz ürünün fiziksel özellikleri üzerine etkilerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda hidrojenize palm yağının kullanılması ve kullanılmaması durumunda partikül boyutunun değiştiği, palm yağının partikül boyut dağılımını arttırdığı bildirilmiştir.



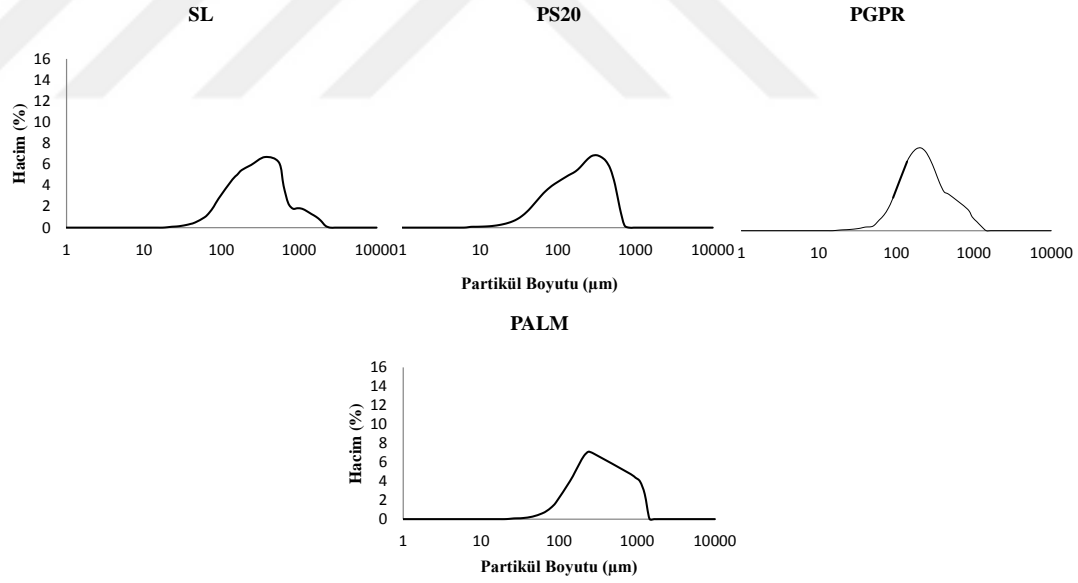
Şekil 4.8. Stabilizatör olarak soya lesitini içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları.



Şekil 4.9. Stabilizör olarak polisorbitat 20 içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları.



Şekil 4.10. Stabilizatör olarak poligliserol polirisinolat içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları.



Şekil 4.11. Protein olmaksızın ve sadece palm içeren kapsaisin partiküllerinin partikül boyut dağılımları.

Literatürde mikropartiküllerin boyut dağılımının ve ortalama büyüklüğünün, kapsülleme verimliliği, çekirdek materyalin korunması ve matrizen salınımı ile bağlantılı olduğu; büyük partiküllere kıyasla, küçük partiküllerin çekirdek materyalini daha hızlı serbest bıraktığı belirtilmiştir (Favaro-Trindade vd., 2016). Ancak kapsaisin mikropartiküllerinin  $D_{[4,3]}$  değerleri incelendiğinde beklenenin aksine mikroenkapsülasyon etkinliği ile arasında korelasyonun istatistiksel olarak önemsiz olduğu belirlenmiştir ( $p>0.05$ ). Çizelge 4.11’de verilen ANOVA analizi sonuçları incelendiğinde ise, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının  $D_{[4,3]}$  ve açıklık değerleri üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu saptanmıştır ( $p<0.05$ ).

Çizelge 4.10. Kapsaisin mikropartiküllerine ait  $D_{[4,3]}$  ve açıklık değerleri.

Deneme No.	$D_{[4,3]}$ ( $\mu\text{m}$ )	Açıklık
1	79.582±0.047 <sup>b</sup>	1.299±0.006 <sup>a</sup>
2	154.985±0.568 <sup>v</sup>	2.462±0.113 <sup>j</sup>
3	121.640±0.448 <sup>m</sup>	2.135±0.241 <sup>h,i</sup>
4	90.036±0.642 <sup>c</sup>	1.558±0.014 <sup>b</sup>
5	96.976±0.867 <sup>d</sup>	1.602±0.074 <sup>b,c</sup>
6	97.905±0.420 <sup>e</sup>	1.588±0.021 <sup>b,c</sup>
7	64.459±0.858 <sup>a</sup>	1.842±0.013 <sup>e,f,g</sup>
8	131.935±0.064 <sup>n</sup>	1.762±0.013 <sup>c,d,e</sup>
9	99.982±0.459 <sup>f</sup>	1.806±0.012 <sup>d,e,f</sup>
10	113.729±0.348 <sup>l</sup>	2.234±0.109 <sup>i</sup>
11	139.483±0.112 <sup>p</sup>	2.017±0.178 <sup>g,h</sup>
12	101.346±0.305 <sup>g</sup>	1.638±0.003 <sup>b,c,d</sup>
13	105.499±0.030 <sup>i</sup>	2.000±0.101 <sup>g,h</sup>
14	143.299±0.395 <sup>s</sup>	1.998±0.001 <sup>g,h</sup>
15	100.698±0.280 <sup>f,g</sup>	1.684±0.009 <sup>b,c,d,e</sup>
16	105.841±0.078 <sup>i,j</sup>	2.034±0.008 <sup>h</sup>
17	140.706±0.218 <sup>r</sup>	2.017±0.028 <sup>g,h</sup>
18	101.077±0.016 <sup>g</sup>	1.670±0.029 <sup>b,c,d</sup>
19	105.993±0.004 <sup>i,j,k</sup>	1.963±0.026 <sup>f,g,h</sup>
20	144.654±0.280 <sup>t</sup>	2.017±0.004 <sup>g,h</sup>
21	103.592±0.101 <sup>h</sup>	1.658±0.014 <sup>b,c,d</sup>
22	106.706±0.259 <sup>k</sup>	1.735±0.053 <sup>c,d,e</sup>

23	147.880±0.023 <sup>ü</sup>	2.009±0.021 <sup>g,h</sup>
24	106.100±0.043 <sup>i,j,k</sup>	1.649±0.019 <sup>b,c,d</sup>
25	106.508±0.078 <sup>j,k</sup>	1.510±0.015 <sup>b</sup>

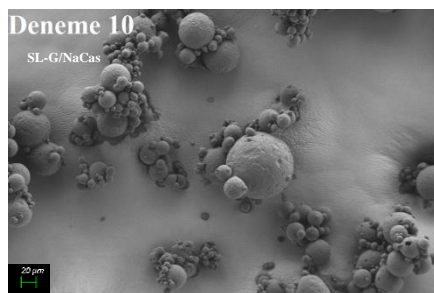
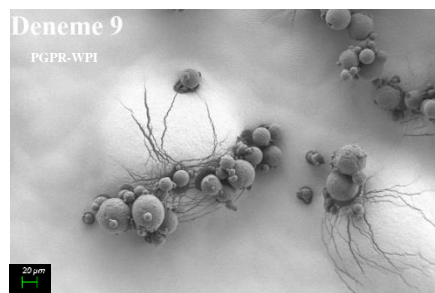
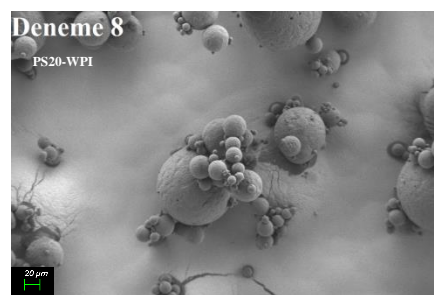
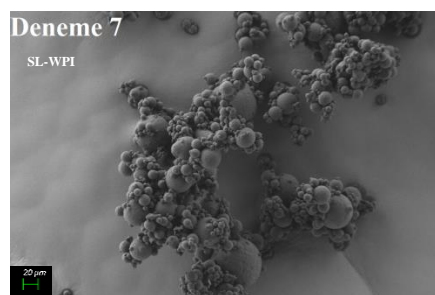
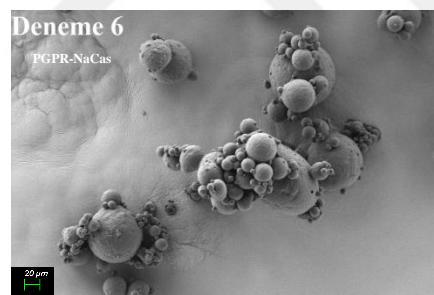
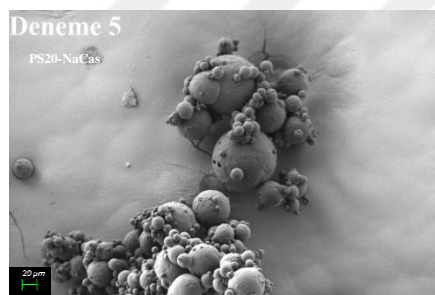
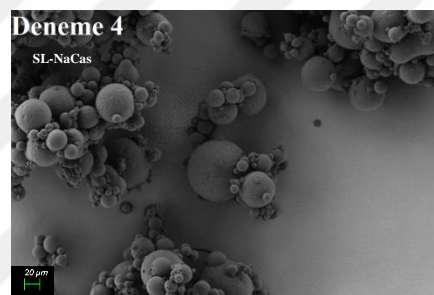
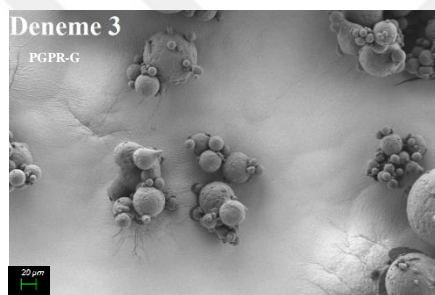
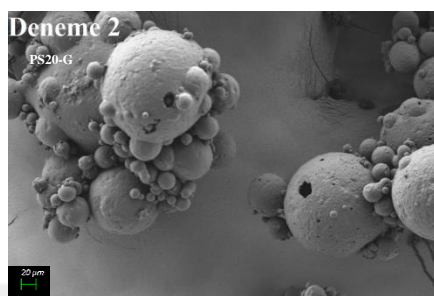
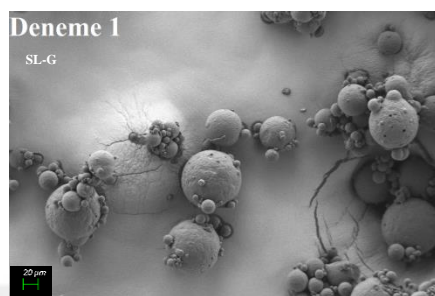
Çizelge 4.11. Emülsiyon formülasyonlarının  $D_{[4,3]}$  ve açıklık değerleri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

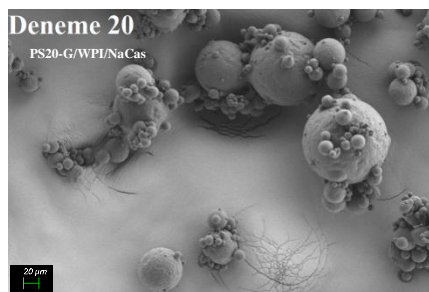
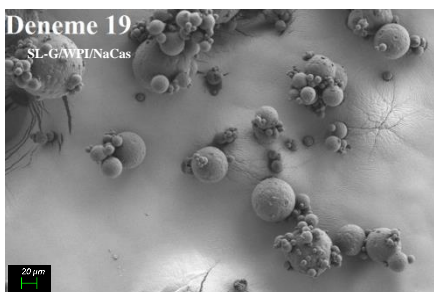
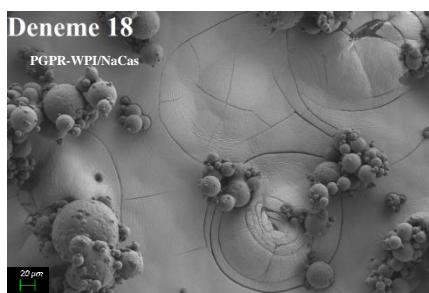
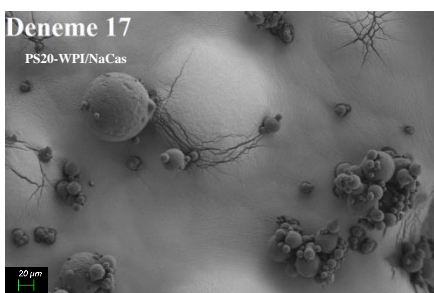
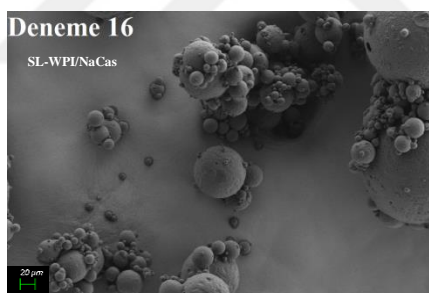
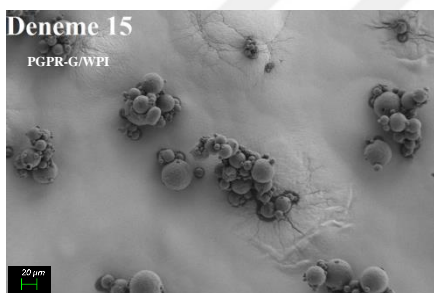
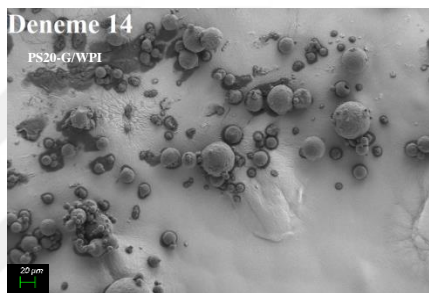
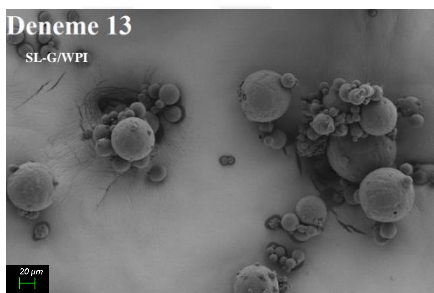
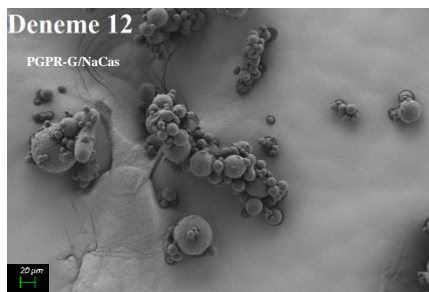
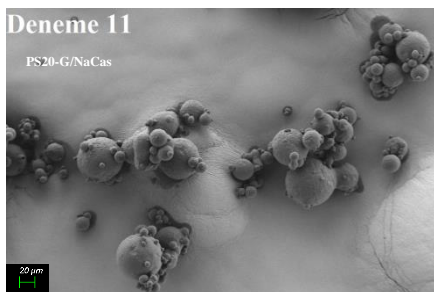
	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	$p$ -Değeri
$D_{[4,3]} (\mu\text{m})$	Gruplar Arasında	24	24503.982	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	3.495	
	Toplam	49	24507.477	
Açıklık	Gruplar Arasında	24	3.276	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.138	
	Toplam	49	3.414	

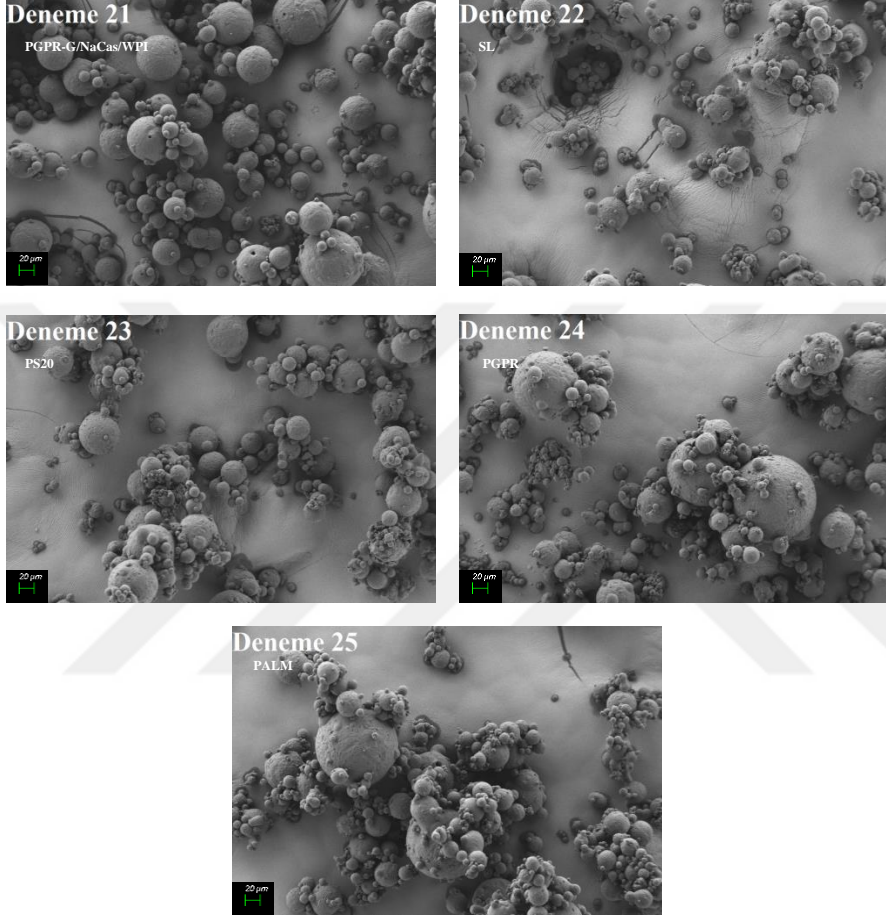
#### 4.3.3.3. Partikül Morfolojisi

Sprey soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin tozlarının partikül morfolojisi sonuçları Şekil 4.12’de verilmiştir. Partiküllerin morfolojisi, koloidal sistemlerin genel özelliklerinin belirlenmesinde büyük öneme sahiptir. Partiküllerin boyutları ve morfolojileri çekirdek materyalinin fiziko-kimyasal özelliklerine, duvar materyalinin kompozisyonuna ve enkapsülasyon yöntemine göre değişiklik göstermektedir. Akabilirlik ve ıslanabilirlik değerleri toz partiküllerin yüzey yapısından etkilenmektedir (Peleg ve Mannheim, 1973). Çizelge 3.1’deki deneme deseni izlenerek elde edilen mikroenkapsüle tozların SEM görüntüleri Şekil 4.13’de gösterilmektedir.









Şekil 4.12. Deneme planına göre üretilen mikroenkapsüle kapsaisin tozlarına ait SEM görüntüleri (x500).

Sprey soğutuma yöntemi ile farklı protein ve stabilizatörler kullanılarak elde edilen kapsaisin mikropartiküllerinin SEM görüntüleri incelendiğinde şekil ve boyut açısından önemli farklılıkların olduğu anlaşılmaktadır. Hazırlanan emülsiyonun soğuk hava içerisine atomizasyonu nedeni ile materyal içerisindeki suyun giderimi gerçekleşmediği için (kütle transferi gerçekleşmez) küresel şekilde katılaşmış kapsaisin mikropartikülleri elde edilmiştir.

Çift katlı mikroenkapsülasyonlarda Polisorbat 20 veya poligliserol polirisinolat ile hazırlanan denemelerin genel profilinin çatlak/parçalı bir yapıya sahip olduğu gözlemlenmekte iken; poligliserol polirisinolat ile hazırlanan partiküllerin birleşerek, küresel yapılardan sapmaların olduğu saptanmıştır. Farklı proteinler ve

kombinasyonları ile hazırlanan çift kaplamalı mikroenkapsüle kapsaisin partiküllerinde ise; sadece jelatin ile hazırlanan örneklerin yüzeylerindeki delikli görünüm göze çarpmaktadır. Ayrıca jelatinin, kullanılan diğer proteinlerle (Na-kazeinat, WPI) oluşturduğu ikili ve üçlü kombinasyonlarında da bu durum söz konusudur. Na-kazeinat içeren partiküllerin diğer partiküllere kıyasla yapışmaya ve küresel şeklinden sapmalara daha meyilli olduğu gözlenirken; WPI içeren partiküllerde diğer partiküllere nazaran delikli/çatlak görünüm giderilmiştir. Ayrıca sadece WPI içeren partikül yapıları incelendiğinde partikül boyutlarının küçük ve daha homojen dağılıma sahip olduğu görülmektedir. Kocacıyık (2014) yapmış olduğu çalışmada soya proteini içeren mikrokapsüllerin, peynir altı suyu ve kazein proteini içeren mikrokapsüllerden daha küresel ve pürüzsüz yapıda olduğunu belirtmiştir

Protein bulunmaksızın farklı stabilizatör tipleri ile hazırlanan tek tabakalı mikroenkapsüle kapsaisin partiküllerinin boyut ve dağılımı arasında belirgin farklılıklar görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde PGPR içeren tek tabakalı mikropartiküllerin diğerlerine kıyasla partikül boyutlarının daha büyük ve homojen olmayan bir dağılıma sahip olduğu gözlemlenmekte olup; partikül boyut dağılımı grafikleri incelendiğinde de benzer sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca tek tabakalı partiküllerin, çift tabakalı partiküllere kıyasla homojen olmayan bir dağılım göstermelerinin yanısıra kümeleşip, topaklanmaya daha meyilli oldukları anlaşılmaktadır. Özellikle sadece palm yağı ile kaplanan kapsaisin mikropartiküllerinin, daha yoğun kümeleşme ve topaklanmaya bağlı olarak küresel partikül yapılarının zamanla birleşip, şekillerinde küresellikten sapmaların olacağı öngörülmektedir.

#### **4.3.4. Yığın Özellikleri**

Toz gıdaların yığın özellikleri (yığın yoğunluğu, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ve akabilirlik) ürünün ambalajlanması, taşınması ve pazarlanması açısından önemli bir faktör (Shishir vd., 2014) olup; partikül çapı ve partikül boyut dağılımına bağlı olarak değişmektedir (Barbosa-Canovas vd., 2005). Düşük yığın yoğunluğu paket hacmini arttırdığı için istenen bir durum olmamakla birlikte; düşük yığın yoğunluğuna sahip toz ürünler, boşlukları arasında daha fazla hava bulunmasından dolayı oksidasyona uğrama riskine sahiptir ve ürünün depolanma stabilitesini azaltmaktadır (Zungur, 2013).

#### 4.3.4.1. Yığın ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu

Yığın yoğunluğu değeri, mikroenkapsülasyon işlemi esnasında kullanılan kaplama materyalinin moleküler ağırlığı ile alakalı bir değerdir. Yüksek molekül ağırlığına sahip kaplama materyalleri partiküller arasındaki boşlukları daha kolay doldurarak, daha az yer kaplamakta ve yüksek yığın yoğunluğu değerlerine sebep olmaktadır (Mahdavi vd., 2016). Yapılan çalışmada farklı protein ve stabilizatör ile hazırlanan kapsaisin mikropartiküllerine uygulanan yığın yoğunluğu analizi sonuçlarına göre, denemelerin yığın yoğunluğu değerlerinin 0.22-0.39 g/cm<sup>3</sup> arasında değiştiği belirlenmiştir (Çizelge 4.12). Ayrıca yığın yoğunluğu değeri kaplama materyalinin moleküler ağırlığından ziyade elde edilen mikropartikülün nem içeriğinden de etkilenmekte olup, yüksek nem içeriğine sahip ürünler daha yüksek yığın yoğunluğu değeri vermektedirler (Mahdavi vd., 2016). Fakat mevcut çalışmada elde edilen kapsaisin mikropartiküllerin sabit nem içeriğine sahip olması nedeniyle, partiküllerin yığın yoğunluğu değerlerindeki farklılıkların kullanılan kaplama materyalleri ile alakalı olduğu sonucuna varılmıştır. Benzer şekilde, Koç vd. (2011) yaptıkları çalışmada, farklı kaplama materyalleri kullanılarak elde edilen yumurta tozlarına ait yığın yoğunluklarının, kullanılan kaplama materyallerine bağlı olarak değişim gösterdiğini belirtmişlerdir.

Çift tabakalı tek tip protein içeren kapsaisin tozlarının yığın yoğunluğu değerleri incelendiğinde sırasıyla jelatin, WPI ve Na-kazeinat içeren örneklerin yığın yoğunluğu değerlerinin daha düşük olduğu belirlenmiştir. Proteinlerin ikili ve üçlü kombinasyonları ile hazırlanan örneklerde ise; Na-kazeinatın partiküllerin yığın yoğunluğu değerini azalttığı anlaşılmıştır. Ayrıca sadece stabilizatörler ile hazırlanan tek tabakalı kapsaisin tozlarının sonuçları incelendiğinde, PGPR ile hazırlanan mikroenkapsüle kapsaisin tozları yüksek yığın yoğunluğu değeri gösterir iken; soya lesitini içeren mikroenkapsüle kapsaisin tozları daha düşük yığın yoğunluğu değeri göstermiştir. Kocabıyık (2014) çalışmasında, en yüksek yığın yoğunluğu değerinin soya proteini içeren örneğe; en düşük yığın yoğunluğu değerinin ise peynir altı suyu proteini içeren örneğe ait olduğunu bildirmiştir.

Kapsaisin mikropartiküllerinin sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerlerinin, 0.44 ile 0.59 g/cm<sup>3</sup> arasında değiştiği belirlenmiştir (Çizelge 4.12). Yığın yoğunluğu sonuçlarına göre tüm örnekler yaklaşık 2 katına kadar sıkıştırılmış, bu da daha küçük ambalaj materyallerine daha fazla ürün taşınmasını olanaklı kılmıştır. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değeri, yığın yoğunluğu değeri ile yakından ilişkili

bir deęer olup, yığın yoęunluęunu etkileyen parametrelerden doęrudan etkilenmektedir.

Çizelge 4.13’de verilen ANOVA analizi sonuçları incelendięinde, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yığın yoęunluęu ( $\text{g/cm}^3$ ) deęerlerinin üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduęu belirlenmiřtir ( $p<0,05$ ).

#### 4.3.4.2. Akabilirlik

Toz ürünlerin akıř özellikleri, ürünlerin yığın halinde bulunduęu durumlarda taşıma ve depolama işlemleri sırasında büyük öneme sahiptir. Ürün tanecikli bir katı ise, özellikle de küçük boyutlardaki tanelerden oluşuyor ise, partiküller arasında meydana gelen yapışma, sürtünme ve birbirine bağlanma gibi faktörlerden ötürü ürünün bir yerden başka bir yere taşınması oldukça zordur (Koç vd., 2011). Yığın yoęunluęu ve sıkıştırılmış yığın yoęunluęu arasındaki yüksek farklılık, ürünün akabilirlięinin kötü olduęunu ve topaklanmanın yüksek olduęunu göstermektedir. Soya lesitini içeren denemelerin Carr indeks (CI) deęeri dięer stabilizatörler ile hazırlanan kapsaisin tozlarından daha yüksek olup, kötü bir akabilirlięe sahiptir (Çizelge 4.12). Bu durum partikül boyutlarının küçük olması ile de ilişkilendirilebilir. Stabilizatör olarak soya lesitini, protein olarak WPI kullanılarak hazırlanan (deneme 7) mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının, partikül morfolojilerinde gözlenen küçük partikül yapılarına baęlı olarak dięer denemeler içerisinde en kötü akabilirlięe sahip olduęu belirlenmiřtir. Çizelge 4.13’de verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının akabilirlięi (Carr indeks deęeri) üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduęu saptanmıřtır ( $p<0,05$ ). Ek 2’de Pearson korelasyon sonuçları incelendięinde mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının Carr İndeks ve yığın yoęunluęu ( $\rho_b$ ,  $\text{g/cm}^3$ ) deęerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı korelasyonun olduęu tespit edilmiřtir ( $r=-0.918$ ;  $p<0.01$ ).

Çizelge 4.12. Kapsaisin mikropartiküllerine ait yoęunluk ve akabilirlik analizi sonuçları.

Deneme No	$\rho_b$ ( $\text{g/cm}^3$ )	$\rho_t$ ( $\text{g/cm}^3$ )	Carr İndeks
1	$0.32\pm 0.00$ <sup>f,g,h,i</sup>	$0.55\pm 0.01$ <sup>j,k</sup>	$41.76\pm 1.58$ <sup>d,e,f,g,h,i,j,k</sup>
2	$0.33\pm 0.00$ <sup>h,i,j</sup>	$0.53\pm 0.00$ <sup>f,g,h,i,j</sup>	$37.32\pm 0.25$ <sup>b,c,d,e,f</sup>
3	$0.35\pm 0.00$ <sup>i,j</sup>	$0.55\pm 0.00$ <sup>i,j,k</sup>	$36.83\pm 0.45$ <sup>b,c,d,e</sup>
4	$0.26\pm 0.00$ <sup>b,c</sup>	$0.48\pm 0.01$ <sup>b,c</sup>	$44.59\pm 0.82$ <sup>f,g,h,i,j,k</sup>

5	0.26±0.00 <sup>b,c</sup>	0.50±0.00 <sup>d,e</sup>	48.09±0.56 <sup>j,k,l</sup>
6	0.28±0.00 <sup>c,d</sup>	0.53±0.00 <sup>f,g,h</sup>	47.06±0.00 <sup>h,i,j,k,l</sup>
7	0.22±0.00 <sup>a</sup>	0.44±0.00 <sup>a</sup>	49.22±1.10 <sup>j,k,l</sup>
8	0.36±0.00 <sup>j,k</sup>	0.59±0.00 <sup>l</sup>	38.85±0.06 <sup>b,c,d,e,f,g</sup>
9	0.33±0.00 <sup>h,i,j</sup>	0.55±0.03 <sup>k</sup>	39.51±2.74 <sup>c,d,e,f,g,h</sup>
10	0.28±0.02 <sup>c,d,e</sup>	0.53±0.00 <sup>f,g,h,i,j,k</sup>	47.07±4.16 <sup>h,i,j,k,l</sup>
11	0.27±0.01 <sup>b,c,d</sup>	0.52±0.01 <sup>e,f</sup>	47.94±0.63 <sup>i,j,k,l</sup>
12	0.24±0.00 <sup>a,b</sup>	0.51±0.01 <sup>d,e</sup>	52.53±0.05 <sup>l</sup>
13	0.32±0.00 <sup>g,h,i</sup>	0.55±0.00 <sup>j,k</sup>	41.17±0.98 <sup>d,e,f,g,h,i,j</sup>
14	0.32±0.01 <sup>e,f,g,h,i</sup>	0.53±0.01 <sup>f,g,h,i,j,k</sup>	40.31±0.44 <sup>c,d,e,f,g,h,i</sup>
15	0.35±0.05 <sup>i,j,k</sup>	0.58±0.07 <sup>f,g,h,i</sup>	39.09±2.01 <sup>a,b,c</sup>
16	0.31±0.00 <sup>d,e,f,g,h</sup>	0.53±0.00 <sup>f,g,h,i,j,k</sup>	42.44±0.59 <sup>e,f,g,h,i,j,k</sup>
17	0.36±0.03 <sup>i,j,k</sup>	0.54±0.00 <sup>g,h,i,j,k</sup>	34.23±5.22 <sup>a,b,c,d</sup>
18	0.30±0.01 <sup>d,e,f,g,h</sup>	0.52±0.00 <sup>f,g,h</sup>	42.16±1.66 <sup>e,f,g,h,i,j,k</sup>
19	0.29±0.00 <sup>c,d,e,f</sup>	0.52±0.00 <sup>e,f,g</sup>	45.33±1.03 <sup>g,h,i,j,k,l</sup>
20	0.34±0.01 <sup>h,i,j</sup>	0.54±0.00 <sup>h,i,j,k</sup>	37.43±1.19 <sup>b,c,d,e,f</sup>
21	0.39±0.01 <sup>k</sup>	0.54±0.01 <sup>f,g,h,i,j,k</sup>	27.70±0.60 <sup>a</sup>
22	0.28±0.01 <sup>c,d,e</sup>	0.49±0.02 <sup>c,d</sup>	42.69±0.80 <sup>e,f,g,h,i,j,k</sup>
23	0.30±0.03 <sup>d,e,f,g,h</sup>	0.47±0.00 <sup>b</sup>	35.82±6.44 <sup>b,c,d,e</sup>
24	0.36±0.01 <sup>j,k</sup>	0.53±0.00 <sup>f,g,h,i</sup>	31.67±3.32 <sup>a,b</sup>
25	0.29±0.02 <sup>c,d,e,f,g</sup>	0.50±0.00 <sup>d,e</sup>	41.60±4.59 <sup>d,e,f,g,h,i,j,k</sup>

Sütunların üzerindeki farklı harfler (a, b, c, d, e, f, g, h, i, j veya k) formülasyonlar arasındaki önemli farkı göstermektedir.

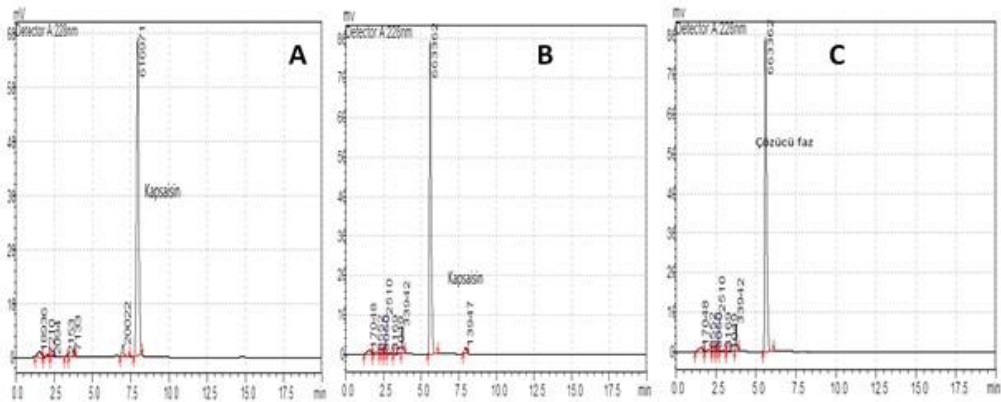
Çizelge 4.13. Emülsiyon formülasyonlarının yığın ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ( $\text{g/cm}^3$ ) verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	p-Değeri
$\rho_b$ ( $\text{g/cm}^3$ )	Gruplar Arasında	24	0.081	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.006	
	Toplam	49	0.087	
$\rho_t$ ( $\text{g/cm}^3$ )	Gruplar Arasında	24	0.044	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.002	
	Toplam	49	0.046	
Carr İndeks	Gruplar Arasında	24	1722.172	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	250.899	
	Toplam	49	1973.071	

### 4.3.5. Mikroenkapsülasyon Etkinliği ve Scoville Acılık İndeksinin Belirlenmesi

Sprey soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikroenkapsüllerinin yüzey ve toplam kapsaisin miktarları ve hesaplanan mikroenkapsülasyon etkinliği sonuçları Çizelge 4.14’de verilmiştir. Ayrıca Çizelge 4.15’de verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, emülsiyon formülasyonlarının mikroenkapsüle edilen kapsaisin tozlarının yüzey ve toplam kapsaisin (ppm) değerlerinin ve mikroenkapsülasyon etkinliği ile Scoville acılık indeksi verilerinin üzerine etkisinin istatistiksel olarak anlamlı olduğu belirlenmiştir ( $p<0.05$ ).

Mikroenkapsülasyon etkinliğinin hesaplanması amacıyla HPLC’de gerçekleştirilen toplam ve yüzey kapsaisin sonuçlarına ait kromatogramlar ise Şekil 4.13a ve b’de sırası ile görülmektedir. Ayrıca Şekil 4.13b’de görüldüğü üzere yüzey kapsaisini belirlenirken 5.5. ve 6. dakikalar arasında oldukça büyük bir pik elde edilmektedir. Bu pikin yüzey kapsaisin analizinde çözücü faz olarak kullanılan kloroformadan kaynaklandığı Şekil 4.13c’deki kromatogramda gösterilmiştir.



Şekil 4.13. Kapsaisin mikropartiküllerinin toplam (A) ve yüzey (B) kapsaisin miktarlarına ait HPLC kromatogramları ve yüzey kapsaisin analizinde çıkan çözücü faz pikinin doğrulama kromatogramı (C).

Örneklerin toplam ve yüzeyde kapsaisin miktarları incelendiğinde tüm örneklerde toplam kapsaisin miktarının ortalama olarak %4.214 kayıpla geri kazanılabildiği, toplam kapsaisin ve mikroenkapsülasyon etkinliklerinin kullanılan kaplama materyalleri ile ilişkili olarak değişiklik gösterdiği belirlenmiştir.



Yüzey kapsaisin miktarı kapsüllenemeyen ve kaplama materyalinin dışında kalan kapsaisin miktarını ifade etmekte olup, mevcut çalışmada eklenen protein-protein kombinasyonları ve stabilizatörlerin çeşidine bağlı olarak değişmektedir. En yüksek yüzeyde kapsaisin miktarı 2.33 ppm ile protein olarak jelatin ve Na-kazeinat, stabilizatör olarak soya lesitininin kullanıldığı 11.denemede; en düşük yüzey kapsaisin miktarı ise 1.53 ppm ile protein olmaksızın stabilizatör olarak soya lesitininin kullanıldığı 22. denemede belirlenmiştir (Çizelge 4.14). Tüm denemelerde yüzey kapsaisin miktarları ortalama olarak  $2.00 \pm 0.07$  ppm şeklinde kaydedilmiştir. Stabilizatör olarak soya lesitininin kullanıldığı denemelerde kapsaisinin en az kayıpla mikroenkapsülasyon işleminin gerçekleştiği ve 20. Deneme (PS20-G/Na-Cas/WPI) haricinde çift tabakalı mikroenkapsüle tozların tek tabakalı mikroenkapsüle tozlara kıyasla toplam kapsaisin miktarlarının daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Enkapsülasyon etkinliği değeri, yüzey kapsaisin miktarı ile ters, toplam kapsaisin miktarı ile doğru orantılı olan bir değer olduğu için mevcut çalışmada yüksek enkapsülasyon etkinliği değerleri hesaplanmış (Consoli vd., 2016) olup; çift tabakalı (palm yağı-soya lesitin-peynir altı suyu proteini) mikroenkapsülasyonu gerçekleştirilmiş 7. deneme, 2.04 ppm'lik yüzey kapsaisin içeriği ile en iyi mikroenkapsülasyon etkinliği ( $99.73 \pm 2.38$ ) değerine sahiptir. Denemelerin mikroenkapsülasyon etkinliği verileri incelendiğinde; en yüksek mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerinin, stabilizatör olarak soya lesitinin kullanıldığı denemelere ait olduğu; en düşük mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerinin ise ağırlıklı olarak PGPR ve polisorbitat 20 (5, 17, 20. Deneme) içeren denemeler olduğu saptanmıştır. Stabilizatör olarak soya lesitini kullanılan 22. deneme hariç tek tabakalı kapsaisin mikroenkapsülasyonları, çift tabakalı kapsaisin mikroenkapsülasyonlarına kıyasla daha düşük mikroenkapsülasyon etkinliği değerleri göstermiştir. Ayrıca stabilizatör olarak soya veya polisorbitat 20 kullanılan denemelerde en yüksek mikroenkapsülasyon etkiliği sırasıyla; WPI; jelatin; Na-kazeinat içeren denemeler iken; stabilizatör olarak PGPR'nin kullanıldığı durumda mikroenkapsülasyon etkinliği Na-kazeinat, WPI, jelatin şeklinde değişmektedir. WPI tek başına incelendiğinde Na-kazeinat ve jelatine kıyasla kapsaisin mikroenkapsülasyonunda daha etkili olup; hazırlanan emülsiyondaki konsantrasyonu arttıkça mikroenkapsülasyon etkinliği değerinin arttığı gözlemlenmektedir. Süt yağının enkapsüle edildiği bir çalışmada, kaplama materyali olarak tercih edilen peynir altı suyu proteinlerinin, yaklaşık % 90'lık bir enkapsülasyon verimi sağladığı bildirilmiştir (Young vd., 1993). Biberiye yağının

enkapsüle edildiği bir başka çalışmada da kaplama formülasyonundaki peynir altı suyu proteini konsantrisindeki artışın, önemli ölçüde enkapsülasyon verimini arttırdığı bulgulanmıştır (Turasan, 2014). Peynir altı suyu proteinlerinin mikroenkapsülasyon etkinliği ve verimini olumlu yönde etkilemesinin nedeni bu protein yapılarının iyi bir emülsifikasyon özelliklerine sahip olması ile ilişkilendirilebilir (Jafari vd., 2008).

Çizelge 4.14. Kapsaisin mikropartiküllerine toplam kapsaisin (TK) ve yüzeyde kapsaisin (YK) miktarları ile ürün verimi ve mikroenkapsülasyon etkinliği (ME) sonuçları ve Scoville Acılık İndeksi Sonuçları.

Deneme No	TK (ppm)	YK (ppm)	ME (%)	Scoville Acılık İndeksi
1	39.87±0.38 <sup>g,h</sup>	2.04±0.21 <sup>c,d,e</sup>	94.57±0.43 <sup>g,h</sup>	3652.50±371.23 <sup>c,d,e</sup>
2	37.97±0.32 <sup>c,d,e,f</sup>	2.09±0.04 <sup>d,e</sup>	89.70±0.70 <sup>c,d,e</sup>	3727.50±74.25 <sup>c,d,e</sup>
3	34.73±0.86 <sup>b</sup>	1.83±0.13 <sup>b,c</sup>	82.25±2.47 <sup>b</sup>	3270.00±226.27 <sup>a,b</sup>
4	39.11±1.04 <sup>f,g</sup>	2.05±0.18 <sup>c,d,e</sup>	92.65±2.15 <sup>f,g</sup>	3425.00±21.21 <sup>b,c,d</sup>
5	37.19±0.79 <sup>c,d</sup>	1.90±0.17 <sup>b,c,d</sup>	88.23±1.54 <sup>c,d</sup>	3395.00±304.06 <sup>a,b,c</sup>
6	37.51±0.68 <sup>c,d,e</sup>	1.89±0.18 <sup>b,c,d</sup>	89.05±1.27 <sup>c,d</sup>	3375.00±318.20 <sup>a,b,c</sup>
7	41.93±0.87 <sup>k</sup>	2.04±0.08 <sup>c,d,e</sup>	99.73±2.38 <sup>k</sup>	3637.50±144.96 <sup>b,c,d,e</sup>
8	41.26±0.50 <sup>i,j,k</sup>	2.04±0.00 <sup>c,d,e</sup>	98.07±1.27 <sup>i,j,k</sup>	3640,00±7.07 <sup>c,d,e</sup>
9	37.43±0.20 <sup>c,d</sup>	1.89±0.01 <sup>b,c,d</sup>	88.85±0.53 <sup>c,d</sup>	3370,00±14.14 <sup>a,b,c</sup>
10	38.65±0.02 <sup>e,f</sup>	1.71±0.03 <sup>a,b</sup>	92.36±0.12 <sup>e,f,g</sup>	3050.00±42.43 <sup>a</sup>
11	40.99±0.37 <sup>h,i,j,k</sup>	2.33±0.04 <sup>f</sup>	96.63±1.02 <sup>h,i,j</sup>	4167.50±67.18 <sup>f</sup>
12	37.50±0.10 <sup>c,d,e</sup>	2.11±0.03 <sup>d,e</sup>	88.47±0.17 <sup>c,d</sup>	3775.00±49.50 <sup>d,e</sup>
13	40.75±0.48 <sup>h,i,j,k</sup>	2.04±0.11 <sup>c,d,e</sup>	96.78±1.47 <sup>h,i,j</sup>	3637.50±194.45 <sup>b,c,d,e</sup>
14	40.46±0.44 <sup>h,i,j</sup>	2.17±0.02 <sup>e,f</sup>	95.72±1.17 <sup>h,i</sup>	3872.50±38.89 <sup>e,f</sup>
15	38.28±0.02 <sup>d,e,f</sup>	1.95±0.07 <sup>c,d,e</sup>	90.80±0.11 <sup>d,e,f</sup>	3485.00±120.21 <sup>b,c,d</sup>
16	41.53±0.38 <sup>j,k</sup>	1.93±0.03 <sup>c,d</sup>	99.01±1.01 <sup>j,k</sup>	3447.50±45.96 <sup>b,c,d</sup>
17	39.02±0.05 <sup>f,g</sup>	2.05±0.02 <sup>c,d,e</sup>	92.41±0.18 <sup>e,f,g</sup>	3660.00±28.28 <sup>c,d,e</sup>
18	40.98±0.53 <sup>h,i,j,k</sup>	2.17±0.00 <sup>e,f</sup>	97.03±1.33 <sup>h,i,j,k</sup>	3867.50±3.54 <sup>e,f</sup>
19	40.23±0.12 <sup>h,i</sup>	2.05±0.11 <sup>c,d,e</sup>	95.44±0.58 <sup>h,i</sup>	3660.00±197.99 <sup>c,d,e</sup>
20	36.89±0.27 <sup>c</sup>	2.01±0.05 <sup>c,d,e</sup>	87.19±0.80 <sup>c</sup>	3595.00±91.92 <sup>b,c,d,e</sup>
21	37.05±0.01 <sup>c</sup>	1.97±0.06 <sup>c,d,e</sup>	87.70±0.17 <sup>c</sup>	3517.50±102.53 <sup>b,c,d,e</sup>
22	37.31±1.07 <sup>c,d</sup>	1.53±0.07 <sup>a</sup>	89.45±2.51 <sup>c,d</sup>	3370.00±70.71 <sup>a,b,c</sup>
23	33.51±0.23 <sup>a</sup>	2.05±0.05 <sup>c,d,e</sup>	78.65±0.71 <sup>a</sup>	3665.00±91.92 <sup>c,d,e</sup>
24	33.45±0.05 <sup>a</sup>	2.06±0.03 <sup>d,e</sup>	78.48±0.05 <sup>a</sup>	3680.00±56.57 <sup>c,d,e</sup>

25 34.27±0.10<sup>a,b</sup> 2.08±0.10<sup>d,e</sup> 80.48±0.02<sup>a,b</sup> 3712.50±173.24<sup>c,d,e</sup>

Sütunların üzerindeki farklı harfler (a, b, c, d, e, f, g, h, i, j veya k) formülasyonlar arasındaki önemli farkı göstermektedir.

Bir gıdanın acı ve/veya yakıcı olma seviyesi genellikle Scoville acılık indeksi ile belirtilmekte olup, Scoville acılık indeksi acı biberlerin içerdiği kapsaisinoid miktarına bağlı olarak değişmektedir. Saf kapsaisinin Scoville acılık indeksinin 15 ile 16 milyon arasında değiştiği belirtilmektedir (Topuz, 2002; Korel vd., 2002). Mevcut çalışmada ise ortalama 50,000 Scoville acılık indeksine sahip kapsaisin, sprey soğutma yöntemi ile kapsülendirilerek Scoville acılık indeksi yaklaşık olarak 13.942 kat azaltılmıştır. Denemelere ait yüzey ve toplam kapsaisin miktarları, mikroenkapsülasyon etkinlikleri ile Scoville acılık indeksi arasında yapılan korelasyon testi sonucunda; istatistiksel olarak anlamlı  $p$ -değeri $<0.001$  olan yüzey kapsaisin ve Scoville acılık indeksi arasında korelasyon katsayısının yüksek ( $r=0.878$ ) tespit edilmiş ve yüzey kapsaisin miktarının artmasına bağlı olarak Scoville acılık indeksinin de arttığı gözlemlenmiştir. Yüzey kapsaisin miktarı en yüksek olan örneğin Scoville acılık indeksi 4167 değeri ile de en yüksektir.

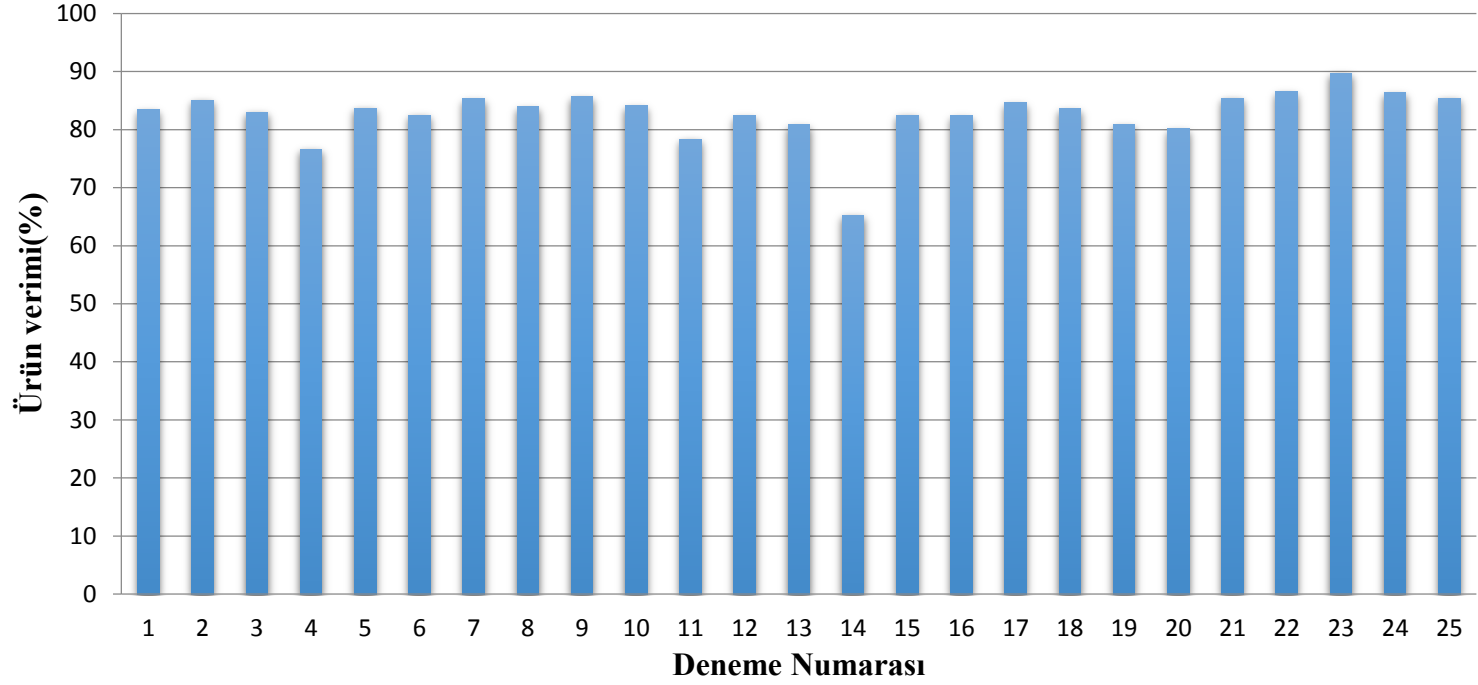
Çizelge 4.15. Emülsiyon formülasyonlarının yüzey-toplam kapsaisin miktarları (ppm), mikroenkapsülasyon etkinliği (%) ve Scoville acılık indeksi verileri üzerine etkisini gösteren ANOVA tablosu.

	Varyasyon Kaynağı	SD	Kareler Toplamı	$p$ -Değeri
<b>TK(ppm)</b>	Gruplar Arasında	24	296.440	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	6.513	
	Toplam	49	302.953	
<b>YK(ppm)</b>	Gruplar Arasında	24	1.193	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	0.215	
	Toplam	49	1.409	
<b>ME(%)</b>	Gruplar Arasında	24	1801.166	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	38.176	
	Toplam	49	1839.343	
<b>Scoville Acılık İndeksi</b>	Gruplar Arasında	24	2462853.000	0.000
	Gruplar İçerisinde	25	580225.000	
	Toplam	49	3043078.000	

#### 4.3.6. Ürün Verimi

Yüksek ürün verimi, sprey soğutma yönteminin avantajlarından biri olup, literatürde besleme dispersiyonunun atomizasyonu sonucu elde edilen ürün verimi değerleri % 75'in üzerinde olduğu belirtilmiştir (Ilic vd., 2009; Maschke vd., 2007; Passerini vd., 2012).

Farklı protein ve farklı stabilizatörler kullanılarak hazırlanan denemeler (14. Deneme hariç), sprey soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartiküllerinin ürün verimi literatürdeki verilerle uyumlu bulunmuş olup, kapsaisinin kapsülleme formunun (tek veya çift katmanlı) ürün verimi sonuçlarını belirgin bir şekilde etkilemediği ve ürün verim değerlerinin %65-86 aralığında değiştiği saptanmıştır (Şekil 4.14). Sadece peynir altı suyu proteini bulunan emülsiyonların (SL-WPI, PS20-WPI, PGPR-WPI) atomizasyonu ile elde edilen ürün veriminin, diğer denemelere kıyasla daha yüksek ürün verimine sahip olduğu belirlenmiştir. Stabilizatörün soya olduğu durumda Na-kazeinat ile hazırlanan emülsiyonların atomizasyonu sonucu daha düşük ürün verimi değerleri gözlenirken, bu durumun Na-kazeinatın viskoelastik özelliklerden ve yüksek jelleşme gücünden kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Ayrıca Na-Cas yapışkan yapısı nedeni ile sprey soğutma ekipmanındaki soğutma bölümüne yapışmakta ve bu durum ürün verimini düşürmektedir (Chen vd., 1999; Chen vd., 2000).



Şekil4.14. Denemelere ait % ürün verimi sütun grafiği.

## 5. SONUÇ

Bu çalışmada, farklı kaplama materyallerinin sprey soğutma yöntemi ile gerçekleştirilen kapsaisin mikroenkapsülasyonu üzerine etkisinin incelenmesi amacıyla, protein olarak jelatin, Na-kazeinat, peynir altı suyu protein izolatu; stabilizatör olarak ise soya lesitini, polisorbata 20 ve poligliserol polirisinolat denenmiştir. Kapsaisin emülsiyonu hazırlanırken; kullanılan proteinler her bir stabilizatör için tekli, ikili, üçlü kombinasyonlar halinde denenmiş olup, literatürde kapsaisin mikroenkapsülasyonuna rastlanılmamasına rağmen tek ve çift kaplamalı kapsaisin mikropartiküllerinin karşılaştırılması amacı ile protein ve stabilizatör olmaksızın kontrol denemeleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar aşağıdaki şekilde özetlenebilir;

- Kapsaisin emülsiyonları incelendiğinde; kinetik stabilite sonuçlarına göre en stabil emülsiyonun jelatin ile hazırlanan olduğu, Na-Kazeinat ve peynir altı suyu protein izolatının emülsiyonlara eklenmesi, kinetik stabilitede bir azalmaya neden olduğu belirlenmiştir. Emülsiyonların santrifüj stabilite analiz sonuçları incelendiğinde ise peynir altı suyu proteini ve jelatin ile hazırlanan emülsiyonların en yüksek stabilite değerine sahip olduğu saptanmıştır. Kontrol denemelerinin dispersiyon yapıda olmaları nedeni ile stabilite analizleri gerçekleştirilememiştir.
- Her bir denemenin emülsiyon görüntüleri incelendiğinde; denemelerin emülsiyon damlacık boyutlarının, enkapsülasyon etkinliğiyle ilişkili olduğu belirlenmiştir. %99.73 ile en yüksek mikroenkapsülasyon etkinliğine sahip SL/WPI içeren denemenin emülsiyon damlacık boyutlarının; %82.23 ile en düşük mikroenkapsülasyon etkinliğine sahip PGPR/G içeren denemenin emülsiyon damlacık boyutlarına kıyasla daha küçük olduğu gözlemlenmiştir. Tek protein içeren emülsiyonlarda sırasıyla damlacık büyüklüğü artan emülsiyonlar WPI, jelatin, Na-kazeinat içeren emülsiyonlar şeklinde olup; 0. ve 15. dakika emülsiyon partikül yapıları incelendiğinde en küçük partikül yapısının stabilizatör olarak soya lesitinin kullanıldığı emülsiyonlar olduğu anlaşılmıştır.
- Hazırlanan emülsiyonlarda 0.13 Pa·s ile en düşük kıvam katsayısı değeri G/Na-Cas/PS20 içeren 11. deneme olup; 0.66 Pa·s ile en yüksek kıvam

katsayısı değeri G/Na-Cas/WPI/PGPR içeren 21. denemeye aittir. Protein içermeyen kontrol denemelerinin kıvam katsayı değerleri, protein içeren çift tabakalı denemelere kıyasla daha düşüktür.

- Sprey soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartiküllerine ait nem ve su aktivitesi değerleri incelendiğinde, ilk 21 denemenin nem içeriği değerlerinin %5.08-5.13 arasında değiştiği; protein olmaksızın ve sadece palm yağı ile hazırlanan tek tabakalı denemelerde ise su bulunmaması nedeni ile beklenildiği üzere nem miktarı gözlemlenmemiştir.
- Kapsaisin tozlarının su aktivitesi değerleri incelendiğinde, stabilizatörlerin bir etkisinin olmadığı; protein tipleri ve kombinasyonlarının değişmesi ile tüm emülsiyonlarda su bağlama oranının farklı olmasına bağlı olarak su aktivitesi değerlerinde farklılığın olduğu belirlenmiştir. Na-Kazeinat kapsaisin mikropartiküllerinin su aktivitesi değerini artırırken; WPI proteininin kapsaisin mikropartiküllerinin su aktivitesi değerini düşürmektedir. Tek tabakalı mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının emülsiyon aşamalarında su ilave edilmemesi nedeni ile beklenildiği üzere su aktivitesi değerleri 0.00 olarak belirlenmiştir.
- Soğutma havasının sabit sıcaklıkta tutulması nedeni ile sprej soğutma yöntemi ile elde edilen kapsaisin mikropartiküllerine ait termal erime davranışı analizlerinin sonuçları incelendiğinde, G/SL ve G/Na-Cas/WPI/SL içeren denemeler hariç soya lesitininin stabilizatör olarak kullanıldığı denemelerden elde edilen mikropartiküllerin erime sıcaklığının, diğer stabilizatörleri içeren mikropartiküllere kıyasla daha yüksek olduğu saptanmıştır.
- Tek başına jelatin içeren kapsaisin tozlarının partikül yoğunluğu değerlerinin, denemelerden elde edilen tozların ortalama partikül yoğunluğu değerinin üzerinde olduğu gözlenir iken; tek ve farklı kombinasyonlar halinde eklenen WPI ve/veya jelatin proteinlerinin, partikül yoğunluğunu düşürdüğü gözlemlenmiştir.
- Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının ortalama hacimsel boyutları incelendiğinde, en düşük  $D_{[4,3]}$  değerleri 64.46  $\mu\text{m}$  ile WPI/SL içeren

denemelerden elde edilmiş olup, tozların  $D_{[4,3]}$  değerlerinin içerisinde bulunan stabilizatörlere bağlı olarak farklılık gösterdiği belirlenmiştir. Stabilizatör olarak soya lesitini içeren denemeler diğer denemelere kıyasla daha düşük  $D_{[4,3]}$  değerine sahip iken; 5. deneme hariç polisorbit 20 içeren tozların daha yüksek  $D_{[4,3]}$  değerlerine sahip olduğu saptanmıştır. Protein içeren denemeler içermeyenlere kıyasla daha homojen bir dağılıma sahiptir. Elde edilen tozlar genel olarak unimodal bir dağılıma sahiptir. Ayrıca Na-Cas içeren tozlar ile içermeyen kapsaisin tozları karşılaştırıldığında Na-Cas'tın homojenliği olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir.

- Çift tabakalı mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının SEM görüntüleri incelendiğinde; polisorbit 20 veya poligliserol polirisinolat ile hazırlanan denemelerin genel profilinin çatlak/parçalı bir yapıya sahip oldukları gözlemlenmekte ve poligliserol polirisinolat ile hazırlanan partiküllerin birleşerek, küresel yapılarında sapmaların meydana geldiği gözlemlenmektedir. Ayrıca tek tabakalı mikropartiküllerin, çift tabakalı mikropartiküllere kıyasla kümeleşip, topaklanmaya daha meyilli olduğu belirlenmiştir.
- Kapsaisin tozlarının yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu arasındaki yüksek farklılık, ürünün akabilirliğinin kötü olduğunu ve topaklanmanın yüksek olduğunu göstermiştir. Soya lesitini içeren denemelerin CI değerleri diğer stabilizatörler ile hazırlanan kapsaisin tozlarından daha yüksek olması nedeni ile kötü bir akabilirliğe sahiptir.
- Mikroenkapsüle kapsaisin tozlarının mikroenkapsülasyon etkinliği değerleri incelendiğinde; yüksek mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerinin, stabilizatör olarak soya lesitinin kullanıldığı denemelere ait olduğu; düşük mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerinin ise ağırlıklı olarak PGPR ve polisorbit 20 içeren denemeler olduğu belirlenmiştir. Ayrıca stabilizatör olarak soya veya polisorbit 20 kullanılan denemelerde en yüksek mikroenkapsülasyon etkiliği sırasıyla; WPI; jelatin; Na-kazeinat içeren denemeler iken; stabilizatör olarak PGPR'nin kullanıldığı durumda ise mikroenkapsülasyon etkinliği değerlerindeki değişim Na-kazeinat, WPI, jelatin şeklindedir. WPI tek başına incelendiğinde hazırlanan



emülsiyondaki konsantrasyonu arttıkça mikroenkapsülasyon etkinliği değerini de arttırmaktadır.

- Toplam kapsaisin miktarları incelendiğinde, tüm örneklerde toplam kapsaisin miktarının ortalama olarak %4.214 kayıpla geri kazanılabildiği belirlenmiştir.
- Scoville acılık indeksi sonuçları incelendiğinde, 50,000 Scoville acılık indeksine sahip kapsaisin, sprey soğutma yöntemi ile kapsüllenerek acılık indeksi yaklaşık olarak 13.942 kat azaltılmış olup; yüzey kapsaisin miktarının artmasına bağlı olarak Scoville acılık indeksinin de arttığı gözlemlenmiştir.
- Kapsaisinin tek ve çift tabakalı formda mikroenkapsüle edilmesi ürün verimi sonuçlarını belirgin bir şekilde etkilememiştir. Ürün verimi değerleri % 65-86 aralığında değiştiği ve sadece peynir altı suyu proteini ile hazırlanan emülsiyonların atomizasyonu ile elde edilen ürün veriminin, diğer denemelere kıyasla daha yüksek olduğu saptanmıştır.
- Hazırlanan denemelerin emülsiyon stabilite analizleri (kinetik ve santrifüj stabilitesi) ve elde edilen mikro partiküllerin mikroenkapsülasyon etkinliği başta olmak üzere toz ürün analiz sonuçları incelendiğinde; proteinlerden peynir altı suyu proteini, stabilizatörlerden ise soya lesitininin diğer protein ve stabilizatörlere nazaran daha başarılı olduğu, kapsaisin mikroenkapsülasyonunda seçilen bu protein ve stabilizatörün beraber kullanılması durumunda yakıcı özelliğe sahip kapsaisinin, acılığının baskılandığı tespit edilmiştir.

Çalışma sonucunda elde edilen veriler, gelecekte yapılacak olan benzer çalışmalara ışık tutacak nitelikte olup; yakıcılığı nedeni ile acı kırmızıbiber ve ürünlerini tüketemeyen tüketicilerin kapsaisinden yararlanabilmesi için, kapsaisin yakıcılık hissini baskılanarak alternatif ürünlerin üretimine katkı sağlayacağı öngörülmektedir.

## KAYNAKÇA

Akbaş, E. 2016. Kapsaisin Yüklü Nanoemulsiyonların Tasarlanması Ve Karakterizasyonu. Orta Doğu Teknik Üniversitesi Doğal Ve Uygulamalı Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara.

Al Othman, Z.A., Ahmed, Y.B.H., Habila, M.A., Ghafar, A.A. 2011. Determination of Capsaicin and Dihydrocapsaicin in Capsicum Fruit Samples using High Performance Liquid Chromatography. **Molecules**, 16: 8919-8929.

Albertini, B., Passerini, N., Di Sabatino, M., Vitali, B., Brigidi, P., Rodriguez, L. 2009. Polymer–lipid based mucoadhesive microspheres prepared by spray-congealing for the vaginal delivery of econazole nitrate. **European Journal of Pharmaceutical Sciences**, 36(4): 591–601.

Alting, A.C., Hamer, R.J., Kruif de, C.G., Vissschers, R.W. 2000. Formation of disulphide bonds in acid induced gels of pre-heated whey protein isolate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 48: 5001.

Altuntaş, Ö.Y. 2016. Encapsulation of Vitamin B1 Using Double Emulsion Method. Orta Doğu Teknik Üniversitesi Doğal ve Uygulamalı Bilimler Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara.

Alvim, I.D., Stein, M.A., Koury, I.P., Balardin, F., Dantas, H. & Cruz, C.V. 2016. Comparison between the spray drying and spray chilling microparticles contain ascorbic acid in a baked product application. **LWT-Food Science and Technology**, 65: 689-694.

Anandakumar, P., Kamaraj, S., Jagan, S., Ramakrishnan, G., Asokkumar, S., Naveenkumar, C., Raghunandhakumar, S. and Devaki, T. 2012. Capsaicin inhibits benzo(a)pyrene-induced lung carcinogenesis in an in vivo mouse model. **Inflammation Research**, 61: 1169–1175.

Anwar, S.H., Weissbrodt, J., Kunz, B. 2010. Microencapsulation of Fish Oil by Spray Granulation and Fluid Bed Film Coating. **Journal of Food Science**, 75: 359-371.

Appelqvist, I.A.M., Golding, M., Vreeker, R., Zuidam, N.J. 2007. Emulsions as delivery systems in foods. *Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems* (In:Lakkis, J.M., Ed.), Blackwell Publishing, pp. 41–81.

Asnin, L., Park, S. W. 2013. Isolation and analysis of bioactive compounds in Capsicum peppers. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 8398: 37–41.

Bailey, A.E. 1952. *Melting and Solidification of Fats*. Interscience Publishers, New York.

Baldasso, C., Barros, T., Tessaro, I. 2011. Concentration and purification of whey 492 proteins by ultrafiltration. **Desalination**, 278: 381-386.

Baldwin, E.A., Nisperos, M.O., Hagenmaier, R.D., and Baker, R.A. 1997. Use of lipid in coatings for food product. **Food Technology**, 54(6): 56–64.

Banford, H.F., Gardiner, K.J., Howat, G.R., Thomson, A.F. 1970. The use of polyglycerol polyricinoleate in chocolate. **Confectionery Production**, 36: 359-365.

Barbosa-Canovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H. 2005. *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.

Bhandari, B.R., D'Arcy, B.R. and Padukka, I. 1999. Encapsulation of lemon oil by paste method using  $\beta$ -cyclodextrin: Encapsulation efficiency and profile of oil volatiles. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 47:5194-5197.

Bourne, N., Bernstein, D.I., Stanberry, L.R. 1999. Civamide (cis-capsaicin) for treatment of primary or recurrent experimental genital herpes. **Antimicrobial Agents and Chemotherapy**, 43(11): 2685- 2688.

Brake, N.C. and Fennema, O.R. 1993. Edible coatings to inhibit lipid migration in confectionary product. **Journal of Food Science**, 58(6): 1422–1425.

Buckton, G., Darcy, P. 1995. The influence of additives on the recrystallisation of amorphous spray dried lactose. **International Journal of Pharmaceutics**, 121: 81–87.

Byun, Y., Kim, Y.T., Desai, K.G.H., Park, H.J. 2010. Microencapsulation techniques for food flavour. *The chemistry and biology of volatiles* (Herrmann, A., Ed.), Nova Jersey: John Wiley & Sons, Ltd., pp. 307-332, Switzerland.

Carr, R.L., 1965. Evaluating flow properties of solids. **Chemical Engineering**, 72: 163–168.

Cavallari, C., Rodriguez, L., Albertini, B., Passerini, N., Rosetti, F., Fini, A. 2005. Thermal and fractal analysis of diclofenac/Gelucire 50/13 microparticles obtained by ultrasound-assisted atomization. **Journal of Pharmaceuticals Sciences**, 94: 1124–1134.

Champagne, C.P., Fustier, P. 2007. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. **Current Opinion in Biotechnology**, 18: 184-190.

Chen, J., Dickinson, E. 2000. On the temperature reversibility of the viscoelasticity of acid-induced sodium caseinate emulsion gels. **International Dairy Journal**, 10: 541-549.

Chen, J., Dickinson, E., Edwards, M. 1999. Rheology of acid-induced sodium caseinate stabilized emulsion gels. **Journal of Texture Studies**, 30: 377-396.

Cho, Y. H., Park, J. 2003. Evaluation of process parameters in the O/W/O multiple emulsion method for flavor encapsulation. **Journal of Food Science**, 68(2): 534-538.

Cho, Y.H., Park, J., 2002. Characteristics of doubleencapsulated flavor powder prepared by secondary fat coating process. **Journal of Food Science**, 67(3): 968-972.

Choi, M.J., Kwak, H.S. 2014. Advanced Approaches of Nano- and Microencapsulation for Food Ingredients. *Nano- and Microencapsulation for Foods* (Kwak, H.S., Ed.), Wiley Blackwell, pp. 95-116, South Korea.

Chung, C., Sanguansri, L. and Augustin, M. A. 2011. In vitro lipolysis of fish oil microcapsules containing protein and resistant starch. **Food Chemistry**, 124: 1480–1489.

Cichewicz, R. H., Thorpe, P.A. 1996. The antimicrobial properties of chile peppers ( *Capsicum* species ) and their uses in Mayan medicine. **Journal of Etnopharmacology**, 52: 61–70.

Consoli, L., Grimaldi, R., Sartori, T., Menegalli, F.C., Hubinger, M.D. 2016. Gallic acid microparticles produced by spray chilling technique: Production and characterization. **LWT-Food Science and Technology**, 65: 79-87.

Cordeiro P, Temtem M, Winters C. 2013. Spray congealing: Applications in the Pharmaceutical Industry. **Chimica Oggi-Chemistry Today**, 31(5): 69–73.

Çelebi, N., Acartürk, F., Ağabeyoğlu, İ., Doğanay, T., Değim, T., Takka, S., Değim, Z., Tırnaksız, F. 2009. Modern Farnosatik Teknoloji. **Türk Eczacıları Birliği Eczacılık Akademisi**, Ankara.

Dalgleish, D.G. 1998. Casein micelles as colloids. Surface structures and stabilities. **Journal of Dairy Science**, 81(11): 3013.

de Lara Pedroso, D., Thomazini, M., Heinemann, R.J.B., Favaro-Trindade, C.S. 2012. Protection of *Bifidobacterium lactis* and *Lactobacillus acidophilus* by microencapsulation using spray-chilling. **International Dairy Journal**, 26(2): 127-132.

Deal, C. L. 1991. Effect of topical capsaicin: A double blind trial. **Clinical Therapeutics**, 13: 383–395.

Derry, S., Lloyd, R., Moore, R.A., McQuay, H.J. 2009. Topical capsaicin for chronic neuropathic pain in adults (Review). **Cochrane Database of Systematic Reviews** , 7(4): Art. No. CD007393.

Desai, K.G.H., Park H.J. 2005. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. **Drying Technology**, 23: 1361-1394.

Dian, N.L.H.M., Sudin, N., Yusoff, M.S.A. 1996. Characteristics of microencapsulated palm-based oil as affected by type of wall material. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, 70: 422–426.

Dickinson E., 1992. Introduction to Food Colloids. Oxford: Oxford University Press.

Dickinson E., 1993. Protein–polysaccharide interactions in food colloids. *Food Colloids and Polymers: Stability and Mechanical Properties* (Dickinson E., Walstra P., Eds.), Cambridge: Royal Society of Chemistry, pp. 77-93.

Dickinson, E. 2001. Milk protein interfacial layers and relationship to emulsion stability and reology. **Colloids and Surface B: Biointerfaces**, 20(3): 197.

Dickinson, E., McClements, D.J. 1996. *Advances in Food Colloids*. Glasgow, U.K.: Blackie Academic and Professional.

Dima, C., Coman, G., Cotarlet, M., Alexe, P., Dima, Ş. 2013. Antioxidant and antibacterial properties of capsaicine microemulsions. **6<sup>th</sup> International Symposium Euro-Aliment**, 37(1): 39–49.

Dixit, M., Kini, A., Kulkarni, P. 2010. Preparation and characterization of microparticles of piroxicam by spray drying and spray chilling methods. **Research in Pharmaceutical Sciences**, 5(2): 89–97.

Djordjevic,V., Levic,S., Koupantsis,T., Mantzouridou,F., Paraskevopoulou, A., Nedovic,V., Bugarski, B. 2016. Melt-Dispersion Technique for Encapsulation. *Handbook of Encapsulation and Controlled Release* (Mishra, M., Ed.). CRC Press, pp. 468-487, Boca Raton.

Dong, M.W. 2000. How hot is that pepper? Quantifying capsaicinoids with chromatography. **Today's Chemist at Work**, 9: 17–20.

Drusch, S., Serfert, Y., Berger, A., Shaikh, M.Q., Ratzke, K., Zaporojtchenko, V., Schwarz, K. 2012. New insights into the microencapsulation properties of sodiumcaseinate and hydrolyzed casein. **Food Hydrocolloids**, 27: 332–338.

Edris, A., Bergnstahl, B. 2001. Encapsulation of orange oil in a spray dried double emulsion. **Food/Nahrung**, 45(2): 133-137.

Fang, N., Yu, S., Badger, T.M. 2004. Comprehensive phytochemical profile of soy protein isolate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 52(12): 4012-4020.

Fang, Y., Dalgleish, D.G. 1993. Casein adsorption on the surfaces of oil-in-water emulsions modified by lecithin. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, 1: 357-364.

Favaro-Trindade, C.S., Okuro, P.K., de Matos Jr., F.E. 2016. Encapsulation via Spray Chilling/Cooling/Congeeing. Handbook of Encapsulation and Controlled Release (Mishra, M., Ed.). CRC Press, pp. 71-88, Boca Raton.

Fernandes, R.V.B., Marques, G.R., Borges, S.V., Botrel, D.A. 2014. Effect of solids content and oil load on the microencapsulation process of rosemary essential oil. **Industrial Crops and Products**, 58: 173-181.

Food and Drug Administration (FDA). 2006. GRAS Notice No. GRN 000179. CFSAN/Office of Food Additive Safety.

Frischkorn, C.G., Frischkorn, H.E., Carrazzoni, E. 1978. Cercaricidal activity of some essential oils of plants from Brazil. **Naturwissenschaften**, 65: 480-483.

Gadkari, P. V., Balaraman, M. 2015. Catechins: Sources, extraction and encapsulation: A review. **Food and Bioproducts Processing**, 93: 122-138.

Gamboa, O.D., Gonçalves, L.G. & Grosso, F.C. 2011. Microencapsulation of tocopherols in lipid matrix by spray chilling method. **Procedia Food Science**, 1: 1732-1739.

Gareth Leach, G. 1998. Production of a carotenoid-rich product by alginate entrapment and fluid bed drying of dumalielle salina. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, 76: 298-302.

Garti, N. 1997. Progress in stabilization and transport phenomena of double emulsions in food applications. **LWT-Food Science and Technology**, 30(3): 222-235.

Garti, N. 2002. Food Emulsifiers. Physical Properties of Lipids, CRC Press.

Garti, N., Aserin, A. 1996. Double emulsions stabilized by macromolecules surfactants. **Advances in Colloid and Interface Science**, 65(0): 37-69.

Garti, N., Benichou, A. 2004. Recent developments in double emulsions for food applications. In *Food Emulsions* (Friberg, S.E., Larsson K., Sjoblom, J. Eds.), New York: Marcel Dekker.

Garti, N., Bisperink, C., 1998. Double emulsions: progress and applications. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, 3: 657-667.

Garti, N., McClements, D.J. 2012. Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals. Elsevier.

Gavory, C., Abderrahmen, R., Bordes, C., Chaussy, D., Belgacem, M.N., Fessi, H., and S. Briançon. 2014. Encapsulation of a pressure sensitive adhesive by spray-cooling: Optimum formulation and processing conditions. **Advanced Powder Technology**, 25: 292–300.

Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, 40: 1107–1121.

Gharsallaoui, A., Saurel, R., Chambin, O., Cases, E., Voilley, A., Cayot, P. 2010. Utilisation of pectin coating to enhance spray-dry stability of pea protein-stabilised oil-in-water emulsions. **Food Chemistry**, 122: 447–454.

Ghosh, S. K. 2006. Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective. *Functional Coatings by Polymer Microencapsulation*, Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., pp. 1-29.

Goubault, C., Pays, K., Olea, D., Gorria, P., Bibette, J., Schmitt, V. 2001. Shear rupturing of complex fluids: application to the preparation of quasi-monodisperse water-in-oil-in-water double emulsions. **Langmuir**, 17: 5184-5188.

Guilbert, S., Gontard, N. 1994. Prolongation of the shelf-life of perishable food product using biodegradable films and coatings. **LWT- Food Science and Technology**, 29: 10–17.

Gupta, S.S. and Ghosh, M. 2012. In vitro study of anti-oxidative effects of b-carotene and a-lipoic acid for nanocapsulated lipids. **LWT- Food Science and Technology**, 49: 131–138.



Güngör Ö., 2013. Zeytinyağının püskürtmeli kurutma yöntemi ile mikroenkapsülasyonunun d-optimal dizayn ile optimizasyonu. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir.

Güngör, Ö., Zungur, A., Koç, M. & Kaymak Ertekin, F. 2013. Emülsiyonların özellikleri ve emülsifikasyon koşullarının aroma ve yağların mikroenkapsülasyonu üzerine etkisi. **Akademik Gıda**, 11: 116-124.

Hayman, M., Kam, P.C.A. 2008. Capsaicin: A review of its pharmacology and clinical applications. **Current Anaesthesia & Critical Care**, 19: 338–343.

Hernandez, E. 1994. Edible Coatings from Lipids & Resins. Chapter 10: 279- in Edible Coatings & Films to improve Food Quality (J. Krochta, E.A. Baldwin and M.O. Nisperos-Carriedo, Eds.), Technomic Publishing “Co., Lancaster, Basel., pp. 279–303.

Hoeller, S., Sperger, A.,Valenta, C. 2009. Lecithin based nanoemulsions: A comparative study of the influence of non-ionic surfactants and the cationic phytosphingosine on physicochemical behaviour and skin permeation. **International Journal of Pharmaceutics**, 370(1-2): 181–6. <http://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2008.11.014>.

Hogan, S.A., McNamee, B.F., O’Riordan, E.D. and O’Sullivan, M. 2001. Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends, **International Dairy Journal**, 11:137–144.

Hu, M., McClements, D.J., Decker, E.A. 2003. Lipid oxidation in corn oil-in-water emulsions stabilized by casein, whey protein isolate and soy protein isolate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 51: 1696–1700.

Hussain, R., Gaiani, C., Aberkane, L., Ghanbaja, J., Scher, J. 2011. Multiscale characterization of casein micelles under NaCl range conditions. **Food Biophysics**, 6: 503-511.

Ilic, I., Dreua, R., Burjakb, M., Homarb, M., Kerca, J., Srcica, S. 2009. Microparticle size control and glimepiride microencapsulation using spray and processing conditions. **Advanced Powder Technology**, 25(1): 292–300.

İtik, N. 2011. Kapsaisin'in Hücre Öldürücü Etkisinin Araştırılması. Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kars.

Jafari, S.M., Assadpoor, E., He, Y., Bhandari, B. 2008. Encapsulation efficiency of food flavors and oils during spray drying. **Drying Technology**, 26: 816–835.

Jimenez, M., Garcia, H.S., Beristain, C.I., 2010. Effect of water activity on physical properties of conjugated linoleic acid (CLA) microcapsules. **Journal of Food Process Engineering**, 33(3): 434-447.

Joe, B., Lokesh, B.R. 1997. Prophylactic and therapeutic effects of n-3 PUFA, capsaicin & curcumin on adjuvant induced arthritis in rats. **The Journal of Nutritional Biochemistry**, 8: 397–407.

John, P.M., Becker, C.H. 1968. Surfactant effects on spray-congealed formulations of sulfaethylthiadiazolewax. **Journal of Pharmaceutical Sciences**, 57(4): 584–589.

Jozwiakowski, M.J., Franz, R.M., Jones, D.M. 1990. Characterisation of hot-melt fluid bed coating process for fine granules. **Pharmaceutical**, 7(11): 3–10.

Ju, Z.Y. Hettiarachchy, N., Kilara, A. 1999. Thermal properties of whey protein aggregates. **Journal of Dairy Science**, 82: 1882-1889.

Karlene, M. and Derick, R. (2006). Emulsions for the delivery of nutraceutical lipids. *Nutraceutical and Specialty Lipids and their Co-Products*. CRC Press, pp. 281-300.

Kawada, T., Hagihara, K., Iwai, K. 1986. Effects of capsaicin on lipid metabolism in rats fed a high fat diet. **The Journal of Nutrition**, 116: 1272-1278.

Kebyon, M.N. 1995. Modified starch, maltodextrin, and corn syrup solids as wall materials for food encapsulation. In *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients* (Risch, S.J., Reinneccius, G.A., Eds.), American Chemical Society, pp. 42-50, Washington.

Kentepozidou, A., Kiparissides, C. 1995. Production of water-containing polymer microcapsules by the complex emulsion/solvent evaporation technique. Effect of

process variables on the microcapsule size distribution. **Journal of Microencapsulation**, 12(6): 627–638.

Keogh, M.K. and O’Kennedy, B.T. 1999. Milk fat microencapsulation using whey proteins. **International Dairy Journal**, 9: 657–663.

Kester, J.J., Fennema, O. 1989. Resistance of lipid films to water vapor transmission. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, 66: 1139–1146.

Kinsella, J.E., Morr, C.V. 1984. Milk proteins: physicochemical and functional properties. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 21(3): 197-262.

Kocabıyık, F. 2014. The Effect of Microencapsulation of Pistachio Nut (*Pistachio Vera L.*) Oil on Its Physical Properties. Gaziantep Üniversitesi Doğal ve Uygulamalı Bilimler Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep.

Koç, M. 2011. Pastörize Sıvı Yumurta'nın Püskürtmeli Kurutma Yöntemi ile Optimum Kurutma Koşullarının Belirlenmesi ve Mikroenkapsülasyonu. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir.

Koç, M., Sakin, M., Ertekin, F. 2010. Mikroenkapsülasyon ve gıda teknolojisinde kullanımı. **Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi**, 16: 77-86.

Korel, F., Bağdatlıoğlu, N., Balaban, M.Ö., Hışıl, Y. 2002. Ground red peppers: Capsaicinoids content, Scoville scores and discrimination by an electronic nose. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 50: 3257-3261.

Kralova, I., Sjöblom, J. 2009. Surfactants Used in Food Industry: A Review. **Journal of Dispersion Science and Technology**, 30: 1363–1383.

Krebs, M.R.H., Devlin, G.R., Donald, A.M. 2007. Protein particulates: Another generic form of protein aggregation. **Biophysical Journal**, 92(4): 1336-1342.

Kumar, R., Kumar, M.S., Mahadevan, N. 2012. Multiple emulsions: a review. **International Journal of Recent Advances in Pharmaceutical Research**, 2(1): 9-19.

Labuza, T., Shafiur Rahman, M. 2007. Water activity and food preservation, Handbook of food preservation, second ed. CRC Press, New York.

Lakkis, J.M. 2007. Introduction. Encapsulation and Controlled Release: Technologies in Food Systems (Lakkis, J.M., Eds. ), Blackwell Publishing, pp. 1-13. USA.

Laleye, L.C., Jobe, B., Wasesa, A.A. 2008. Comparative study on heat stability and functionality of camel and bovine milk whey proteins. **Journal of Dairy Science**, 91(12).

Lamb, R. 1987. Spray chilling. **Food Flavor Ingredients Packaging and Processing**, 9(12): 39-42.

Lamba, H., Sathish, K., Sabikhi, L. 2015. Double emulsions: Emerging delivery system for plant bioactives. **Food and Bioprocess Technology**, 8(4): 709-728.

Lee, S.H., Krisanapun, C., Baek, S.J. 2010. NSAID-activated gene-1 as a molecular target for capsaicin-induced apoptosis through a novel molecular mechanism involving GSK3beta, C/EBPbeta and ATF3. **Carcinogenesis**, 31: 719-728.

Liu, T.T., Yang, T.S. 2011. Optimization of emulsification and microencapsulation of evening primrose oil and its oxidative stability during storage by response surface methodology. **Journal of Food Quality**, 34: 64-73.

Ljungdahl, A., Kristensson, K., Lundberg, J. M., Lycke, E., Svennerholm, B., Ziegler, R. 1986. Herpes simplex virus infection in capsaicin-treated mice. **Journal of the Neurological Sciences**, 72: 223.

Lopes, J. D., Grosso, C. R. F., de Andrade Calligaris, G., Cardoso, L. P., Basso, R. C., Ribeiro, A. P. B., Efraim, P. 2015. Solid lipid microparticles of hardfats produced by spray cooling as promising crystallization modifiers in lipid systems. **European Journal of Lipid Science and Technology**, 117(11): 1733-1744.

López-Carrillo, L., López-Cervantes, M., Robles-Díaz, G., Ramírez-Espitia, A., Mohar-Betancourt, A., Meneses-García, A. 2003. Capsaicin consumption, Helicobacter pylori positivity and gastric cancer in Mexico. **International Journal of Cancer**, 106: 277-282.

Mahdavee Khazaei, K., Jafari, S. M., Ghorbani, M., Hemmati Kakhki, A. 2014. Application of maltodextrin and gum Arabic in microencapsulation of saffron petal's anthocyanins and evaluating their storage stability and color. **Carbohydrate Polymers**, 105: 57-62.

Mahdavi, S.A., Jafari, S.M., Assadpoor, E., Dehnad, D. 2016. Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. **International Journal of Biological Macromolecules**, 85: 379-385.

Martins, I.M., Barreiro, M.F., Coelho, M., Rodrigues, A.E. 2014. Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic applications. **Chemical Engineering Journal**, 245: 191–200.

Martins, R.M., Siqueira, S., Freitas, A.P. 2012. Spray congealing of pharmaceuticals: Study on production of solid dispersions using Box-Behnken Design. **Drying Technology**, 30: 935-945.

Martins, R.M., Siqueira, S., Machado, M.O., Freitas, A.P. 2013. The effect of homogenization method on the properties of carbamazepine microparticles prepared by spray congealing. **Journal of Microencapsulation**, 30(7): 692-700.

Maschke, A., Becker, C., Eyrich, D., Kiermaier, J., Blunk, T., Gopferich, A. 2007. Development of a spray congealing process for the preparation of insulin-loaded lipid microparticles and characterization thereof. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, 65: 175–187.

Matos-Jr, F.E., Comunian, T.A., Thomazini, M. & Favaro-Trindade, C.S. 2017. Effect of feed preparation on the properties and stability of ascorbic acid microparticles produced by spray chilling. **LWT-Food Science and Technology**, 75: 251-260.

Matos-Jr, F.E., Di Sabatino, M., Passerini, N., Favaro-Trindade, C.S., Albertini, B. 2015. Development and characterization of solid lipid microparticles loaded with ascorbic acid and produced by spray congealing. **Food Research International**, 67: 52-59.

McCarthy, G.M., McCarthy, D.J. 1991. Effect of topical capsaicin in the therapy of painful osteoarthritis of the hand. **The Journal of Rheumatology**, 19: 604–607.

McClements, D.J. 2016. Food Emulsions; Principles, Practice, and Techniques. 3th Ed, CRC Press.

McClements, D.J., 2012. Requirements for food ingredient and nutraceutical delivery systems. In: Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals, Woodhead Publishing, pp. 3-18, UK.

Minemoto, Y., Hakamata, K., Adachi, S., Matsuno, R. 2002. Oxidation of linoleic acid encapsulated with gum arabic or maltodextrin by spray-drying. **Journal of Microencapsulation**, 19: 181–189.

Minifie, B.W. 1989. Chocolate, cocoa and confectionery Science and technology. Aspen Publisher, pp. 892. Maryland.

Molina-torres, J., Garci, A., Rami, E. 1999. Antimicrobial properties of alkamides present in flavouring plants traditionally used in Mesoamerica : affinin and capsaicin. **Journal of Ethnopharmacology**, 64: 241–248.

Mori, A., Lehmann, S., O’Kelly, J., Kumagai, T., Desmond, J. C., Pervan, M. 2006. Capsaicin, a component of red peppers, inhibits the growth of androgen-independent, p53 mutant prostate cancer cells. **Cancer Research**, 66: 3222–3229.

Myers, D. 2006. Surfactant Science And Technology. John Wiley & Sons, New Jersey.

Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., Bugarski, B. 2011. An overview of encapsulation technologies for food applications. **Procedia Food Science**, 1:1806-1815.

Nelson, E. K., Dawson, L. E. 1923. The constitution of capsacin, the pungent principle of capsicum. **Journal of American Chemical Society**, 451919: 2179–2181, Eriřim: [<http://doi.org/doi:10.1021/ja02228a011>]

O’Brien, R.D. 2004. FATS and OILS Formulating and Processing for Applications ( O’Brien, R.D., Ed.), CRC Press, USA.

O’Dwyer, S. P., O’Beirne, D., Eidhin, D. N., Hennessy, A. A., O’Kennedy, B. T. 2013. Formation, rheology and susceptibility to lipid oxidation of multiple

emulsions (O/W/O) in table spreads containing omega-3 rich oils. **LWT-Food Science and Technology**, 51(2): 484-491.

Okuro, P. K., Thomazini, M., Balieiro, J. C. C., Liberal, R. D. C. O., Favaro-Trindade, C. D. 2013a. Co- encapsulation of *Lactobacillus acidophilus* with inulin or polydextrose in solid lipid microparticles provides protection and improved stability. **Food Research International**, 53: 96-103.

Okuro, P.K., de Matos Jr., F.E., Favaro-Trindade, C.S. 2013b. Technological Challenges for Spray Chilling Encapsulation of Functional Food Ingredients. **Food Technology and Biotechnology**, 51(2): 171-182.

Okuyama, K., Kousaka, Y., 1991. Particle density. In *Powder Technology Handbook* (Iinoya, K., Gotoh, K., Higashitani, K., Eds.), Marcel Dekker, New York.

Oxley, JD. 2012. Spray cooling and spray chilling for food ingredient and nutraceutical encapsulation. *Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals* (Garti, N. ve Julian McClements, D., Eds. ), Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition, pp. 110-130, New Delhi.

Ozturk, I., Sagdic, O., Tornuk, F., Yetim, H. 2014. Effect of wheat sprout powder incorporation on lipid oxidation and physicochemical properties of beef patties. **International Journal of Food Science & Technology**, 49(4): 1112–1121.

Parish, E.F., Boos, T.L., Li, S. 2002. *The Chemistry of Waxes and Sterols. Food Lipids Chemistry Nutrition and Biotechnology Second Edition* (Akoh, C.C., Min, D.M. Eds.), Marcel Dekker Inc., New York.

Park, J.S., Choi, M.A., Kim, B.S., Han, I.S., Kurata, T., Yu, R. 2000. Capsaicin protects against ethanol-induced oxidative injury in the gastric mucosa of rats. **Life Sciences**, 67: 3087– 3093.

Passerini. N.. Perissutti. B.. Albertini. B.. Franceschinis. E.. Lenaz. D.. Hasa. D. 2012. A new approach to enhance oral bioavailability of *Silybum marianum* dry extract: Association of mechanochemical activation and spray congealing. **Phytomedicine**, 19(2): 96–103.

Patist, A., Bates, D. 2008. Ultrasonic innovations in the food industry: From the laboratory to commercial production. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, 9(2): 147-154.

Paucar, O.C., Tulini, F.L., Thomazini, M., Balieiro, J.C.C., Pallone, E.M.J.A., Favaro-Trindade, C.S. 2016. Production by spray chilling and characterization of solid lipid microparticles loaded with vitamin D3. **Food and Bioproducts Processing**, 100: 344-350.

Peleg, M., Mannheim, C.H. 1973. Effect of conditioners on the flow properties of powdered sucrose. **Powder Technology**, 35: 2352-2357.

Percel, P.J. 1988. Encapsulated yeast. US Patent. 4: 719,114.

Pereira, H.V.R., Saraiva, K.P., Carvalho, L.M.J., Andrade, L.R., Pedrosa, C., Pierucci, A.P.T.R. 2009. Legumes seeds protein isolates in the production of ascorbic acid microparticles. **Food Research International**, 42: 115–121.

Pierucci, A.P.T.R., Andrade, L.R., Baptista, E.B., Volpato, N.M., Rocha-Leao, M.H.M. 2006. New microencapsulation system for ascorbic acid using pea protein concentrate as coat protector. **Journal of Microencapsulation**, 23: 654–662.

Pongpaibul, Y., Maruyama, K., Iwatsuru, M. 1988. Formation and in-vitro evaluation of theophylline-loaded poly(methyl methacrylate) microspheres. **The Journal of Pharmacy and Pharmacology**, 40(8): 530–533.

Pongpaibul, Y., Maruyama, K., Iwatsuru, M. 1988. Formation and in-vitro evaluation of theophylline-loaded poly(methyl methacrylate) microspheres. **The Journal of Pharmacy and Pharmacology**, 40(8): 530–533.

Qi, S., Marchaud, D., Craig, D. 2010. An investigation into the mechanism of dissolution rate enhancement of poorly water-soluble drugs from spray chilled gelucire 50/13 microspheres. **Journal of Pharmaceutical Sciences**, 99: 262–274.

Rains, C., Bryson, H.M. 1995. Topical capsaicin. A review of its pharmacological properties and therapeutic potential in post-herpetic neuralgia, diabetic neuropathy and osteoarthritis. **Drugs & Aging**, 7: 317-28.



Reddy, A.C.P., Lokesh, B.R. 1994. Studies on anti-inflammatory activity of spice principles and dietary n-3 polyunsaturated fatty acids on Carrageenan induced inflammation in rats. **Annals of Nutrition and Metabolism**, 38: 349–358.

Ribeiro, M.M.M., Arellano, D.B., Grosso, C.R.F. 2012. The effect of adding oleic acid in the production of stearic acid lipid microparticles with a hydrophilic core by a spray-cooling process. **Food Research International**, 47(1): 38-44.

Risch, S.J. and Reineccius, G.A. 1988. Spray-dried orange oil – effect of emulsion size on flavor retention and shelf stability, **ACS Symposium Series**, 370: 67–77.

Sagis, L.M. 2015. Microencapsulation and microspheres for food applications. Academic Press, pp.235-248.

Sahin-Nadeem, H., Özen, M.A. 2014. Physical properties and fatty acid composition of pomegranate seed oil microcapsules prepared by using starch derivatives/whey protein blends. **European Journal of Lipid Science and Technology**, 116: 847-856.

Salvim, M.O., Thomazini, M., Pelaquim, F.P., Urbano, A., Moraes, I.C., Favaro-Trindade, C.S. 2015. Production and structural characterization of solid lipid microparticles loaded with soybean protein hydrolysate. **Food Research International**, 76: 689-696.

Sartori, T., Consoli, L., Dupas Hubinger, M., Cecilia Menegalli, F. 2015. Ascorbic acid microencapsulation by spray chilling: Production and characterization. **LWT-Food Science and Technology**, 63: 353-360.

Savolainen, M., Herder, J., Khoo, C., Löqvist, K., Dahlqvist, C., Glad, H., Juppo, A.M. 2003. Evaluation of polar lipid-hydrophilic polymer microparticles. **International Journal of Pharmaceutics**, 262(1–2): 47–62.

Sawynok, J. 2005. Topical analgesics in neuropathic pain. **Current Pharmaceutical Design**, 11(23): 2995–3004.

Schantz, B., Rohm, H. 2005. Influence of lecithin-PGPR blends on the rheological properties of chocolate. **LWT-Food Science and Technology**, 38: 41-45.

Schokker, E.P., Sing, H., Creamer, I.K. 2000. Heat induced aggregation of beta-lactoglobulin a and b with alpha lactoalbumin. **International Dairy Journal**, 10(12): 843-853.

Schrooyen, P. M. M., van der Meer, R., de Kruif, C. G. 2001. Microencapsulation: its application in nutrition. **Proceedings of the Nutrition Society**, 60: 475-479.

Schubert, H., 1987. Food particle technology. Part II. Some specific cases. **Journal of Food Engineering**, 6: 83-102.

Sciarini, L.S., Maldonado, F., Ribotta, P.D., Pérez, G.T., León, A.E. 2009. Chemical composition and functional properties of Gleditsia triacanthos gum. **Food Hydrocolloids**, 23(2): 306-313.

Scoville, W.L. 1912. Note on Capsicum. **Journal of the American Pharmacists Association**, 1:453-454.

Shahidi, F., Han, X.Q. 1993. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 33: 501-547.

Shishir, M.R.I., Taip, F.S., Aziz, N.A., Talib, R.A. 2014. Physical properties of spray-dried pink guava (*Psidium guajava*) powder. **Agriculture and Agricultural Science Procedia**, 2: 74-81.

Shpigelman, A., Israeli, G. and Livney, Y. D. 2010. Thermally-induced protein-polyphenol co-assemblies: beta lactoglobulin-based nanocomplexes as protective nanovehicles for EGCG. **Food Hydrocolloids**, 24: 735-743.

Sillick, M. and C.M. Gregson. 2012. Spray chill encapsulation of flavors within anhydrous erythritol crystals. **LWT-Food Science and Technology**, 48: 107-113.

Srinivasan, M., Singh, H., Munro, P., 2000. The effect of sodium chloride on the formation and stability of sodium caseinate emulsions. **Food Hydrocolloids**, 14 (5): 497-507.

Stanberry, L.R., Bourne, N., Bravo, F. J., Bernstein, D.I. 1992. Capsaicin-sensitive peptidergic neurons are involved in the zosteriform spread of herpes simplex virus infection. **Journal of Medical Virology**, 38(2): 142- 146.

Surh, Y.J., Kundu, J.K., Na, H.K., Lee, J.S. 2005. Redox-sensitive transcription factors as prime targets for chemoprevention with anti-inflammatory and antioxidative phytochemicals. **The Journal of Nutrition**, 135: 2993–301.

Swaisgood, H. 2008. Characteristics of milk. 922 in Food Chemistry. 4th (Fennema, O., Eds.). Marcel Dekker Inc., pp. 885, New York.

Sward, G.G. 1972. Natural resins. **American Society for Testing and Materials**, 77-91.

Talegaonkar, S., Mohan Negi, L., Sharma H. 2016. Encapsulation via Microemulsion. Handbook of Encapsulation and Controlled Release (Mishra, M., Eds.), CRC Press, pp. 247-272, Boca Raton.

Taylor, A.H. 1983. Encapsulation systems and their applications in the flavor industry. **Food Flavor Ingredients Packaging and Processing**, 5(9): 48–51.

Thevenet, F. 1988. Acacia gums stabilizers for flavor encapsulation. **American Chemical Society**, 590: 37–44.

Tontul, İ. 2011. Keten Tohumu Yağının Püskürterek Kurutmayla Mikroenkapsülasyonu Üzerine Farklı Taşıyıcı Madde ve Emülsiyon Uygulamalarının Etkilerinin Araştırılması. Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Antalya.

Topuz, A. 2002. Farklı gamma ışınlama dozlarının ve depolamanın kırmızı pul biberin (*Capsicum annuum* L.) bazı kimyasal, mikrobiyolojik ve duyu kalitesi üzerine etkisi. Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Antalya.

Tratnik, L., Bozanic, R., Hergec, Z., Drgalic, I. 2006. The quality of plain and supplemented kefir from goat's and cow's milk. **International Journal of Dairy Technology**, 59(1): 40-46.

Tulloch, A.P. 1970. The composition of beeswax and other waxes secreted by insects. **Lipids**, 5(2): 247-258.

Turasan, H. 2014. Encapsulation of Rosemary Essential Oil. Food Engineering Department of Natural And Applied Sciences of Middle East Technical University. Master's thesis. Ankara.

Ünal, E., Erginkaya, Z. 2010. Probiyotik mikroorganizmaların mikroenkapsülasyonu. **Gıda Dergisi**, 35(4): 297-304.

Vernier, F.C. 1998. Influence of emulsifiers on the rheology of chocolate and suspensions of cocoa or sugar particles in oil. Department of Chemistry of University of Reading, PhD Thesis, England.

Vilstrup, P. 2001. Microencapsulation of Food Ingredients. 1st ed. Surrey: Leatherhead.

Walstra, P., Jenness, R. 1984. Dairy Chemistry and Physics. John Wiley & Sons. New York.

Wang, J.C., Chen, S.H., Xu, Z.C. 2008. Synthesis and Properties Research on the Nanocapsulated Capsaicin by Simple Coacervation Method. **Journal of Dispersion Science and Technology**, 29: 687–695.

Weete, J.D., Betageri, S., Griffith, G.L. 1994. Improvement of lecithin as an emulsifier for water -in-oil emulsions by thermalization. **Journal of the American Oil Chemist's Society**, 71: 731-727.

Wegmüller, R., Zimmermann, M.B., Bühr, V.G., Windhab, E.J., Hurrell, R.F. 2006. Development, stability, and sensory testing of microcapsules containing iron, iodine, and vitamin A for use in food fortification. **Journal of Food Science**, 71(2): S181–S187.

Wegmüller, R., Zimmermann, M.B., Hurrell, R.F. 2003. Dual fortification of salt with iodine and encapsulated iron compounds: stability and acceptability testing in Morocco and Côte d'Ivoire. **Journal of Food Science**, 68(6): 2129–2135.

Wilde, P.J. 1996. Interfaces: their role in foam and emulsion behaviour. **Current Opinion in Colloid and Interface Science**, 5(3-4): 176–181.

Wilson, R., Van Schie, B.J., Howes, D. 1998. Overview of the preparation, use and biological studies on polyglycerol polyricinoleate (PGPR). **Food and Chemical Toxicology**, 36: 711-718.

Windbergs, M., Strachan, C.J., Kleinebudde, P. 2009. Investigating the principles of recrystallization from glyceride melts. **The American Association of Pharmaceutical Scientists**, 10(4): 1224–1233.

Wineman, R.D. 1984. Water emulsion fruit and vegetable coatings based on waxes. Eastman Chem. Prod. Publication.

Xue, J., Zhong, Q. 2014. Thyme Oil Nanoemulsions Coemulsified by Sodium Caseinate and Lecithin. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 62: 9900–9907.

Yajima, T., Umeki, N., Itai, S. 1999. Optimum spray congealing conditions for masking the bitter taste of clarithromycin in wax matrix. **Chemical and Pharmaceutical Bulletin**, 47: 220-225.

Yallapu, M.M., Gupta, B.K., Jaggi, M., Chauhan, S.C. 2010. Fabrication of curcumin encapsulated PLGA nanoparticles for improved therapeutic effects in metastatic cancer cells. **Journal of Colloid and Interface Science**, 351: 19-29.

Yıldırım, M. 2015. Stability of double emulsions for food applications. Food Engineering Department of Middle East Technical University. Master's thesis. Ankara.

Young, S.L., Sarda, X., Rosenberg, M. 1993. Microencapsulating properties of whey proteins 1. Microencapsulation of anhydrous milk fat. **Journal of Dairy Science**, 76: 2868–2877.

Zhu, G., Xiao, Z., Zhou, R., Yi, F. 2012. Fragrance and flavor microencapsulation technology. **Advanced Materials Research**, 440-445.

Zoet, F.D., Grandia, J., Sibeijn, M. 2011. Encapsulated fat soluble vitamin, NL Patent, 050668

Zou, L., Akoh, C.C. 2013. Characterization and optimization of the physical and oxidative stability of structured lipid-based infant formula emulsion: Effects of emulsifiers and biopolymer thickeners. **Food Chemistry**, 141: 2486-2494.

Zuidam, N.J., Nedovic, V. 2010. Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing. Springer, New York.

Zungur, A. 2013. Mikroenkapsülasyon işleminin ekstra sızma zeytinyağı tozunun depolanması sırasında oksidatif stabilite, sorpsiyon ve fiziksel kalite kriterleri üzerine etkisi. Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir.

## ÖZGEÇMİŞ

### KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Emine Varhan

Doğum Yeri ve Tarihi :AYDIN/ÇİNE 02.08.1993

### EĞİTİM DURUMU

Lisans Öğrenimi : Denizli Pamukkale Üniversitesi (09/2011-01/2016)

Yüksek Lisans Öğrenimi : Aydın Adnan Menderes Üniversitesi (09/2016-2018)

Yabancı Diller : İngilizce

### BİLİMSEL FAALİYETLERİ

#### A) Bildiriler

Varhan, E., Koç, M. 2017. Köpük Kurutma Yöntemi ile Gıdaların Kurutulması. **Türk Tarım –Gıda Bilim ve Teknoloji Dergisi**, 5(6), 637-645.

Varhan, E., & Koç, M. Gıda Bileşenlerinin Sprey Soğutma Yöntemi ile Enkapsülasyonu. **Food and Health**, 4(3), 202-212.

Varhan, E., Kasımoğlu, Z., Koç, M., Şahin Nadeem, H. 2018. The Effects of Different Wall Materials on the Production of Suppressed Pungent Capsaicin Microparticles. **21<sup>st</sup> International Drying Symposium**.

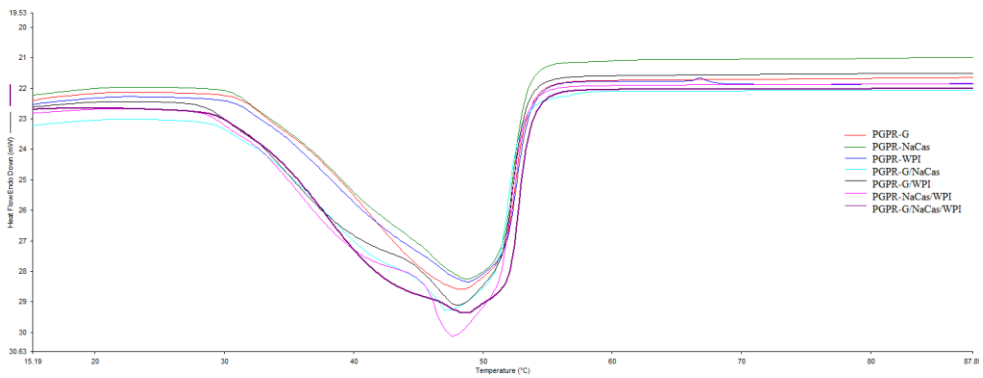
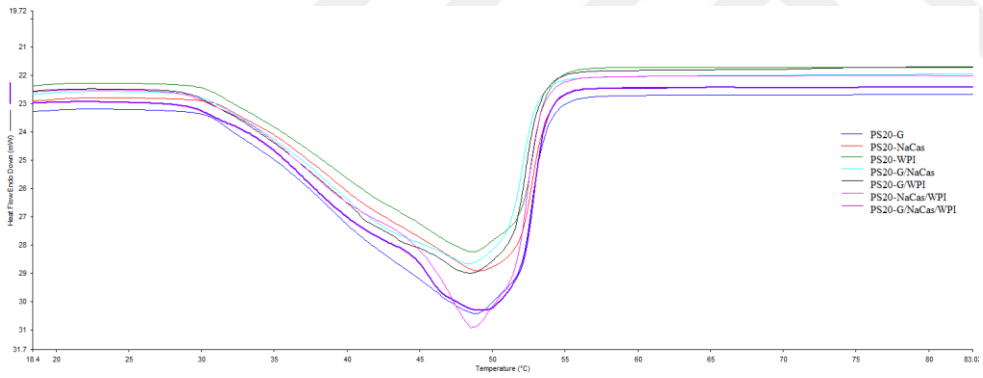
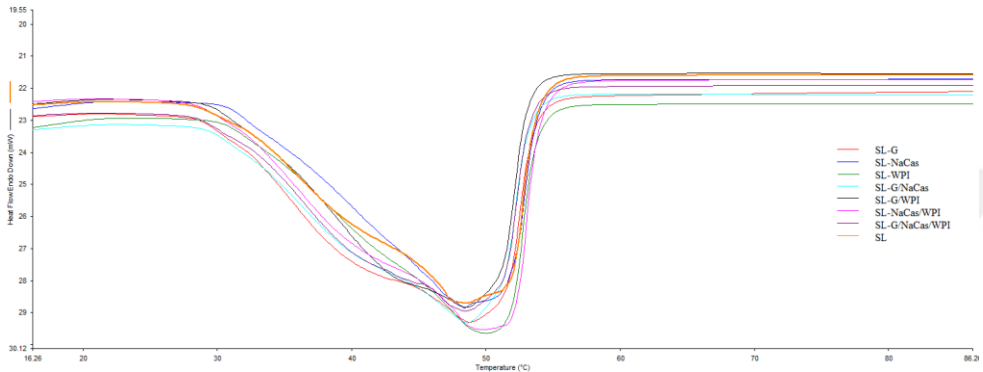
Varhan, E., Kasımoğlu, Z., Koç, M., Şahin Nadeem, H., Topuz, A. 2018. Yakıcılık Hissi Baskılanmış Kapsaisin Mikropartikülleri Üretimi. Antalya Organize Sanayi Bölgesi AR-GE ve İnovasyon Proje Pazarı (Poster Sunumu).

### İLETİŞİM

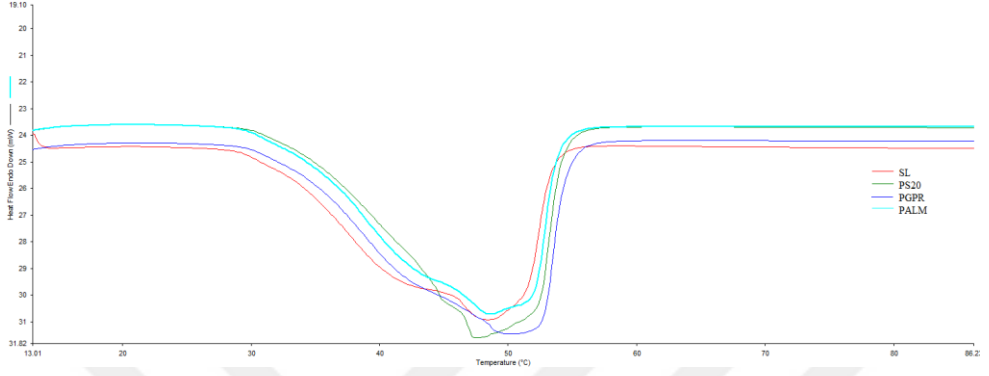
E-Posta Adresi : eminevarhan@gmail.com

Tarih :.././....

# EKLER







Ek Şekil 1. Farklı emülsiyon formülasyonlarından elde edilen kapsaisin partiküllerinin termal erime davranışını gösteren DSC termogramları

Ek Çizelge 1. Analiz Verilerinin Pearson Korelasyon Analiz Sonuçları

	YK (ppm)	TK (ppm)	ME (%)	SAI	SS (%)	KS (%)	n (1/s)	k (Pa s)	T0 (Pa)	PY (kg/m <sup>3</sup> )	Açıklık	D43 (µm)	Tm (°C)	ΔH (J/g)	aw	Nem (%)	YY (g/cm <sup>3</sup> )	SY (g/cm <sup>3</sup> )	CI (%)
YK (ppm)	r	1																	
	p-Değeri																		
TK (ppm)	r	0.246																	
	p-Değeri	0.085																	
ME (%)	r	0.180	0.998**																
	p-Değeri	0.210	0.000	1															
SAI	r	0.878**	0.228	0.171															
	p-Değeri	0.000	0.112	0.236	1														
SS (%)	r	0.001	-0.308*	-0.313*	0.228														
	p-Değeri	0.997	0.029	0.027	0.112	1													
KS (%)	r	-0.038	-0.481**	-0.486**	0.150	0.582**													
	p-Değeri	0.795	0.000	0.000	0.299	0.000	1												
n (1/s)	r	0.113	-0.123	-0.133	0.274	0.430**	0.339*												
	p-Değeri	0.433	0.397	0.359	0.054	0.002	0.016	1											
K (Pa s)	r	-0.049	0.169	0.176	-0.184	-0.374**	-0.376**	-0.805**											
	p-Değeri	0.737	0.239	0.222	0.202	0.007	0.007	0.000	1										
T0 (Pa)	r	0.114	-0.272	-0.283*	0.311*	0.583**	0.416**	0.628**	-0.427**										
	p-Değeri	0.431	0.056	0.046	0.028	0.000	0.003	0.000	0.002	1									
PY (kg/m <sup>3</sup> )	r	0.166	0.237	0.229	0.075	-0.352*	-0.219	-0.125	0.287*	-0.191									
	p-Değeri	0.248	0.098	0.109	0.603	0.012	0.126	0.387	0.043	0.184	1								
Açıklık	r	-0.038	0.097	0.101	-0.040	-0.260	0.074	-0.121	0.014	-0.173	0.059								
	p-Değeri	0.792	0.502	0.483	0.782	0.068	0.609	0.404	0.921	0.228	0.686	1							
D43 (µm)	r	0.213	-0.183	-0.200	0.271	-0.102	0.429**	0.104	-0.148	0.177	0.176	0.654**							
	p-Değeri	0.138	0.203	0.163	0.057	0.480	0.002	0.474	0.304	0.220	0.221	0.000	1						
Tm (°C)	r	-0.160	-0.087	-0.078	-0.205	0.148	0.078	-0.049	-0.021	-0.119	-0.078	-0.062	-0.283*						
	p-Değeri	0.266	0.546	0.591	0.154	0.304	0.589	0.734	0.886	0.409	0.590	0.671	0.046	1					
ΔH (J/g)	r	0.360*	0.036	0.012	0.401**	0.304*	0.082	0.194	-0.072	0.492**	-0.191	-0.064	0.179	-0.217					
	p-Değeri	0.010	0.802	0.933	0.004	0.032	0.570	0.176	0.619	0.000	0.183	0.661	0.214	0.130	1				
aw	r	0.165	0.616**	0.614**	-0.062	-0.773**	-0.666**	-0.325*	0.377**	-0.532**	0.392**	0.145	-0.107	-0.094	-0.278				
	p-Değeri	0.253	0.000	0.000	0.667	0.000	0.000	0.021	0.007	0.000	0.005	0.316	0.458	0.517	0.050	1			
Nem (%)	r	0.177	0.654**	0.651**	-0.039	-0.738**	-0.706**	-0.338*	0.405**	-0.510**	0.450**	0.182	-0.089	-0.104	-0.246	0.978**			
	p-Değeri	0.220	0.000	0.000	0.788	0.000	0.000	0.017	0.004	0.000	0.001	0.207	0.541	0.470	0.085	0.000	1		
YY (g/cm <sup>3</sup> )	r	-0.027	-0.223	-0.224	-0.059	-0.063	0.066	-0.052	0.209	0.132	0.477**	0.124	0.384**	-0.130	0.246	-0.121	-0.015		
	p-Değeri	0.853	0.120	0.118	0.686	0.664	0.649	0.718	0.146	0.362	0.000	0.390	0.006	0.370	0.085	0.401	0.917	1	

<b>SY (g/cm<sup>3</sup>)</b>	r	0.024	0.140	0.140	-0.025	-0.361*	-0.120	-0.055	0.161	-0.008	0.694**	0.120	0.325*	-0.210	-0.134	0.276	0.342*	0.669**	1
	p-Değeri	0.868	0.333	0.331	0.861	0.01	0.405	0.702	0.265	0.954	0.000	0.406	0.021	0.144	0.352	0.052	0.015	0.000	
<b>CI (%)</b>	r	0.049	0.372**	0.374**	0.061	-0.112	-0.160	0.029	-0.169	-0.187	-0.239	-0.099	-0.332*	0.070	-0.393**	0.314*	0.217	-0.918**	-0.322*
	p-Değeri	0.738	0.008	0.007	0.672	0.438	0.268	0.842	0.24	0.195	0.095	0.494	0.019	0.628	0.005	0.026	0.13	0.000	0.022