

**T.C.  
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
GIDA TEKNOLOJİSİ BİLİM DALI**

**ALABALIK, ÇİPURA VE LEVREK KILÇIKLARININ  
Ca ve P KAYNAĞI OLARAK GIDA TAKVİYESİ  
ÜRETİMİNDE KULLANIMI**

**Birsen ÖKTEM**

**Danışman  
Dr. Öğr. Üyesi Nazlı SAVLAK**



**MANİSA-2019**

**T.C.  
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
GIDA TEKNOLOJİSİ BİLİM DALI**

**ALABALIK, ÇİPURA VE LEVREK KILÇIKLARININ  
Ca ve P KAYNAĞI OLARAK GIDA TAKVİYESİ  
ÜRETİMİNDE KULLANIMI**

**Birsen ÖKTEM**

**Danışman  
Dr. Öğr. Üyesi Nazlı SAVLAK**



**MANİSA-2019**

## TEZ ONAYI

**Birsen ÖKTEM** tarafından hazırlanan "**Alabalık, Çipura ve Levrek Kılçıklarının Ca ve P kaynağı olarak gıda takviyesi üretiminde kullanımı**" adlı tez çalışması 01/11/2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

**Danışman**

**Dr. Öğr. Üyesi Nazlı SAVLAK**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Doç. Dr. Özlem ÇAĞINDI**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Doç. Dr. Özgül ÖZDESTAN OCAK**  
Ege Üniversitesi

**Birsen  
ÖKTEM**

**ALBALIK, ÇİPURA VE LEVREK KILÇIKLARININ  
Ca ve P KAYNAĞI OLARAK GIDA TAKVİYESİ  
ÜRETİMİNDE KULLANIMI**

**2019**



## TEZ ONAYI

**Birsen ÖKTEM** tarafından hazırlanan "**Alabalık, Çipura ve Levrek Kılçıklarının Ca ve P kaynağı olarak gıda takviyesi üretiminde kullanımı**"adlı tez çalışması 01/11/2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen BilimLeri Enstitüsü **Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

**Danışman**

**Dr. Öğr. Üyesi Nazlı SAVLAK**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Doç. Dr. Özlem ÇAĞINDI**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Doç. Dr. Özgül ÖZDESTAN OCAK**  
Ege Üniversitesi

## **TAAHHÜTNAME**

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

**Birsen ÖKTEM**



# İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER .....	I
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	IX
TABLO DİZİNİ .....	X
TEŞEKKÜR.....	XII
ÖZET.....	XIII
ABSTRACT.....	XV
1. GİRİŞ .....	1
2. GENEL BİLGİLER .....	3
2.1 Balıkların Ülkemizde ve Dünyada Önemi .....	3
2.2 Balık Yan Ürünlerinin Değerlendirilmesi .....	7
2.2.1. Balık Kılçığı ve Kalsiyum .....	9
2.2.2. Kalsiyumun <i>in vitro</i> sindirimi.....	13
2.2.3. Balık Kılçığı ve Kolajen .....	15
2.3. Tablet Üretimi ve Tabletlenebilirlik.....	16
2.4. Bağlayıcılar .....	18
2.4.1. PEG 4000.....	19
2.5. TEZİN AMACI .....	22
3. MATERYAL VE YÖNTEMLER.....	23
3.1. Materyal.....	23
3.1.1. Balık Kılçığı Temini .....	23
3.1.2. Kimyasal Malzemeler .....	24
3.1.3. Alet ve Cihazlar .....	25
3.2. Yöntemler.....	26
3.2.1 Balık Kılçığından Kılçık Tozu Eldesi.....	26
3.2.1.1. Çeşme Suyuyla Muamele Yoluyla Kılçık Tozu Üretimi.....	27
3.2.1.2. Kimyasal Muamele İle Balık Kılçığı Tozu Eldesi.....	29
3.2.1.2.1. Ön Denemeler .....	29
3.2.1.2.2. Esas Denemeler.....	30
3.2.2. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçığı Tozlarından Tablet Üretimi.....	33
3.2.3. Balık Kılçığı Tozlarına Uygulanan Analizler.....	36

3.2.3.1. Nem Tayini .....	36
3.2.3.2. Kül Tayini .....	36
3.2.3.3. Yağ Tayini .....	37
3.2.3.4. Protein Tayini .....	37
3.2.3.5 Suda Çözünürlük.....	38
3.2.3.6. Renk .....	38
3.2.3.7. Mineral Madde Kompozisyonu .....	38
3.2.3.8. <i>In Vitro</i> Sindirim.....	39
3.2.3.9. Aminoasit Kompozisyonu .....	41
3.2.3.10. Kolajen.....	41
3.2.4. Tabletlere Uygulanan Analizler.....	43
3.2.4.1. Çap, Kalınlık, Ağırlık .....	43
3.2.4.2. Tablet Sertliği .....	43
3.2.4.3. Renk.....	44
3.2.4.4. Mineral Madde Kompozisyonu .....	44
3.2.4.5. <i>In vitro</i> Sindirim.....	44
3.2.4.6. Amino asit kompozisyonu .....	44
3.2.4.7. Kolajen.....	45
3.2.5. İstatistiksel Analiz.....	45
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA .....	46
4.1. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Bazı Özelliklerinin Belirlenmesi.....	46
4.1.1. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Kimyasal Bileşimi ve sudaki çözünürlükleri.....	46
4.1.2. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Mineral Madde İçeriği .....	48
4.1.3 Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının <i>In vitro</i> Sindirim Sonrası Mineral Madde Kompozisyonu .....	51
4.1.4 Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Amino Asit Kompozisyonu .....	53
4.1.5. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Kolajen İçeriği.....	58
4.1.6. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Renk Değerleri .....	59
4.2. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarının Bazı Özelliklerinin Belirlenmesi.....	60



4.2.1 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarının Kimyasal Kompozisyonları ve Suda Çözünürlükleri.....	60
4.2.2 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarının Renk Özellikleri .....	62
4.3. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Bazı Özelliklerinin Belirlenmesi.....	64
4.3.1. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Fiziksel Özellikleri .....	64
4.3.2 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin <i>In vitro</i> Sindirim Öncesi Mineral Madde Kompozisyonu.....	66
4.3.3. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin <i>In vitro</i> Sindirim Sonrası Mineral Madde Kompozisyonu.....	68
4.3.4 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Amino Asit Kompozisyonu.....	71
4.3.5. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Kolajen içeriği.....	72
5. SONUÇ VE ÖNERİLER .....	74
KAYNAKLAR .....	77
ÖZGEÇMİŞ .....	83
EK A. Analiz sonuçlarına ait ANOVA tabloları .....	83
Tablo EK A.1 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının nem analizine ait ANOVA tablosu .....	83
Tablo EK A.2 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının kül analizine ait ANOVA tablosu .....	83
Tablo EK A.3 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının protein analizine ait ANOVA tablosu .....	83
Tablo EK A.4 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının yağ analizine ait ANOVA tablosu .....	84
Tablo EK A.5 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının $L^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	84
Tablo EK A.6 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının $a^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	84
Tablo EK A.7 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının $b^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	85
Tablo EK A.8 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının suda çözünürlük analizine ait ANOVA tablosu.....	85
Tablo EK A.9 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının alanin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	85

Tablo EK A.10 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının arjinin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	86
Tablo EK A.11 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının aspartik asit değerlerine ait ANOVA tablosu .....	86
Tablo EK A.12 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının fenil alanin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	86
Tablo EK A.13 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının glisin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	87
Tablo EK A.14 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının glutamik asit değerlerine ait ANOVA tablosu .....	87
Tablo EK A.15 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının histidin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	87
Tablo EK A.16 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının izolösin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	88
Tablo EK A.17 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının lizin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	88
Tablo EK A.18 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının lösin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	88
Tablo EK A.19 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının metiyonin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	89
Tablo EK A.20 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının prolin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	89
Tablo EK A.21 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının protein değerlerine ait ANOVA tablosu .....	89
Tablo EK A.22 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının serin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	90
Tablo EK A.23 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının treonin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	90
Tablo EK A.24 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının trozin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	90
Tablo EK A.25 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının valin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	91
Tablo EK A.26 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının çinko değerlerine ait ANOVA tablosu .....	91
Tablo EK A.27 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının demir değerlerine ait ANOVA tablosu .....	91
Tablo EK A.28 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının fosfor değerlerine ait ANOVA tablosu .....	92

Tablo EK A.29 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının kalsiyum değerlerine ait ANOVA tablosu .....	92
Tablo EK A.30 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının magnezyum değerlerine ait ANOVA tablosu .....	92
Tablo EK A.31 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının potasyum değerlerine ait ANOVA tablosu .....	93
Tablo EK A.32 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının kolajen analizine ait ANOVA tablosu.....	93
Tablo EK A.33 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının nem analizine ait ANOVA tablosu.....	93
Tablo EK A.34 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının kül analizine ait ANOVA tablosu.....	94
Tablo EK A.35 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının protein analizine ait ANOVA tablosu.....	94
Tablo EK A.36 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının yağ analizine ait ANOVA tablosu.....	94
Tablo EK A.37 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının $L^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	95
Tablo EK A.38 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının $a^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	95
Tablo EK A.39 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının $b^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	95
Tablo EK A.40 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının suda çözünürlük analizine ait ANOVA tablosu.....	96
Tablo EK A.41 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin ağırlık analizine ait ANOVA tablosu .....	96
Tablo EK A.42 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin çap analizine ait ANOVA tablosu .....	96
Tablo EK A.43 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kalınlık analizine ait ANOVA tablosu .....	97
Tablo EK A.44 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin $L^*$ değerine ait ANOVA tablosu.....	97
Tablo EK A.45 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin $a^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	97
Tablo EK A.46 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin $b^*$ değerine ait ANOVA tablosu .....	98
Tablo EK A.47 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kolajen analizine ait ANOVA tablosu.....	98

Tablo EK A.48 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin çinko değerlerine ait ANOVA tablosu .....	98
Tablo EK A.49 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin demir değerlerine ait ANOVA tablosu.....	99
Tablo EK A.50 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin fosfor değerlerine ait ANOVA tablosu .....	99
Tablo EK A.51 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kalsiyum değerlerine ait ANOVA tablosu .....	99
Tablo EK A.52 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin magnezyum değerlerine ait ANOVA tablosu .....	100
Tablo EK A.53 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin potasyum değerlerine ait ANOVA tablosu .....	100
Tablo EK A.54 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin alanin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	100
Tablo EK A.55 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin arjinin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	101
Tablo EK A.56 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin aspartik asit değerlerine ait ANOVA tablosu.....	101
Tablo EK A.57 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin fenilalanin değerlerine ait ANOVA tablosu.....	101
Tablo EK A.58 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin glisin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	102
Tablo EK A.59 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin glutamik asit değerlerine ait ANOVA tablosu .....	102
Tablo EK A.60 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin izolösin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	102
Tablo EK A.61 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin lizin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	103
Tablo EK A.62 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin lösin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	103
Tablo EK A.63 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin prolin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	103
Tablo EK A.64 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin protein değerlerine ait ANOVA tablosu .....	104
Tablo EK A.65 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin serin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	104
Tablo EK A.66 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin treonin değerlerine ait ANOVA tablosu .....	104

Tablo EK A.67 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin trozin değerlerine ait ANOVA tablosu.....	105
Tablo EK A.68 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin valin değerlerine ait ANOVA tablosu.....	105
Tablo EK A.69 Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sertlik analizine ait ANOVA tablosu .....	105
Tablo EK A.70 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Ca değerlerine ait ANOVA tablosu.....	106
Tablo EK A.71 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası P değerlerine ait ANOVA tablosu.....	106
Tablo EK A.72 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Mg değerlerine ait ANOVA tablosu.....	106
Tablo EK A.73 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası K değerlerine ait ANOVA tablosu .....	107
Tablo EK A.74 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Fe değerlerine ait ANOVA tablosu .....	107
Tablo EK A.75 Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Zn değerlerine ait ANOVA tablosu.....	107
Tablo EK A.76 Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Ca değerlerine ait ANOVA tablosu.....	108
Tablo EK A.77 Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası P değerlerine ait ANOVA tablosu .....	108
Tablo EK A.78 Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Mg değerlerine ait ANOVA tablosu.....	108
Tablo EK A.79 Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası K değerlerine ait ANOVA tablosu .....	109
Tablo EK A.80 Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Fe değerlerine ait ANOVA tablosu .....	109
Tablo EK A.81 Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Zn değerlerine ait ANOVA tablosu.....	109

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<b>a*</b>	kırmızılık/yeşillik
<b>AB</b>	Avrupa Birliği
<b>b*</b>	sarılık/mavilik
<b>cm<sup>2</sup></b>	santimetrekare
<b>dk</b>	dakika
<b>FAO</b>	Gıda ve Tarım Örgütü
<b>g</b>	gram
<b>kg</b>	kilogram
<b>KM</b>	kuru madde
<b>L</b>	litre
<b>L*</b>	aydınlık
<b>mg</b>	miligram
<b>ml</b>	mililitre
<b>mm</b>	milimetre
<b>nm</b>	nanometre
<b>PEG</b>	polietilen glikol
<b>rpm</b>	dakikadaki devir sayısı
<b>sn</b>	saniye
<b>T</b>	sıcaklık
<b>t</b>	dakika
<b>TÜİK</b>	Türkiye İstatistik Kurumu
<b>v</b>	hacim
<b>w</b>	ağırlık
<b>yy</b>	yüzyıl
<b>°C</b>	derece celsius
<b>µm</b>	mikrometre

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Balık yan ürünlerinin kullanım alanları .....	8
Şekil 2.2. Kolajen içeren hayvancılık ve balıkçılık atıklarının etkin kullanımı .....	16
.....	16
Şekil 3.1. Alabalık kılçıkları .....	23
Şekil 3.2. Çipura kılçıkları .....	23
Şekil 3.3 Levrek kılçıkları .....	24
Şekil 3.4. a) Çeşme suyuyla muamele ile elde edilen balık kılçığı tozu, (b) Kimyasal muamele ile (NaOH, Sodyum Hipoklorit, Sitrik asit) balık kılçığından elde edilen toz, (c) Kimyasal muamele ile (NaOH, Sodyum Hipoklorit, Sitrik asit) elde edilen balık kılçığı tozundan üretilen tabletler .....	26
Şekil 3.5. Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarına uygulanan analizler.....	27
Şekil 3.6. Kurutma öncesi alabalık kılçıkları .....	27
Şekil 3.7. Kurutma öncesi çipura kılçıkları .....	28
Şekil 3.8. Kurutma öncesi levrek kılçıkları .....	28
Şekil 3.9. (a) Levrek, (b) alabalık ve (c) çipura kılçık tozları .....	28
Şekil 3.10. Balık kılçığı tozu eldesine ait işlem akış şeması .....	31
Şekil 3.11. Kimyasal muamele sonrası alabalık kılçıklar .....	32
Şekil 3.12. Kimyasal muamele sonrası çipura kılçıkları .....	32
Şekil 3.13 Kimyasal muamele sonrası levrek kılçıkları .....	32
Şekil 3.14 (a) Alabalık, (b) çipura ve (c) levrek kılçık tozları .....	33
Şekil 3.15. Balık kılçığı tozlarından tablet üretimi akış şeması .....	35
Şekil 3.16. Tek zımbalı tablet pres makinası .....	35
Şekil 3.17. (a) Alabalık, (b) çipura ve (c) levrek kılçık tozlarından elde edilen tabletler.....	36
Şekil 3.18 Multiskan GO.....	42
Şekil 3.19. Elektronik kumpas .....	43
Şekil 3.20. 25 mm silindir prob ile tablet sertliği analizi .....	44



## TABLO DİZİNİ

Tablo 2.1. TÜİK verilerine göre kullandığımız balıkların avcılık yoluyla üretiminde son 10 yıldaki değişimi .....	5
Tablo 2.2. İnsan vücudundaki ana elementler .....	11
Tablo 2.3. Farklı Ca <sup>++</sup> kaynaklarının mineral kompozisyonu .....	13
Tablo 3.1. Çeşme suyu, %1 NaOH ve %8 NaOH ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının Ca ve kolajen oranları .....	30
Tablo 3.2. PEG 4000 oranı, kılçık partikül boyutu ve kılçık çeşidinin tablet sertliği üzerine etkisi .....	34
Tablo 4.1. Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının kimyasal bileşimleri ve suda çözünürlükleri .....	46
Tablo 4.2. Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının makro mineral madde içerikleri .....	48
Tablo 4.3. Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının mikro mineral madde içerikleri .....	51
Tablo 4.4. Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının in vitro sindirim sonrası mineral madde kompozisyonu .....	54
Tablo 4.5. Çeşme suyu ile muamele edilmiş alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının amino asit kompozisyonu .....	56
Tablo 4.6. Çeşme suyu ile muamele edilmiş alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının kolajen içerikleri .....	58
Tablo 4.7. Çeşme suyu ile muamele edilmiş alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının renk değerleri .....	59
Tablo 4.8. Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının kimyasal kompozisyonları ve suda çözünürlükleri .....	61
Tablo 4.9. Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının renk değerleri .....	63
Tablo 4.10. Tabletlerin fiziksel analiz sonuçları .....	64
Tablo 4.11. Tabletlerin renk değerleri .....	66
Tablo 4.12. Tabletlerin makro mineral madde içerikleri .....	67
Tablo 4.13. Tabletlerin mikro mineral madde içerikleri .....	67

Tablo 4.14. Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin in vitro sindirim sonrası mineral madde kompozisyonu.....	70
Tablo 4.15. Tabletlerin amino asit kompozisyonu .....	72
Tablo 4.16. Tabletlerin kolajen içerikleri.....	73



## TEŞEKKÜR

Çalışmamın her aşamasında bana destek olan, bilgi ve tecrübesi ile lisansüstü öğrenim hayatımın tüm zorlu aşamalarında yardımcı olan, tecrübeleri ile beni aydınlatan ve desteğini hiç eksik etmeyen, kendisini tanımaktan büyük onur duyduğum sevgili danışman hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Nazlı SAVLAK'a, birlikte çalıştığımız Prof. Dr. Ergun KÖSE ve Doç. Dr. Özlem ÇAĞINDI'ya çok teşekkür ederim. Yüksek lisans eğitimim sırasında desteğini bir an olsun esirgemeyen devam etmem için elinden geleni yapan canım annem Nacide ÖKTEM'e, öğrenim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen ve hep yanımda olan canım babam Bülent ÖKTEM'e, hayattaki en büyük şansım canım kardeşim Duygu ÖKTEM'e, yorulduğum zaman yardımını bir an olsun esirgemeyen Gıda Mühendisi Gizem ERK'e, tez yazma aşamasında beni sürekli motive eden Gıda Yüksek Mühendisi Sezin ERDOĞAN'a yürekten teşekkür ederim. Çalışmada desteklerini her zaman hissettiğim Gıda Yüksek Mühendisi Dilay YILDIZ'a ve eşi Ozan YILDIZ'a da ayrıca teşekkür ederim.

Yüksek lisans tezime 2170062 no'lu proje kapsamında TÜBİTAK'a verdikleri destekler için teşekkür ederim.

Birsen ÖKTEM  
Manisa, 2019

## ÖZET

### Yüksek Lisans Tezi

**Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının Ca ve P kaynağı olarak gıda takviyesi üretiminde kullanımı**

**Birsen ÖKTEM**

**Manisa Celal Bayar Üniversitesi  
Fen BilimLeri Enstitüsü  
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Nazlı SAVLAK**

Bu çalışma Türkiye sularında yetiştirilen balıkların (alabalık, levrek, çipura) kılçıklarından elde edilen tozların kimyasal özelliklerinin aydınlatılmasını ve söz konusu kılçık tozlarından  $Ca^{++}$  kaynağı gıda takviyesi tabletlerinin üretimini kapsamaktadır. Elde edilen alabalık, çipura, levrek kılçık tozu tabletlerinin fiziksel özellikleri, başta  $Ca^{++}$ , P miktarı olmak üzere mineral madde kompozisyonu, mineral biyoerişilebilirlikleri, kolajen içerikleri ve amino asit kompozisyonu belirlenmiştir. Ayrıca piyasadan rastgele temin edilen ticari kalsiyum kaynağı bir gıda takviyesi ile  $Ca^{++}$  ve P içerikleri belirlenen tabletler karşılaştırılmıştır.

Balık kılçıklarının kimyasal muamelesi ile elde edilen tozlar yüksek kül (%78,63 - %83,28) içermektedir. Kılçık tozlarının yüksek  $L^*$  (85,02 – 86,08) değerleri ile beyaza yakın renkte olduğu belirlenmiştir.

Yüksek kül içerikleri sayesinde  $Ca^{++}$  ve P kaynağı olan alabalık, çipura ve levrek kılçık tozları (%80), bağlayıcı PEG 4000 (%20) ile direkt sıkıştırma yöntemi kullanılarak tablet haline getirilmiştir. Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının tozlarından elde edilen tabletlerin  $Ca^{++}$  içerikleri 25,50–26,6 g/100g, P içerikleri 11,92-12,23 g/100g arasında değiştiği belirlenmiştir. Alabalık ve levrek kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sertlikleri benzer iken (sırasıyla 10244,05–11999,45 g kuvvet), çipura kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sertlikleri daha yüksek olarak tespit edilmiştir.

Sonuç olarak balık işleme sanayinin önemli bir atığı olan kılçıklardan yüksek  $Ca^{++}$  ve P içerikli, açık sarı renkte ve kokusuz tabletler üretilmiştir. Özellikle  $Ca^{++}$  eksikliğinin görüldüğü ülkemizde, elde edilen tabletlerle bireylerin günlük  $Ca^{++}$  ve P alımına destek olunacağı öngörülmektedir.

**Anahtar Kelimeler:** balık kılçığı, kalsiyum, fosfor, gıda takviyesi, tablet

**2019, 109 sayfa.**



## **ABSTRACT**

**M.Sc. Thesis**

- **Use of trout, seabream and seabass fish bone as a Ca and P source in food supplement production**

**Birsen ÖKTEM**

**Manisa Celal Bayar University  
Graduate School of Applied and Natural Sciences  
Department of Food Engineering**

**Supervisor: Assist. Dr. Nazlı SAVLAK**

This study comprises determination of the chemical properties of the fish bones (trout, sea bass, sea bream) in Turkey and manufacturing of Ca<sup>++</sup> source food supplement from these fish bone powders. The physical properties of the obtained trout, sea bream, sea bass powder tablets, mineral composition, mineral bioavailability, collagen content and the amino acid composition were determined and compared with a commercially available calcium source food supplement in terms of Ca<sup>++</sup> content.

Powders obtained by chemical treatment of fish bones contained high ash (78.63%-83.28%). Fishbone powders were found to be close to white with high *L*\* (85.02–86.08) values.

Due to their high ash content, fishbone powders (80%), which are Ca<sup>++</sup> and P sources, were tabletted using direct compression method with binder PEG 4000 (20%). Ca<sup>++</sup> contents of the tablets obtained from the powders of trout, sea bream and sea bones varied between 25.50-26.6 g/100g and the P contents ranged between 11.92-12.23 g/100g. While the hardness of the tablets produced from trout and sea bass fish powders was similar (10244.05 - 11999.45 g force respectively), the hardness of the bream fish powders was found to be higher.

As a result, light yellow and odorless tablets containing Ca<sup>++</sup> and P were produced from the fish bones which are an important waste of fish processing industry.

It is predicted that fish bone powder tablets will support individual's daily  $\text{Ca}^{++}$  and P intake in our country, where  $\text{Ca}^{++}$  deficiency is observed.

**Keywords:** fishbone, calcium, phosphorus, tablet, food supplement.

**2019, 109 pages.**





## 1. GİRİŞ

Ülkemizde, başta kalsiyum olmak üzere demir, çinko gibi minerallerin eksikliği görülmektedir. Kalsiyum almak için başlıca kaynaklar süt ve süt ürünleri olmakla birlikte süt ürünlerini hiç ya da yeterli seviyede tüketmeyen bireyler olabilmektedir. Bu durumda süt ürünleri dışındaki kaynaklardan kalsiyum alımı kaçınılmazdır. Gıda takviyeleri bireylerin ihtiyaç duyduğu mineral, vitamin gibi mikro besin öğelerinin tek seferde ve yüksek miktarlarda alımı için iyi bir kaynaktır.

Balık kılçığı, fileto ve balık işleme sanayiinin  $Ca^{++}$ , P, protein ve kolajen bakımından zengin bir atığıdır. Son yıllarda, dünyada kaynakların verimli kullanımı ve atık değerlendirme üzerine çalışmalar ve girişimler oldukça önemli hale gelmiştir. Dünyada her yıl 20 milyon tona yakın balık yan ürününün ortaya çıktığı bilinmektedir. Balık yan ürünlerinin değerlendirilmesinde önemli pazarlar yem sanayii, gıda katkıları, kozmetik, biyoteknoloji ve endüstriyel uygulamalardır. Bu yan ürünlerin insan beslenmesi için kullanımı çok düşük seviyelerdedir. Balık yan ürünlerinin hayvan beslenmesi yerine insan beslenmesi için kullanımı literatürde de yeni ve inovatif bir yaklaşımdır. Çalışmamızda Türkiye'nin yetiştiricilikte Avrupa'da lider ve öncü konumda olduğu balık çeşitlerinin yan ürünlerinin/atıklarının gıda takviyesi üretmek suretiyle değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Öte yandan, söz konusu balık kılçıklarının kimyasal kompozisyonu da aydınlatılarak çeşitli gıda ürünlerinde ingredient olarak kullanım potansiyelleri ortaya konmuştur.

Piyasada ithal balık kılçığı gıda takviyesi temin etmek mümkün olsa da ithal ürünlerin yerini alacak, yerli kaynakların ve hatta atıkların kullanıldığı gıda takviyelerinin temini ülke ekonomisi açısından önemlidir. Nitekim ithal  $Ca^{++}$  kaynağı gıda takviyeleri oldukça yüksek fiyatlardan piyasaya sunulmaktadır.

İthal balık kılçığı tozu gıda takviyelerinin yerini alacak yeni yerli bir gıda takviyesini takviye edici besin pazarına sunmak, balık yan ürün/atıklarının insan beslenmesinde değerlendirilmesi ve bu yolla balık kılçığına katma değer kazandırmak, mineral madde bakımından zenginleştirilmiş gıda takviyesi üretimi ile Türk halkının

Ca<sup>++</sup> ve P eksikliđinin giderilmesine katkıda bulunmak bu alıřmanın hedefleri arasındadır.

Bu proje kapsamında; Trkiye’de eksikliđi grlen kalsiyum mineralinin bireylere gıda takviyesi yoluyla sađlanması iin planlanan bu alıřmada Trkiye sularında yetiřtirilen balıkların (alabalık, ipura, levrek) kılıklarından elde edilen tozlardan Ca<sup>++</sup> kaynađı gıda takviyesi tabletlerinin retimi amalanmıřtır. Trkiye’de en fazla yetiřtiriciliđi yapılan balık eřitleri olan alabalık, ipura ve levrek yan rn olan kılıklarının deđerlendirilerek Ca<sup>++</sup> ve P kaynađı gıda takviyesi tablet retimi gerekleřtirilmiřtir. Elde edilen alabalık, ipura, levrek kılık tozu tabletleri ticari kalsiyum kaynađı gıda takviyeleriyle bařta Ca<sup>++</sup>, P miktarı olmak zere mineral madde kompozisyonu bakımından karřılařtırılmıřtır.

## 2. GENEL BİLGİLER

### 2.1 Balıkların Ülkemizde ve Dünyada Önemi

Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı'nın 2015 yılı su ürünleri istatistiklerine göre Türkiye'de en çok yetiştiriciliği yapılan türler sırasıyla alabalık, levrek ve çipuradır. 2015 yılında alabalık iç su yetiştiriciliğinde 101,166 ton, deniz yetiştiriciliğinde 6872 ton, levrek 75,164 ton, çipura ise 51,844 ton olarak belirlenmiştir. 2016 TÜİK verilerine göre Türkiye'de balık yetiştiriciliği ekonomik açıdan incelendiğinde ise 145,459 ton ihracat yapılmakta olup değeri 790,303,664\$'dır. İthalat miktarı ise 82,074 ton olarak belirlenmiştir ve ekonomik değeri 180,753,629\$'dır [1].

Türkiye 3 tarafı denizlerle kaplı bir ülke olarak balıkçılıkta Avrupa'da önemli bir konumdadır. Avrupa Birliği ülkeleri karşılaştırıldığında, ülkemiz balıkçılıkta 374,128 tonluk üretimle, İspanya, Danimarka ve İngiltere'nin ardından beşinci sırada; kültür balıkçılığında ise 233,864 tonluk üretimiyle Avrupa Birliği ülkeleri arasında ilk sırada gelmektedir. Avrupa Birliği'nin balık tüketimindeki artışı ve ithalata olan bağımlılığı da gittikçe artmaktadır. Tüm bunlar stokların belirlenmesi ve düzenlenmesi amacıyla balıkçılık politikalarının yenilenmesi zorunluluğunu ve yetiştiricilik çalışmalarının hızlandırılmasını gerektirmektedir [1].

Türkiye'de 1970'li yıllarda iç sularda alabalık ve sazan, denizde ise çipura ve levrek gibi deniz balıklarının üretimi ile çalışmalara başlamıştır. Özellikle 1984 yılından sonra kültür balıkçılığı önemli gelişmeler göstermiştir [2]. Bu gelişmeler sonucunda, Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü, Türkiye kültür balığı üretiminin Çin ve Hindistan'dan sonra en hızlı artıran 3. ülke olarak açıklamıştır [2].

Üç tarafı denizlerle çevrili bir yarımada konumunda bulunan Türkiye'nin 8,333 km'lik kıyı şeridi ve 177,714 km uzunluğunda akarsuları bulunmaktadır. Deniz ve iç su kaynaklarımızın toplam yüzey alanı, tarım alanlarımıza yakın durumdadır. Ancak, ülkemiz balıkçılığının bu potansiyeli etkin olarak kullanılmadığı görülmektedir. Buna rağmen geniş bir balıkçılık faaliyeti bulunmaktadır.

Ülkemizin stratejik konumu, faaliyetlerini arttırmakta ve Türkiye'yi akuakültür pazarında büyük bir güç haline getirmektedir. 2013 yılı itibariyle ülkemiz, Dünya'nın en büyük çipura ve levrek üreticisi unvanına sahipken Ege Bölgesi de kültür balıkçılığı alanında ülkemizin en stratejik bölgesi seçilmiştir. Özellikle; alabalık, çipura, levrek üretimindeki hızlı büyümenin devam edeceği öngörülmektedir [2].

Türkiye'de su ürünleri yetiştiriciliği yıllık %1-13 arasında büyümektedir. Son 10 yılda yetiştiricilikteki toplam ürün miktarı neredeyse 2 katına çıkmıştır. En yüksek üretim artışı %130 ile alabalık, daha sonra %100 ile çipura ve %52 ile levrekte gerçekleşmiştir. Ancak avcılık yoluyla üretimde yıllık %2-3 azalma vardır [3].

Dünya çapında doğal stokların giderek azalması ve hızla artan nüfus protein ihtiyacının karşılanmasında özellikle kültür balıkçılığının önemini artırmıştır. FAO'ya göre yetiştiricilik son yıllarda ortalama %6,6 oranında büyüyerek, dünya çapında en çok gelişen gıda sektörü olmuştur [4].

Su ürünleri, protein açısından önemli bir kaynaktır. Özellikle balık, değerli bir besin kaynağıdır. Dünya'da üretilen toplan proteinin %6,5'i ve hayvansal proteinin de %16,7'si balıklardan sağlanmaktadır [5]. Türkiye'de ise 1/4 oranında daha azdır.

Balık, artan nüfusun gıda ve özellikle protein ihtiyacını karşılamada en kolay ve en ucuz kaynaklardan biri olmuştur. Ülkemiz zengin balık kaynaklarına sahip olmasına rağmen, balık tüketimi alışkanlığı yaygın olmadığı için bu kaynaklardan yeterince faydalanamamaktadır [6].

Ülkemizde ve Dünya'da yetiştiriciliği en çok yapılan ve ekonomik öneme sahip olan doğal balık türlerinden biri olan alabalık, taşıdığı vitamin ve mineral maddeler, yüksek protein, düşük karbonhidrat, kolay sindirilebilirliği ve yağ içeriği bakımından mükemmel bir gıdadır [7].

**Tablo 2.1.** TÜİK verilerine göre kullandığımız balıkların avcılık yoluyla üretiminde son 10 yıldaki değişimi

	<b>2009</b>	<b>2010</b>	<b>2011</b>	<b>2012</b>	<b>2013</b>	<b>2014</b>	<b>2015</b>	<b>2016</b>	<b>2017</b>	<b>2018</b>
<b>Alabalık</b>	557,0	738,0	518,5	444,0	437,5	431,0	371,0	374,0	309,0	282,0
<b>Çipura</b>	1186,0	1164,0	766,1	917,7	943,5	606,3	480,9	495,1	590,0	544,1
<b>Levrek</b>	615,0	577,0	316,5	424,0	186,9	110,5	139,0	131,7	135,1	151,4

Değerler ton olarak verilmiştir [8][9].

2009'dan bu yana yetiştiricilikte ilk sırada olan alabalığın daha çok tüketilmesi ve su ürünlerini daha çok yaygınlaştırmak için beklentileri karşılayacak şekilde tat, koku ve tekstürü değiştirilerek yeni ürünler üzerinde çalışılmaktadır [10]. Et verimi ortalama %60 olarak belirlenen alabalığın kimyasal bileşimleri; %70-77 su, %14-20 protein, %2-10 yağ ve %1-3 kül olduğu belirlenmiştir [7].

Yapılan bir çalışmada Muhsine ve ark. [11] 23 alabalığın ortalama nem %78,87, kül %1,15, protein %18,45, yağ %2,65 ve karbonhidrat %0,98 olarak belirlemişlerdir.

Başka bir çalışmada Ayşe ve ark. [7] taze alabalık eti kullanarak alabalık keki yapmışlardır. Bu çalışmada araştırmacılar balık tüketimini arttırmayı, farklı tat ve formda yeni bir ürün geliştirmeyi hedefleyerek duyuşal, fiziksel ve mikrobiyolojik deęişimleri incelemişlerdir. Çalışmada, balık etinde, kek üretim aşamasında ve pişmiş kekte besin öğeleri deęerlendirilmiştir.

Nermin ve ark. [10] yaptıkları bir çalışmada, kroketlerin besin deęerlerini arttırmak için alabalık kullanmışlardır. Elde edilen kroketlerin kimyasal ve duyuşal analiz sonuçlarını incelemişlerdir. Taze alabalık etinde, kroket hamurunda ve tüketime hazır kızartılmış kroketlerde yapılan nem, kül, protein ve karbonhidrat analizlerinde pişirme ile nem ve protein deęerlerinde azalma, kül, yağ ve karbonhidrat deęerlerinde artış olduğunu gözlemlemişlerdir.

1980'li yıllarda çipura ve levrek ile başlayan deniz balıkları yetiştiricilięi; mercan, mırmır, karagöz, orkinoz gibi balıklarla devam etmektedir [12]. TÜİK 2018 verilerine göre ülkemizde önemli bir ticari deęere sahip olan ve son yıllarda yetiştiricilięi artış gösteren çipura, %69-75 su, %18-22 protein, %3-10 yağ, %1-2 kül ve %0,2-1 karbonhidrat ve yüksek mineral madde içerięi ile oldukça hafif bir tada sahiptir [13].

Protein ve mineral kaynaęı olan çipura ve levreklerin mineral maddelerini karşılaştıran Nuray ve ark. [13], demirin büyüme ve gelişme için gerekli olan iyot minerallerinin çipurada fazla olduğunu, dięer mineral maddelerin ise levrekte daha fazla olduğunu tespit etmişlerdir.

TÜİK 2010 verilerine göre deniz balıkları yetiştiriciliğinden 65,512 ton ile 1.sırada yer alan levrek, günümüze kadar bu değerini kaybetmemiş olup hala ilk sıralarda yer almaktadır [8]. Ülkemizde deniz kültür balıkçılığında da en çok üretimi yapılan balık türlerinden biri olan levrek, yüksek mineral madde içeriğine ve oldukça hafif bir tada sahip olup ortalama %70-76 su, %18-22 protein, %3-7 yağ, %1-2 kül ve %1-2 karbonhidrat içeriğine sahiptir [13].

Tolga ve ark. [14], Ege Denizi ve Karadeniz’de yetiştirilen levreğin kalite parametrelerini karşılaştırmışlardır. Çalışmalarında iki farklı bölgede yetişen levrek balıklarında kimyasal kompozisyonlarının, yağ asidi içeriklerinin, doku, renk ve duyu özelliklerinin farklılıklarını araştırmışlardır. Ege Denizi ve Karadeniz’de yetiştirilen örneklerde sırasıyla nem %68,80-71,97, kül %19,38-20,28, yağ %7,84-5,04, protein %1,95-1,20 ve karbonhidrat %1,25-1,42 şeklindedir.

## **2.2 Balık Yan Ürünlerinin Değerlendirilmesi**

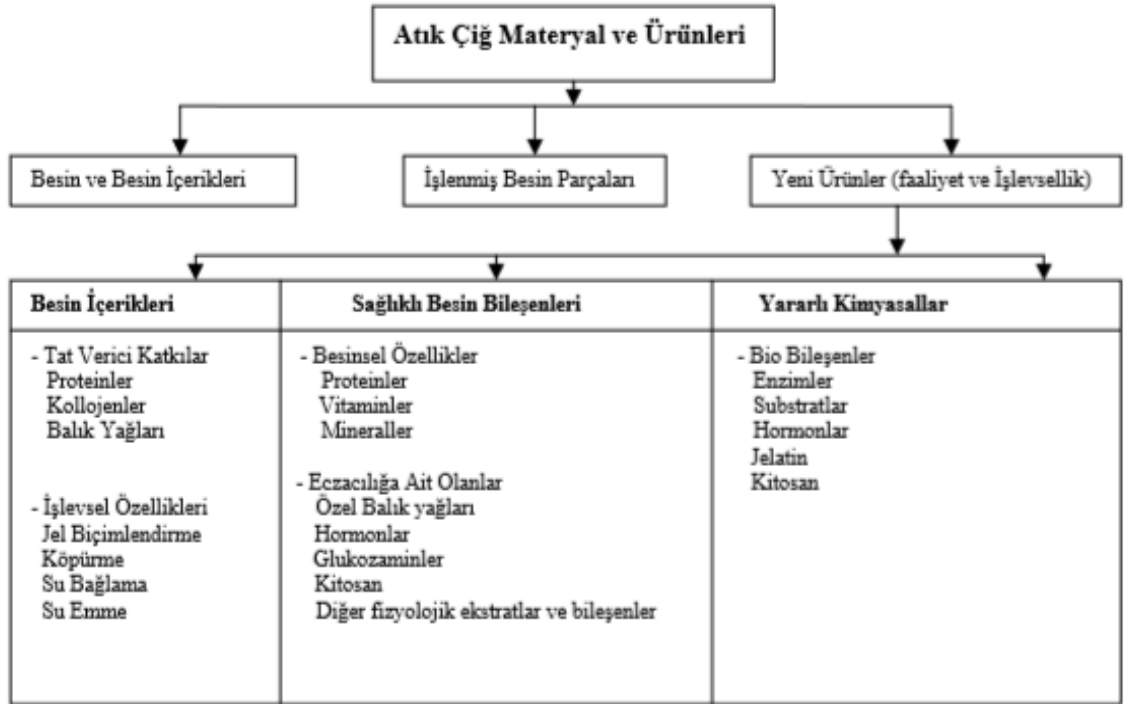
Her çeşit gıdanın işlenmesinde yan ürünler meydana gelir. Sanayileşmiş balıkçılığın gelişiminden beri, 20.yy boyunca, heba edilen yan ürünlerin ciddi bir biçimde arttığı görülmüştür. Balıkçılık yan ürünleri kullanılabilir hale getirilerek balığın kendisinden çok daha değerli hale getirilebilmektedir. Bu durum balıkçılık sektörünü, birçok sektörden daha değerli kılmaktadır [15].

Ülkemiz ve Dünya kaynaklarındaki yan ürünlerin miktarı hakkında kullanılabilir istatistiksel bilgi olmamasıyla birlikte potansiyel miktarlarını tespit etmek de ayrıca çok zordur [15].

Balık yan ürünleri, balığın yenilemeyen kısımları, çerçöp, sakatat gibi anlaşılabilir da aksine “yan ürün” terimi; yararlanılabilir, kullanılabilir, bir kavramı ifade etmektedir. Balık filetosu üretilen bir işletmede, fileto kesildiğinde çıkan baş, omurga, gonatları ve bağırsakların tümü yan üründür. Ancak balık yumurtası gibi ürünler ana ürün olduğu için yan ürünle karıştırılmamalıdır. Bu karışıklığı önlemek adına balıklardan çıkan yan ürünler 3 kategoriye ayrılmıştır; iç organlar, ürünlerin işlenmesi sonucunda kalan kısımlar ve baş kısmından oluşmaktadır [16]. İç organlar, balık silajında ve evcil hayvanların mamalarında kullanılmaktadır [17].



Ürünlerin işlenmesi sonucu kalan kısımlar, tuzlama, dondurma, taze, konserve ve diğer işleme tekniklerine maruz bırakılarak elde edilen yan ürünlerin potansiyellerini ve kalitelerini arttırmaktadır. Yan ürünler, diğer işleme teknikleri ile eczacılıkta, kozmetikte ve besin endüstrisinde kullanılarak yeni ürünlerin elde edilmesine imkan sağlamış olacaktır. Ayrıca işleme teknolojileri sonucunda balığın baş kısmının da değerlendirilmesi ön görülmüş şu an yaygın bir şekilde balık unu ve yağı endüstrisinde kullanılmaktadır [15].



**Şekil 2.1.** Balık yan ürünlerinin kullanım alanları [17]

Diğer işleme teknikleriyle balık yan ürünlerini, gıdaya ve gıda içeriklerine işleyerek yüksek değerli besinlerin ortaya çıkabileceği öngörülmektedir ve ilgili çalışmalar devam etmektedir. Ayrıca eczacılık ve biyoteknikal uygulamalarda kullanılan ürünler, balık yan ürünlerinden ekstrakte edilmektedir [15].

Giderek artan balık işleme endüstrileri, büyük miktarlarda balık işleme yan ürünleri ile boğulmuş olduklarından, dünya genelinde kısıtlanmaktadır. Bunlar sıklıkla atılan balığın ayrılmaz bileşenlerini, bununla birlikte, toplu olarak hidrolizatlar olarak adlandırılan hem uzun hem de kısa peptidleri, amino asitleri geri kazanmak için

fırsatlar sunar. Çok sayıda araştırma bulguları, besin yararları ile birlikte balık proteini hidrolizatları ile sağlık yararlarını ilişkilendirmiştir. Hidrolizatlar, kardiyovasküler hastalıklara, kanser, şeker hastaları ve yaşlanmaya karşı elle tutulur etkiler göstermiştir. Balık hidrolizatlarının altta yatan sağlık etkileri nedensel olarak doğal proteinlerin parçalanmasıyla salınan biyoaktif bileşiklerle bağlantılıdır. Bu biyoaktif bileşikler, proteinler dahil gıdaların doğal bileşenleridir ve sindirim sırasında hidroliz yoluyla elde edilebilir.

Jeyasanta ve ark. [19] çalışmalarında çöp balıklarını işlemişlerdir. Çöp balıklarından yenilebilir balık tozu elde etmişlerdir. Balık unu hoş bir kokuya, %3,28 nem, %12,41 kül, %55,6 protein içeriğine sahip ve mineral yönünden zengin olmakla birlikte yağ oranı (%0,5) düşüktür. Beslenme çalışmaları, bu yenilebilir balık tozunun büyüyen bebekler ve emziren anneler için gıdalara eklenebileceğini göstermiştir. Yenilebilir balık tozunun avantajlarından biri düşük değerli çöp balıklarından maksimum faydalanma yollarını bulmak diğeri ise protein açısından zengin gıdalar sağlamaktır.

İnsanlar diyetle sağlık arasındaki ilişkinin giderek daha fazla farkına vardıkça, balıkçılık ürünlerinin tüketimi artmaktadır. Tüketici, balık ve kabuklu deniz hayvanlarının besleyici ve sağlıklı besinler olduğunu kabul eder. Balık yağları, deniz yosunları ve balık proteinleri gibi deniz fonksiyonel bileşenleri fırıncılık, süt ürünleri, şekerleme ve makarna ürünlerinde kullanım alanı bulmuşlardır. Fırıncılık endüstrisi buğday esaslı ürün endüstrisi olarak ortaya çıktığından, omega-3 yağları bakımından zengin olan balık yağları ekmek ve diğer ürünlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Kadam ve ark. [20] ekmek ve makarna ürünlerinde fonksiyonel bileşenler olarak deniz ürünleri kullanmışlardır. Elde ettikleri ürünlerin tüketici tarafından kabul gördüğünü, gelecekteki diyetler için insanların tüm sağlık sorunlarının azaltılmasına yardımcı olacağını bildirmişlerdir.

### **2.2.1. Balık Kılçığı ve Kalsiyum**

Balık kılçığı, kas proteinlerinin iskelet yapısından ayrılmasından sonra kalan, gıda olarak kullanılmayan kısımdır. Sağlığa faydalı bileşenlerin değerli bir depolama yeridir [21]. Tüm balıktan ve atıktan elden edilen kılçıklar sağlıklı ürünler için hammadde ve balık yetiştiriciliği için girdi olarak kullanılabilir [22]. Balığın

toplam vücut ağırlığının yaklaşık %10-15'ini oluşturan kılçık kısmı atık olarak kabul edilmektedir [23]. Norveç'te her yıl 600 bin ton yan ürün üretilmektedir. Bu miktar avlanan ve yetiştirilen balıkların brüt ağırlığının %20'sinden fazlasına eşdeğerdir. Yan ürünlerin çoğunluğu yem üretimi için düşük kaliteli hammadde olarak kullanılmakta ve yaklaşık 180 bin tonu ise denize dökülmektedir [23]. Babel ve ark. [24], balık endüstrisinde ortaya çıkan yan ürünlerin bir kısmının değerlendirilemeyerek gömüldüğünü bildirmiştir. Hemung ve Sriuttha [25], balık kılçığının hayvan yemi elde etmek üzere kemik unu olarak işlendiğini ancak bu yöntemin ekonomik olmadığını bildirmektedir. İnsan tüketimi için çok önemli bir protein kaynağı olan balığın dünya genelinde yılda yaklaşık 148 milyon ton elde edildiği, göz önünde bulundurulduğunda balıkçılık yan ürünlerinin değerlendirilmesinde yeni alternatiflerin üretilmesinin önemi hızla artmaktadır [26]. Değerlendirilmeyen balık kılçıklarının hayvan yemi olarak kullanılması ya da Norveç örneğinde olduğu gibi denize dökülmesi yerine insan tüketimi için kullanılması çevresel ve ekonomik avantaj sağlamaktadır. Balık yan ürünlerinin değerlendirilmesinde önemli pazarlar yem sanayii, gıda katkıları, kozmetik, biyoteknoloji ve endüstriyel uygulamalardır.

Major minerallerin ana fonksiyonları iskelet yapısını, koloidal sistemin idamesi ve asit-baz dengesinin düzenlenmesidir. Mineraller aynı zamanda hormonların, enzimlerin ve enzim aktivatörlerinin önemli parçalarını oluşturmaktadır. Tablo 2.2'de insan vücudundaki ana elementler gösterilmiştir [27]. İnsan kemik dokuları başlıca hidroksiapatit ( $Ca_5(PO_4)_3OH$ ) ile kaplanmış bir organik hücresel matristen oluşmuştur. Kemik dokuları kalsiyum ve fosfor depolanması için önemli bir yerdir ve bu mineraller plazma konsantrasyon düzenlenmesinde gereklidir. Yumuşak dokulardaki fizyolojik öneminden dolayı diyet ile karşılanmadığı zaman kemiklerde bulunan fosfor ve kalsiyum diğer dokulara taşınabilir [22]. Kalsiyum ve fosfor ideal kemik gelişimini devam ettirmek için zorunludur. Çocukluk döneminde ve gelişme dönemlerinde raşitizm ve osteomalazi hastalıklarını önlemek için bu iki elemente daha çok ihtiyaç duyulmaktadır [13].

Kalsiyum insan sağlığı için gerekli zorunlu minerallerden biridir. Kemikler ve dişler yaklaşık olarak vücuttaki toplam kalsiyumun %99'unu bulundurmaktadır. Kalsiyum, sinir iletimi, kasların kasılması ve kan pıhtılaşması gibi değişik fizyolojik aktivitelerde hayati rol oynar. Kalsiyum seviyesi vücutta düştüğü zaman seviye

muhafaza edilene kadar kemiklerden kalsiyum yer deęiřtirir. Kalsiyum eksiklięi osteoporoz olarak adlandırılan kemik deformasyonuna neden olur. Kalsiyum genellikle diyetten elde edilir ve dzenli diyetlerin çoęunda ciddi yetersizlikler ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle gıda ile birlikte kalsiyum desteklerinin alınması Ca eksiklięinin giderilmesi için bir gerekliliktir [21].

**Tablo 2.2.** İnsan vücudundaki ana elementler [27]

Elementler	İçerik g/kg
Kalsiyum	10-20
Fosfor	6-12
Potasyum	2-2.5
Sodyum	1-1.5
Klorür	1-1.2
Magnezyum	0.4-0.5

Balık kılçıęı potansiyel bir kalsiyum kaynaęıdır. Balık kılçıęının %60-70'i başlıca  $Ca^{++}$ , P ve hidroksiapatit olmak üzere inorganik maddelerden oluşmaktadır [21]. Balık kılçııkları yüksek  $Ca^{++}$  içerięine sahiptir.  $Ca^{++}$  ve P yaklaşık tüm balıęın %2'sini (20 g/kg kuru aęırlık) oluşturmaktadır [23]. Logesh ve ark. [21] alıřmalarında sardalya kılçııklarının mükemmel kalsiyum deposu gibi işlev gördüğünü ve kalsiyum tabletleri için kullanılabileceęini bildirmiřtir. Aynı alıřmada sardalye ve kayıř balıęı kılçık tozlarının  $Ca^{++}$  seviyeleri sırasıyla %32,73 ve %27,81, P seviyeleri ise %17,2 ve %10,83 olarak ifade edilmiřtir. Toppe ve ark. [22] Morina balıęı, somon, alabalık ve orkinos kılçık tozlarının  $Ca^{++}$  içeriklerini 135–190 g/kg, P içeriklerini 81–113 g/kg, Fe içeriklerini 3– 56 mg/kg, F içeriklerini 0,09–0,26 g/kg ve Zn içeriklerini 98–233 mg/kg olarak belirlemiřlerdir.

Balık kılçııkları atık olmakla birlikte düşük maliyetli ve zengin bir kalsiyum fosfat kaynaęı olarak bilinmektedir. Kalsiyum fosfatların yenilenebilir yan ürünlerden deęerlendirilmesi hem atık yönetimi hem de ileri malzeme üretimi açısından deęerlidir. Balık kemiklerinin yeniden kullanılması, çevreye atılma maliyetlerini ve çevre kirlilięi riskini azaltmaktadır. Nihai ürünler, kalsiyum fosfatlar, başlangıç materyali olan balık kılçııklarından daha yüksektir. Terzioęlu ve ark. [28] balık

kılçığının, iyi biyolojik aktiviteler gösteren toksik olmayan kalsiyum fosfat elde etmek için mükemmel bir kaynak olduğunu söylemişlerdir. Balık kılçığı kaynaklı kalsiyum fosfatların, ticari olanlarla benzer işlevleri yerine getirdiği kanıtlanmıştır. Bu bağlamda, balık kemikleri, biyomalzemelerin üretilmesine önemli bir katkı sağlayacaktır. İlaç dağıtımı, doku mühendisliği ve çevresel iyileştirme gibi çeşitli uygulamalarda kullanılacak bir dizi ürünün hazırlanmasında büyük potansiyele sahiptirler.

Bir hammaddenin  $Ca^{++}$  takviyesi olarak değerlendirilmesinde  $Ca^{++}$  içeriği önemli bir faktördür. Eğer  $Ca^{++}$  içeriği çok düşük ise yeterli  $Ca^{++}$  alımı için alınacak tablet yutulmayacak kadar büyük veya alınacak hap sayısı çok fazla olur. Kalsiyum karbonat ( $CaCO_3$ ) besinsel takviye olarak en yaygın kullanılan kalsiyum tuzudur. Çünkü elemental  $Ca^{++}$  içeriği yüksektir (yaklaşık %40). Balık kılçığının  $Ca^{++}$  içeriği %16-26 arasında değişmektedir. Balık kılçığının kalsiyum içeriği kalsiyum karbonata ( $CaCO_3$ ) göre biraz düşüktür. Ancak kalsiyum asetat ( $Ca(C_2H_3O_2)_2$ ), kalsiyum sitrat ( $Ca_3(C_6H_5OH)_2$ ), kalsiyum laktat ( $Ca(C_3H_5O_3)_2$ ) ve kalsiyum glukonat ( $C_6H_{11}O_7 \times 1/2Ca$ ) gibi diğer kalsiyum tuzları ( $Ca^{++}$  içerikleri %9-25) ile karşılaştırıldığında balık kılçığının  $Ca^{++}$  içeriği yüksektir [23].

Malde ve ark. [23], yaptıkları çalışmada somon balığı kılçığı, morino balığı kılçığı ve 4 farklı marka  $Ca^{++}$  takviyesinin mineral madde kompozisyonunu kıyaslamışlardır. Somon ve Morino balık kılçıklarının iki  $Ca^{++}$  takviyesi markasından çok daha iyi bir  $Ca^{++}$  kaynağı olduğunu tespit etmişlerdir. Bunun yanında, balık kılçıkları P ve K ve Mg içerikleri bakımından tüm  $Ca^{++}$  takviyelerine benzerlik göstermektedir.

Bubel ve ark. [24], Atlantik somon balığı ve Baltık morina balığından hazırladıkları  $Ca^{++}$  preparatlarının (balık kılçığı tozu) bazı fizikokimyasal özelliklerini incelemiş ve preparatların  $Ca^{++}$  içeriklerini sırasıyla %24,92, %27,79, P içeriklerini %12,50, %13,40 olarak bulmuşlardır. Balık kılçığı tozlarının önemli oranda protein (%10,78–14,20) içermeleri de besin değerinin ne denli zengin olduğunu göstergesidir.

**Tablo 2.3.** Farklı Ca<sup>++</sup> kaynaklarının mineral kompozisyonu [23]

Mineral (g/kg kuru ağırlık)	Somon balığı kılçığı	Morina balığı kılçığı	Eczaneden veya sağlık mağazasından temin edilen Ca <sup>++</sup> takviyesi (g/kg kuru ağırlık)			
			A	B	C	D
Ca <sup>++</sup>	157	248	0,04	24	336	324
K	3,2	2,3	0,0069	0,083	1,3	0,095
Mg	2,6	3,5	0,004	0,085	2,9	1,8
Na	3,1	6,0	0,0024	0,28	5,9	0,27
P	89	180	<0,04	<0,04	0,95	0,27

Kalsiyum, büyüme ve yaşlılık döneminde optimal kemik kitlesini sağlamak ve korumak için oldukça önemlidir. Flammini ve ark. [29] hake balık kılçığını (HBF) kalsiyum kaynağı olarak kemik mineralizasyonu etkinliği için değerlendirmişlerdir. Osteosarkom SaOS-2 hücrelerinde *in vitro*, kalsiyum içermeyen osteojenik ortamda (OM) kültürlenmiş ve gençlerde *in vivo*, büyüyen sıçanlar düşük kalsiyumlu bir diyet uygulamışlardır. *Lithothamnium calcareum*'dan türetilmiş bir Ca<sup>++</sup> takviyesi olan Lithotame (L) kontrol olarak kullanılmıştır. *In vitro* deneyler, HBF desteğinin standart OM'ye benzer kemik mineralizasyonu sağladığını, L takviyesinin daha düşük aktivite gösterdiğini göstermiştir. *In vivo* düşük kalsiyum HBF ilavesi ve L ilaveli diyet benzer şekilde kemik birikimini etkilediği belirlemişlerdir. Kalsiyum/fosfor mineral içeriği gibi kemik mineralizasyonu ile ilgili fiziko-kimyasal parametreler, her iki Ca<sup>++</sup> takviyesinden de, herhangi bir belirgin olumsuz etki olmadan, faydalı etkiler göstermiştir. Balık endüstrisi yan ürünlerinden elde edilen HBF'nin L'ye benzer etkinliği olan iyi bir kalsiyum kaynağı olduğu sonucuna varmışlardır [29].

### 2.2.2. Kalsiyumun *in vitro* sindirimi

Balık kılçığı önemli bir Ca<sup>++</sup> kaynağıdır. Bununla birlikte, balık kılçığından elde edilen kalsiyumun biyoerişilebilirliği ve potansiyel uygulamaları üzerine şimdiye kadar kısıtlı çalışma gerçekleştirilmiştir [21]. Malde ve ark. [23] yaptığı çalışmada somon ve morina balığı kılçıkları ile CaCO<sub>3</sub> için kalsiyum emilimini sırasıyla %21,9, %22,5 ve %27,4 olarak bildirmiştir. Balık kılçıklarının Ca<sup>++</sup> emilimi ticari CaCO<sub>3</sub>'tan

biraz düşük olup istatistiksel açıdan farklı bulunmamıştır ( $p>0.05$ ). Ancak, balık kılçığının  $Ca^{++}$  kaynağı olarak kullanılmasıyla atık niteliğindeki doğal bir  $Ca^{++}$  kaynağının bu amaçla değerlendirileceği düşünüldüğünde balık kılçığının ticari  $CaCO_3$ 'a alternatif olabileceğini söylemek yanlış olmayacaktır.

Süt ürünlerinden laktoz intoleransı nedeniyle kaçınılması, vücutta kalsiyum yetersizliğine yol açabilir. Bu sorunu ele almak için bir yaklaşımda bulunan Nemati ve ark. [30], ton balığı tozunu (TBP), unlu mamulleri takviye etmek için bir kalsiyum takviyesi olarak formüle etmişlerdir. Yaptıkları çalışmada, alkalın işlemiyle geri kazanılan TBP, 38,16 g/100g kalsiyum ve 23,31 g/100g fosfor içermiştir. 2:1'e yakın olan  $Ca^{++}:P$  oranı insan kemiklerindeki benzerlik göstermektedir. TBP'de kalsiyum mevcudiyeti %53,93'tür. Bu da trikalsiyum fosfat (TCP) dışında çoğu kalsiyum tuzundan önemli ölçüde yüksektir. TBP ile güçlendirilmiş çerezlerde veya TCP ile güçlendirilmiş çerezlerde *in vitro* kalsiyum sindirimi sırasıyla %38,9 ve %39,5 ile karşılaştırılabilir. Bu değerler TBP takviyeli ekmek (%36,7) veya TCP takviyeli ekmek (%37,4) sonuçlarından daha yüksek bulunmuştur. Ton balığı tozu ve trikalsiyum fosfat içeren unlu mamullerin duyusal değerlendirmesinin karşılaştırılabilir puanlar vermesi balık ununun yüksek kalsiyumlu fırın ürünlerinin üretiminde kullanılabilir olduğunu göstermektedir.

Brun ve ark. [31] bireylerde kalsiyum eksikliğini gidermek için yumurta kabuğu tozu ile  $Ca^{++}$  takviyesi elde etmişlerdir. Kimyasal ve mekanik işlemlerden sonra ekmek, pizza ve spaghetti gibi tüketilen ürünlere ilave edilen yumurta kabuklarının tozlarının tatta değişiklik yaratmadığını, doku da ise küçük değişiklikler yarattığını belirtmişlerdir. Araştırmacılar tek bir yumurta kabuğunda bulunan kalsiyum miktarının  $2,07\pm 0,18$  g olup yarım yumurta kabuğunun yetişkin bir insanın günlük ihtiyaç duyduğu Ca miktarını sağlayabildiğini tespit etmişlerdir. Yumurta kabuğu tozu içeren diyetten  $Ca^{++}$  emilimi %45,59 iken  $CaCO_3$ 'ün kalsiyum takviyesi olarak kullanıldığı bir diyetten  $Ca^{++}$  emilimi %39,88' dir. Vücut ağırlığı artışı ve besin alımı her ikisinde de benzerlik göstermektedir.  $Ca^{++}$  miktarını bekledikleri gibi yüksek bulduklarını ancak diğer elementlerin (Na, K, P) seviyelerinin günlük ihtiyaçları karşılamayacak kadar düşük tespit edildiğini; Cu, Zn, Fe, Al ve Hg'nın ise tespit edilemediğini belirtmişlerdir.

### 2.2.3. Balık Kılçığı ve Kolajen

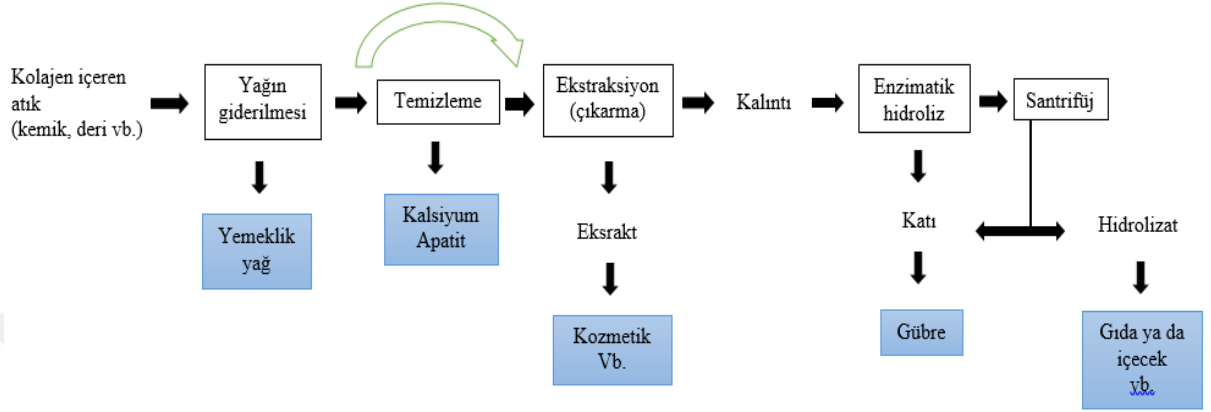
Balık kılçığı esasen kalsiyum ve fosfor gibi mineraller yönünden zengin olmakla birlikte aynı zamanda yapısında önemli seviyede protein ve kolajen bulundurmaktadır. Choi ve ark. [32] Morina, Alaska mezzit, dil, hoki, yılan balığı ve orkinos kılçıklarının protein içeriğinin yaş temelde %14,2–16,9 arasında değiştiğini bildirmiştir. Bubel ve ark. [24] Atlantik somon ve Baltık Morina balık kılçıklarının protein içeriğinin %10,78 ve %14,20 olduğunu belirtmişlerdir. Petenuci ve ark. [33] tatlı su çipurası kılçık tozunun protein içeriğini %14,85 olarak belirlemiştir. Toppe ve ark. [22] 8 farklı balığa ait kılçıkların amino asit profilini incelemiş ve sonuçların 970-1066 g/kg ham protein arasında değiştiğini, kılçıkların protein içeriğinin çalışmada tanımlanan aminoasitlerle açıklanabileceğini bildirmiştir [22]. Kolajen, vücudu bir arada tutan bir yapı olup cilt, kemik, kas, bağ dokusu ve tendon gibi vücut dokularını desteklemekte ve bu dokuların birbirlerine bağlanmasını sağlamaktadır. Sikorski ve ark. [34] kemiklerdeki proteinlerin başlıca kolajenden oluştuğunu ifade etmiştir. Choi ve ark. [35] morina, Alaska mezzit, dil, hoki, yılan balığı ve orkinos kılçık tozlarının kolajen içeriğini 3,94–5,86 g/100g arasında belirlemiştir. Bu oran vücudun kolajen içeriğini desteklemek üzere alınan bazı gıda takviyelerindeki kolajene (40 mg) eşdeğer miktardadır.

Morimura ve ark. [36] hayvancılıkta ve balık atıklarında bulunan kolajenin etkin kullanımı için bir süreç geliştirmiştir. Süreç ön işlemden, yüksek moleküler ağırlıklı proteinin ekstraksiyonundan ve ekstraksiyon işlemi tortusunun enzimatik hidrolizinden oluşur. Şekil 2.2'de gösterildiği gibi geliştirilen yöntem ile atıklar değerli malzemelere dönüştürülebilmektedir.

Morimura ve ark. [36] ön işlem aşamasında, yağ ve inorganik maddeler uzaklaştırılmıştır. Bu işlemde çıkarılan yağ, yemeklik yağ üretimi için kullanılabilir. Ön muamelenin ardından, yüksek moleküler ağırlıklı bir protein, 60°C'da 1 saatlik bir reaksiyon süresiyle çıkarılabilir. Asidik koşullar altında 60°C (pH 3) elde edilen ekstrakt, yüksek su tutma kapasitesi, pürüzlü cildi tamir etme yeteneği, herhangi bir koku problemi olmaması ve cilt üzerinde zararlı etkisinin olmaması nedeniyle kozmetiklerde faydalı uygulamalara sahip olabilir. Protein ekstraksiyon işleminin kalıntıları, ticari olarak temin edilebilen enzim L (Alkalın proteaz gibi Bacillus türlerinden köken alan L enzimleri) ile kolayca hidrolize edilmiştir.



Hidrolizatın, yüksek anti-radikal aktivitesi ve yüksek kan basıncın düşürmek için potansiyeli nedeniyle gıda takviyesi olarak kullanılmaya uygun olduğunu belirlemişlerdir.



**Şekil 2. 2.** Kolajen içeren hayvancılık ve balıkçılık atıklarının etkin kullanımı

Yan ürünlerin daha etkin kullanılmasına yönelik bir araştırma yapan Nagai ve ark. [37] sırasıyla balık derisi (1), kılçığı (2) ve yüzgeçlerinden(3) tip I kolajeni hazırlamışlardır. Bu kolajenlerin verimleri şu şekildedir: (1) deri kolajen, sırasıyla %51,4 (Japon levreği), %49,8 (uskumru) ve %50,1 (boğa başı köpekbalığı); (2) kemik kolajen, %42,3 (orkinos), %40,7 (Japon levrek), %53,6 (ayu), %40,1 (sarı çipura) ve %43,5 (at uskumru); (3) liyofilize edilmiş kuru ağırlık esasında,%5,2 (Japon deniz levreği asitte çözünen kolajen) ve %36,4 (Japon deniz levreği asitte çözünmeyen kolajen). Nagai ve ark. [37] elde ettikleri bu değerlerle, balık yan ürünlerinin bir kollajen kaynağı olarak kullanılma potansiyeline sahip olduğunu tespit etmişlerdir.

### 2.3. Tablet Üretimi ve Tabletlenebilirlik

Tablet ve tablet bileşiminden bahsetmeden önce ilaç terimini açıklamak gerekir. Doğal kaynaklardan veya sentezlenerek elde edilen ilaç, sadece hastalık tanısı için değil, hastalığın önlenmesi, tedavisi, vücut işlevlerini koruyan, değiştiren ya da düzelteren kimyasal madde olarak bilinmektedir [38]. Tabletleme ilaç sanayiinde önemli bir temel işlemdir. Bir toz karışımının bir kalıpta mekanik kuvvet uygulanmasıyla spesifik bir mekanik dayanımda sıkıştırılmış kitle oluşturma kabiliyetinin anlaşılması

yeni tablet formülasyonlarının oluşturulması için büyük bir öneme sahiptir (ICHQ8, 2009). Tablet üretiminde tabletlerin nakliye, hastalar tarafından taşınma, ileri işlemlere karşı dayanıklı olması gerekmektedir. Tablet dayanıklılığı bir sıkıştırma testi ile tabletin kırılma kuvvetinin ölçülmesi yoluyla belirlenir. Bir formülasyonun tabletlenebilirliği uygulanan basınçla tabletin gerilme mukavemetinin nasıl değiştiğinin açıklanması için kullanılmaktadır [39].

İlk defa 1843 yılında İngiltere’de W. Brockedon tarafından tablet, toz ya da granüllerin tablet basma makinelerinde basılan, kendi özgün renk ve şekli olan ve ağız yoluyla kullanılan katı ilaçların tümü olarak ifade edilmiştir [38]. Tablet teriminin kökeni Latince “tabuletta” kelimesinden, tabletlerin Latince isimleri ise üretim teknolojisindeki basım işlemlerinden dolayı “compressi” den gelmektedir [38].

İlaç endüstrisinde sıkça kullanılan tablet, etkin maddenin çeşitli yardımcı maddelerle karıştırılarak basınç uygulamaya hazır hale getirilir. Hazır hale getirilerek belirli özellikteki cihazlarla basınç uygulanarak elde edilmek istenen, amaca uygun özelliklerde, şekilde ve boyutta sıkıştırılarak toz kütlesi haline getirilmiş ürünlerdir [38].

Tablet basım yöntemleri; doğrudan basım, kuru granülasyon ve yaş granülasyon olmak üzere üçe ayrılmaktadır. Tabletler, granülasyon işleminden sonra granüllerin diğer yardımcı maddelerin süper dağıtıcılarla karıştırılmasıyla hazırlanmaktadır [40]. Granülasyon işlemi ise bağlayıcı ile toz karışımının partiküllerinin kümeleşmesinin sağlanmasına denir [38].

Dağıtıcı amaçla kullanılan yardımcı maddeler, nişasta ve modifiye nişasta (karboksimetilselüloz), modifiye selüloz, aljinik asit, çapraz bağlı polivinilpirolidon, sodyum aljinat, metakrilik asit-diyinilbenzen kopolimer tuzları ve mikrokristalin selülozdur [38]. Diğer yardımcı maddeler, bağlayıcı maddeler, dolgu maddeleri ve seyrelticiler, dağıtıcı maddeler, renk maddeleri, kaydırıcılar ve tat düzenleyicilerdir [41]. Bu yardımcı maddelerden bağlayıcılar projede kullanılması nedeniyle aşağıda açıklanmıştır.

## 2.4. Bağlayıcılar

Tozlardan granül, granüllerden tablet oluşumu için gerekli maddelerdir. Bağlayıcılar sayesinde bir tabletin sağlamlığı ve bütünlüğü sağlanır. Su, alkol gibi bir çözücüde çözüldürülerek eklenebileceği gibi kuru karışıma da doğrudan eklenebilir. En fazla tercih edilen bağlayıcı polivinilpirolidon (PVP)'dir. Yaş granülasyonda kullanılan PVP, alkolde ve suda çözünme özelliğine sahiptir. Genellikle %2,5-5'lik çözeltisi hazırlanır [38].

Etken maddenin stabilitesini güvence altına alabilmek ve etken maddenin bağlayıcı maddenin çözücüsünden etkilenmemesi için kuru granülasyon yöntemi tercih edilmektedir. Çalışmamızda da kullandığımız yöntem olan kuru granülasyon yönteminin esası, toz maddelerin doğrudan basım işlemine tabi tutulması, etken ürünün istenen partikül boyutuna getirildikten sonra tablet basımına geçilmesidir. Mekanik sıkıştırma söz konusudur [38]. Kuru granülasyonda kullanılan PEG 4000, balık kılçık tozlarında en iyi sıkıştırmayı sağlayan bağlayıcı olmuştur. Kuru granülasyonda kullanılan bağlayıcılara örnek olarak mikrokristal selüloz (MCC), hidroksipropil selüloz (HPC), copovidon (COP) ve krosopovidon (XPVP) verilebilir [42].

Mohamed ve ark. [43] çalışmalarında tablet boyutunun ve ağızda bıraktığı etkiden bahsetmişlerdir. Tabletleri 19x9x7 mm boyutunda, 950 mg ağırlığında ve doğrudan sıkıştırma yöntemi ile hazırlamışlardır. Bağlayıcı ve kaplama maddesi olarak %69 laktöz monohidrat, %15 mikrokritalin selüloz, %5 mısır nişastası, %0,5 koloidal silika ve %0,5 magnezyum stearet kullanmışlardır. Tabletler üzerindeki kaplamaların da incelendiği bu çalışmada, kaplanmış tabletlerin daha yutulabilir olduğunu ve çalışmada belirlenen boyutun yutulması oldukça zor bir boyut olduğunu tespit etmişlerdir. Kaplanmamış tabletlerin daha çok sıkışacağını, bu nedenle yutmanın zorluğundan bahseden araştırmacılar kaplamaların oluşturduğu kaygan yapının *in vitro* sindirimi kolaylaştırdığını belirtmişlerdir. Yapılan çalışma sonucunda tableti kullanan kişinin yaşı, cinsiyeti, tabletin şekli, kalınlığı, lezzeti, tabletin kaplı olup olmaması ve pürüzlülüğü gibi parametrelerin tabletlerin yutulabilirliğini etkilediklerini ve tabletin pürüzlülüğü için 70 mm, kayganlığı için 20 mm kesilmesini uygun görmüşlerdir.

Oscar ve ark. [44] çalışmalarında kuru granülasyon yöntemini kullanarak MCC (mikrokristal selüloz), HPC (hidroksipropil selüloz), COP (copovidon) ve XPVP (krosopovidon) bağlayıcılarını kullanmışlardır. COP, MCC, XPVP kullanılan tabletlerde kırılmanın fazla olduğunu, HPC kullanılan tabletlerde kırılma olmadığını gözlemlemişlerdir. Çalışma sonucunda HPC bulunan tabletlerin, düşük basınçlarda en iyi performansı gösterdiği, gevreklik için uygun, yüksek esnekliğe sahip olduğu anlaşılmıştır [42].

Kaplamalı tabletleri pres makinesiyle basarak tabletlerin mekanik özelliklerini inceleyen Samantha ve ark. [45] kaplama maddesi olarak hidroksipropil metilselüloz, (HPMC), ferrik oksit ve magnezyum stearat (MgSt), bağlayıcı olarak mikrokristalin selüloz (MCC) ve  $\alpha$ -laktoz monohidrat (LAC), ilaç katkı maddesi olan ve tabletin dayanıklılığını arttıran dikalsiyum fosfatdehidrat (PDC) kullanmışlardır. MCC ve HPMC ile LAC ve PDC ye göre daha sert tabletler elde edildiği belirlenmiştir. Bu çalışma tabletlerde kullanılan maddelerin tabletlerin mekanik özelliklerini ve kalitesini etkilediğini ve üretimin verimli olabilmesi için kullanılan oranların önemini vurgulamıştır [45].

#### **2.4.1. PEG 4000**

Poliyeten glikol üretimi ilk kez 1859 yılında bildirilmiştir. Etilen oksidin su, etilen glikol veya etilen glikol oligomerleri ile etkileşimi ile üretilir. Endüstriyel imalattan ilaca kadar birçok uygulamaya sahip olan bir poliyeter bileşimidir. Poliyeten glikol bileşiklerinden biri olan PEG 4000, renksiz ve kokusuzdur. Su, metanol, etanol, benzen asetonitril ve organik solventlerle çözünebilirken dietil eter ve hekzan içinde çözünmez. Genellikle sıvı formda bulunan PEG 4000, çok yüksek saflıklarda kristal yapıda bulunabilmektedir. İyonik olmayan yüzey aktif maddeler üretmek için hidrofobik moleküllere bağlanır. Tabletlerde yardımcı madde olarak kullanımı dışında gıdalarda, kozmetikte, eczacılıkta, merhemlerde, fitil bazlarında da kullanılmaktadır [46].

Hidrofilik bir taşıyıcı olarak bilinen PEG 4000'in, gaz antisolvent kristalizasyon tekniğinde (GAS) kullanılarak zayıf çözünür karbamazepin için arttırılmış bir salım dozaj formu hazırladığı düşünülmektedir. GAS işleminin ilacın fiziksel durumuna etkisini anlamak için termal analizler, lazer granülometre, toz X-ışını kırınımı testleri

uygulanmıştır. Bu teknolojiyle tedaviden önce ve sonra ilacın katı formuyla uyum sağladığı gözlemlenmiştir. Ancak Moneghini ve ark.[47] toz boyutlarının küçültülmesi, katı halden kristal halde gelmesi gibi, hidrofilik polimerin varlığı ile *in vitro* özelliğinin kayda değer bir artış gösterdiğini belirtmişlerdir.

Erime noktası düşük olan PEG 4000, suda çözünmeyen ilaç olarak bilinen karbamazepinin içerisine farklı oranlarda eklenmiştir. Ayrıca hidrofilik bir dolgu maddesi olan laktoz da dahil edilmiştir. Ekstrüdatların çözünmesi ve bunlara karşılık gelen fiziksel karışımlar karşılaştırıldığı çalışmada ilacın fiziksel formunda değişiklik olmadığını belirten Beatrice ve ark. [48] çözünme açısından bakıldığında ekstrüzyon işlem hızının etkilendiğini ancak ürünlerin performanslarının etkilenmediklerini ifade etmişlerdir. Hidrofilik özellikte olan laktozun ilavesi ile çözünme hızının azaldığını tespit etmişlerdir. Eliane ve ark. [49] çalışmalarında PEG (400-4000-6000) türevlerinin, balık yağının çözücü içermeyen transesterifikasyonunda etkili olduğunu göstermektedirler. Başka bir çalışmada Meenakshi ve ark. [50] ilk kez yenilebilir Pektin/PEG hidrojel (PP) kullanmışlardır. Elde edilen verilerle insan sağlığındaki yaygın sorunların üstesinden gelebileceklerini ve kaliteli gıda takviyeleri elde edebileceklerini ifade etmişlerdir.

Yapılan diğer bir çalışmada George ve ark. [51] PEG'in moleküler ağırlıklarının (MW) ve PEG etkileşimlerinin nanoclay ve grafen oksit gibi nano doldurucularla muz pseudostem (muz lifi) nanoselüloz filmleri özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. PEG MW filmlerin özelliklerini etkilediğini belirten araştırmacılar düşük MW PEG'lerin nanoselüloz ile daha yüksek MW PEG'lerden daha iyi etkilediğini ve filmlerinin esnekliğini yaklaşık %100 arttırdığını belirtmişlerdir. Bu çalışmada, PEG'in nanodoldurucularla birleştirildiğinde muz liflerinin nanoselüloz filminin özelliklerinin geliştirilebildiği tespit edilmiştir.

Abid Mehmood ve ark. [52] yaptıkları çalışmada polivinilpirolidon (PVP) ve polietilen glikol (PEG) bağlayıcılarını birleştirerek karakterize etmek, ilaç takviyesi olarak kullanılan silymarinin suda çözünürlüğünü arttırmak ve çözünme oranını iyileştirmeyi amaçlamışlardır. Araştırmacılar PVP K-30 ve PEG 6000 kombinasyonu içeren formülasyonun çözünme profilinin neredeyse %100 olduğunu ve suda çözünürlüğü olumlu yönde etkilediğini belirtmişlerdir. Elde edilen bu formülasyon,

gelişmiş çözünürlük ve çözünme oranı ile oral yolla alınabilen sliymarinin etkili bir ilaç takviyesi olabileceğini kanıtlamıştır.

Balık kılçığı üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde; Birçoğunun balık kılçığından  $Ca^{++}$  kaynağı toz üretimi ve kalite özelliklerinin belirlenmesi (Bubel ve ark. [24]; Petenuci ve ark. [33]; Malde ve ark. [23]; Toppe ve ark. [22]; Choi ve ark. [32]; Hamada ve ark. [53]; Hemung [54]) üzerine olduğu görülmektedir.

Balık kılçığının potansiyel bir gıda takviyesi olduğunu bildiren çalışmalar da mevcuttur (Mishra ve Chandra [55]; Huo ve ark.[56]; Techochatchawal ve ark. [57]; Petenuci ve ark. [33]). Petenuci ve ark. [33] Nil tatlısu çipurasının elde ettikleri kılçık tozunun yüksek protein, kalsiyum, demir ve fosfor içeriği ile alternatif bir gıda takviyesi olduğunu bildirmişlerdir. Malde ve ark. [23] elde ettikleri iki farklı balık kılçığı tozunu ve 4 marka  $Ca^{++}$  takviyesini mineral madde kompozisyonu bakımından kıyaslamış ve balık kılçıklarının bazı  $Ca^{++}$  takviyesi markalarından üstün özelliklerde olduğunu tespit etmişlerdir. Bubel ve ark. [24] Atlantik somon ve Baltık morina balıklarının kılçıklarından  $Ca^{++}$ , P ve proteince zengin  $Ca^{++}$  preparatları elde etmiştir. Balık kılçığından takviye edici gıda elde edildiği çalışmalardan birinde Mishra ve Chandra [55]  $Ca^{++}$ , P ve kollajence zengileştirilmiş ürün elde etmişlerdir. Balık kılçığının çeşitli ürünlerin üretiminde kullanıldığı çalışmalar ise çok sınırlıdır (Abdel-Moemin [55]; Sirichokworrakit [58]; Chaimongkol [59]). Sirichokworrakit [58] yaptığı çalışmada tatlısu çipurası kılçık tozunu un ağırlığının %5, %10 ve %15'i oranında erişte üretiminde kullanmıştır. Duyusal analizler %5 tatlısu çipurası kılçık tozlu eriştenin en yüksek kabul edilebilirlik skorunu aldığını göstermiştir. %5 kılçık tozlu erişte %8,66 protein, %0,98 yağ ve %0,91 kalsiyum içermektedir. Chaimongkol [59] çalışmasında balık kılçığı tozunu gevrek pirincin kalsiyum bakımından zenginleştirilmesinde kullanmıştır. Kontrol gevrek pirinçte kalsiyum içeriği 65,33 mg/100g kuru ürün iken balık kılçığı tozunun tapyoka unu ile %17,5 oranında yer değiştirilerek üretilen gevrek pirincin  $Ca^{++}$  içeriği 1214 mg/100g kuru üründür. Abdel-Moemin [55] Nil tilapia balıklarının kılçıklarından elde ettikleri protein, kalsiyum, demir ve fosfor bakımından zengin tozu sağlıklı kurabiye üretiminde kullanmışlardır.

## 2.5. TEZİN AMACI

Bu çalışma Türkiye sularında üretilen balıkların (alabalık, levrek, çipura) kılçıklarından elde edilen tozların kimyasal özelliklerinin aydınlatılmasını ve söz konusu kılçık tozlarından Ca kaynağı gıda takviyesi tabletlerinin üretimini kapsamaktadır. Elde edilen alabalık, çipura, levrek kılçık tozu tabletlerinin fiziksel özellikleri, başta Ca, P miktarı olmak üzere mineral madde kompozisyonu, mineral biyoerişilebilirlikleri, kolajen içerikleri ve amino asit kompozisyonu belirlenerek piyasadan rastgele temin edilen ticari kalsiyum kaynağı bir gıda takviyesi ile mineral madde kompozisyonu bakımından karşılaştırılmıştır.



### 3. MATERYAL VE YÖNTEMLER

#### 3.1. Materyal

##### 3.1.1. Balık Kılçığı Temini

Alabalık, çipura ve levrek kılçıkları More Aquaculture (Ertuğ Balık Üretim Tesisi A.Ş.-More Su Ürünleri A.Ş. İzmir, TÜRKİYE ) firmasından 3 tekerrür halinde (100 kg/tekerrür/çeşit) temin edilmiştir. Temin edilen balık kılçıkları hızlı bir şekilde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü laboratuvarlarına getirilerek işleme alınmıştır. Yapılan ön denemelerde kılçık tozu verimi yaklaşık %3-5 arasında değişmiştir. Kılçık tozu üretimi sonucunda her bir tekerrürden yaklaşık 3 kg toz elde edecek şekilde balık kılçığı temin edilmiştir.

İşletmeden temin edilen balık kılçıkları Şekil 3.1, 3.2 ve 3.3'te görülmektedir.



Şekil 3.1. Alabalık kılçıkları



Şekil 3.2. Çipura kılçıkları





**Şekil 3.3** Levrek kılçıkları

### **3.1.2. Kimyasal Malzemeler**

Kaynar suda haşlama işlemi sonrası et ve debrislerinden arındırılması için kullanılan kimyasallar;

NaOH (%1 ve %8 lik)

Sitrik asit (%0,35), Sigma-Aldrich

Sodyum Hipoklorit (%2), Tekkim

Kimyasal analizler için kullanılan kimyasallar;

Dietil eter, Sigma-Aldrich

Sülfirik asit, Sigma-Aldrich

Borik asit, Merck

HCl (0,1N), Merck

Etil alkol, Merck

Kjeldahl tableti,

Nitrik asit, Merck

Tabletleme işlemi için kullanılan kimyasallar;

Polietilen glikol (PEG) 4000, Merck

Sindirim uygulaması için kullanılan kimyasallar;

Hidroklorik asit (%37) (258148), Sigma-Aldrich

Kalsiyum klorür dihidrat ( $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ), Merck

Kalsiyum klorür ( $\text{CaCl}_2$ ), Merck

Trikloroasetik asit (TCA) (Sigma Aldrich)

Hemoglobin (Sigma Aldrich)

Pepsin (P7000), Sigma-Aldrich

Tripsin (T0134), Sigma-Aldrich  
Alfa amilaz (A1031), Sigma-Aldrich  
Pankreatin (P1750), Sigma-Aldrich  
Safra ekstraktı (B8631), Sigma-Aldrich  
TRIS (25,285-9), Sigma-Aldrich  
p-toluensulfonil-L arginin metil ester (TAME, T4626), Sigma-Aldrich  
Pankreatin, Sigma-Aldrich  
Pefabloc enzimi, Acros

### **3.1.3. Alet ve Cihazlar**

Etüv (Mettler, Almanya)  
Bıçaklı öğütücü (Retsch Marka GM 200, Almanya)  
Otoklav (HMC – Hirayama – HV50L, Türkiye)  
Vakumlu etüv (EV 018 nüve, Türkiye)  
Tek zımbalı tablet pres makinesi (Renas, Türkiye)  
Kül fırını (CSF 1100 Carbolite Furnaces, İngiltere)  
Protein cihazı (Gerhardt Vapodest, Kutay, Türkiye)  
Renk cihazı (Konica minolta chroma meter CR-5, Japonya)  
Dijital kumpas (Absolute Digimatic 0-300mm, Almanya)  
Tekstür cihazı (TA.TX.plus Texture Analyser Stable Micro Systems, UK)  
Spektrofotometre (Multiskan GO, Thermo Scientific, Finlandiya)  
Laboratuvar tipi pH metre (WTW Marka PH 7110 Model)  
Dijital ayarlanabilir otomatik mikropipet seti (Brand Marka)  
Santrifüj, 12000 rpm (Daihan Scientific, WiseSpin CF-10 centrifuge, Seoul, Korea)  
Soğutmalı santrifüj, 6000 rpm (Hettich EBA 85, Zentrifugen, Almanya)  
Çalkalamalı inkübatör (IKA KS 4000 Control, Türkiye)  
Buzdolabı (Arçelik)  
Derin dondurucu (Uğur)

## 3.2. Yöntemler

### 3.2.1 Balık Kılçığından Kılçık Tozu Eldesi

Laboratuvara gelen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarından çeşme suyu ve kimyasal muamele yoluyla kılçık tozları elde edilmiştir. Kimyasal muamele ile elde edilen kılçık tozlarından gıda takviyesi tablet üretimi gerçekleştirilmiştir. Çeşme suyu ile muamele edilerek elde edilen kılçık tozları ise hammadde olarak değerlendirilmiş, kimyasal kompozisyon, amino asit ve mineral madde kompozisyonu belirlenerek hammaddelerin besin öğeleri ortaya konmuştur. Şekil 3.4'te balık kılçığı çeşidi verilmeksizin, çeşme suyuyla muamele ile elde edilen kılçık tozu (hammadde), kimyasal muamele ile (NaOH, Sodyum Hipoklorit, Sitrik asit) balık kılçığından elde edilen toz ve kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçığı tozundan üretilen tablet örneklerine yer verilmiştir.



**Şekil 3. 4.** a) Çeşme suyuyla muamele ile elde edilen balık kılçığı tozu, (b) Kimyasal muamele ile (NaOH, Sodyum Hipoklorit, Sitrik asit) balık kılçığından elde edilen toz, (c) Kimyasal muamele ile (NaOH, Sodyum Hipoklorit, Sitrik asit) elde edilen balık kılçığı tozundan üretilen tabletler

Şekil 3.5'te alabalık, çipura ve levrek kılçıklarına uygulanan analizler gösterilmiştir.



**Şekil 3.5.** Alabalık, çipura ve levrek kılıçıklarına uygulanan analizler

### 3.2.1.1. Çeşme Suyuyla Muamele Yoluyla Kılıçık Tozu Üretimi

Çalışma kapsamında hammadde olarak temin edilen alabalık, çipura ve levrek kılıçıklarının fiziksel ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi amacıyla balık kılıçıklarının üzerindeki et, yağ ve debrisler kimyasal proses olmaksızın çeşme suyu ile uzaklaştırılmıştır. Ertuğ Balık'tan gelen kılıçıklar bol su ile durulandıktan sonra kılıçık üzerindeki etler ayrılmaya başlayınca kadar kaynar suda haşlanmış ve üzerindeki etler uzaklaştırılmıştır. Kaynar suda haşlama işlemi sonrası et ve debrislerinden arındırılmış kılıçıklar Şekil 3.6, 3.7 ve 3.8'de görülmektedir.



**Şekil 3.6.** Kurutma öncesi alabalık kılıçıkları

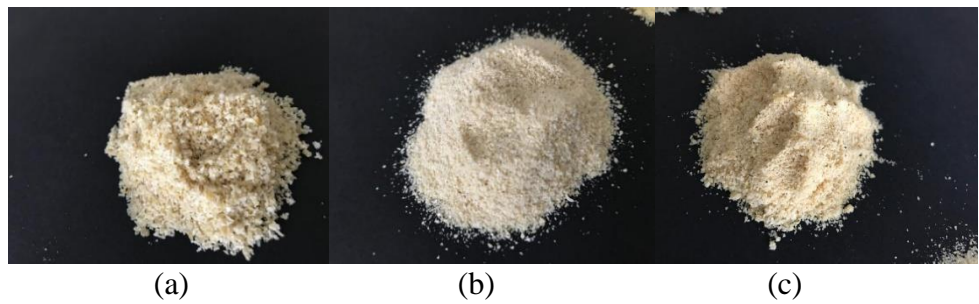


**Şekil 3.7.** Kurutma öncesi çipura kılçıkları



**Şekil 3.8.** Kurutma öncesi levrek kılçıkları

Kılçıklar tekrar çeşme suyu ile durulandıktan sonra 80°C’da 8 saat süreyle etüvde (Memmert, Almanya) kurutulmuş, bıçaklı öğütücüde (Retsch GM 200, Almanya) öğütülmüştür. Şekil 3.9’da etüvde kurutma ve öğütme işlemleri sonrası araştırma materyali hammaddelerini oluşturan alabalık, çipura ve levrek tozları görülmektedir.



**Şekil 3.9.** (a) Levrek, (b) alabalık ve (c) çipura kılçık tozları

### 3.2.1.2. Kimyasal Muamele İle Balık Kılçığı Tozu Eldesi

#### 3.2.1.2.1. Ön Denemeler

Balık kılçıkları çeşme suyuyla muamele ardından mekanik öğütme işlemiyle toz haline getirildiğinde kalsiyum ve diğer minerallerin biyoyararlılıkları çok düşük olmaktadır. Bu nedenle balık kılçığı kimyasal yöntemlerle toz haline getirilerek mineral biyoyararlılığı arttırılmaktadır.

3 farklı (alabalık, levrek, çipura) balık kılçığından kimyasal prosesle balık kılçığı tozu üretimi gerçekleştirilmiştir. Balık kılçığı tozu eldesinde kullanılacak en uygun NaOH konsantrasyonunun belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla balık kılçıkları öncelikle farklı NaOH konsantrasyonları (%1, %8) ve sadece su ile muamele edilmiş ve çalışmanın önemli çıktıları olan Ca ve kolajen oranları karşılaştırılmıştır.

Tablo 3.1’de çeşme suyu, %1 NaOH ve %8 NaOH ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının Ca ve kolajen oranları yer almaktadır. En yüksek Ca oranı %8 NaOH ile muamele edilen balık kılçıklarında tespit edilmiştir. Bunun nedeni olarak ise yüksek konsantrasyonlarda uygulanan NaOH’ın kılçık üzerinde bulunan debris uzaklaştırmakla kalmayıp aynı zamanda kılçık yapısında bulunan mineral maddeler dışındaki organik materyallerin (protein, yağ gibi) büyük çoğunluğunun parçalamasıdır. Nitekim Bubel ve ark. [24] araştırmasında NaOH’ın Atlantik somon kılçıklarında önemli bir parçalayıcı etkisinin olduğunu belirtmiştir. Bununla birlikte balık kılçıklarının kimyasal muamelesinde kullanılan farklı NaOH konsantrasyonlarının organik materyallerin parçalanma derecesi üzerine etkisi de farklı olmaktadır. Hemung [54], tatlı su çipurası kılçığının %0,8 NaOH ile muamelesinin ardından kılçık tozunun kimyasal kompozisyonunun %14,81 protein, %5,82 yağ ve %75,83 külden oluştuğunu bildirmiştir. Ancak çalışmada kılçık hammaddesinin (kimyasal muamele öncesi) kimyasal kompozisyonu verilmediğinden indirgenmenin oranını öngörmek zordur. Bubel ve ark. [24] ise %8 NaOH muamelesi ile Atlantik somon kılçıklarının protein oranının %18,02’den %10,78’e, yağ oranının %12,30’dan %0,12’ye düştüğünü, ham kül içeriğinin ise %4,09’dan %70,14’e yükseldiğini ifade etmiştir.

Sonuç olarak saf su ve farklı derişimlerde NaOH uygulamasının balık kılçıklarının kompozisyonları üzerine etkisi incelendiğinde artan NaOH derişimleri

organik materyallerin parçalanmasına bağlı olarak Ca içeriğinde artış sağlamaktadır. Artan mineral madde içeriği kılçık tozlarının P içeriğinin de artacağını bir göstergesidir. Balık kılçıklarında yüksek Ca ve P hedeflenen çalışmamızda %8 NaOH kullanılması uygun bulunmuştur.

**Tablo 3.1.** Çeşme suyu, %1 NaOH ve %8 NaOH ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının Ca ve kolajen oranları

	<b>Kalsiyum (%)</b>	<b>Kolajen (g/100g)</b>
Alabalık çeşme suyu	23,11	0,66
Alabalık %1 NaOH	30,36	0,43
Alabalık %8 NaOH	32,10	0,06
Çipura çeşme suyu	19,96	1,20
Çipura %1 NaOH	19,89	0,86
Çipura %8 NaOH	28,52	0,24
Levrek çeşme suyu	21,71	1,09
Levrek %1 NaOH	25,63	0,59
Levrek %8 NaOH	28,58	0,06

### 3.2.1.2.2. Esas Denemeler

Balık kılçıkları Bubel ve ark. [24] yöntemi modifiye edilerek 3 tekerrür halinde üretilmiştir. Bu yöntemde göre; Balık kılçıkları balık eti dokularının uzaklaştırılması için %8'lik NaOH çözeltisi (1:2 w/v) içinde 90°C'da 40 dk süreyle ısıya maruz bırakılmıştır. İşlem sonrası süzülme ile ayrılan balık kılçıkları çeşme suyu ile durulandıktan sonra yumuşatılmak üzere 121°C'da ve 15 psi basınçta 60 dk otoklavlanmıştır. Balık kılçıkları koku giderilmesi amacıyla ve kalan organik materyallerin uzaklaştırılması amacıyla %0,35 sitrik asit çözeltisi (1:5 w/v) içinde 1 saat süresince bekletilip süzildikten sonra çeşme suyu ile durulandı. Ardından %2'lik sodyum hipoklorit çözeltisi (1:5, w/v) içinde 1 saat bekletildi. Süzildikten sonra çeşme suyu ile durulandı. Elde edilen kılçıklar etüvde 70°C'da 8 saat boyunca kurutuldu. Vakumlu etüvde yapılacak ikinci koku giderme işleminden önce yüzey

alanını ve işlemin etkisini artırmak için bıçaklı öğütücüde (Retsch, GM200, Almanya) öğütülen ve 350 mikronun altına elenen kılçık tozları etüvde (Mommert, Türkiye) 0°C’da 3 saat ikinci bir kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Kalan balık kılçığı kokusunun giderilmesi için vakumlu etüvde (EV018 nüve, Türkiye) P:-0.5 bar 70°C’da 1,5 saat bekletilmiştir. Sonuç olarak balık kılçığının kendine has kokusunun etkili bir biçimde uzaklaştırıldığı alabalık, çipura ve levrek kılçığı tozları elde edilmiştir. Balık kılçığı tozu eldesine ait işlem akış şeması Şekil 3.10’da verilmiştir.

Firmadan gelen Alabalık, Çipura ve Levrek kılçıkları T:90°C ‘de Kılçık üzerindeki etler yumuşayınca kadar kaynatma kazanında bekletme

Kazanın içerisinden çıkarılan kılçıkları elle temizleme

T:90°C t:40dk % 8 NaOH çözeltisinde pişirme  
( 1 birim kılçık-2 birim %8 NaOH çözeltisi )

Çeşme suyu ile durulama

T:121°C P:350 g/cm<sup>2</sup> t:60 dk otoklavlama

%0,35 Sitrik Asit Çözeltisinde 1:5 (w/v) oranında t: 60 dk bekletme

Çeşme suyu ile durulama

%2 SodyumHipoklorit Çözeltisinde 1:5 (w/v) oranında t:60 dk bekletme

Çeşme suyunda bekletme

Etüvde T:70°C t:8 saat kurutma ve Retsch Kırıcı ile 7000 rpm 30 sn kırma

355 µm elek ile eleme

Alabalık, Çipura ve Levrek kılçık tozları eldesi

**Şekil 3.10.** Balık kılçığı tozu eldesine ait işlem akış şeması



Şekil 3.11, 3.12 ve 3.13'te kılçıkların kimyasal muamele sonrası, kurutma ve öğütme öncesi fotoğrafları yer almaktadır.



**Şekil 3.11.** Kimyasal muamele sonrası alabalık kılçıklar

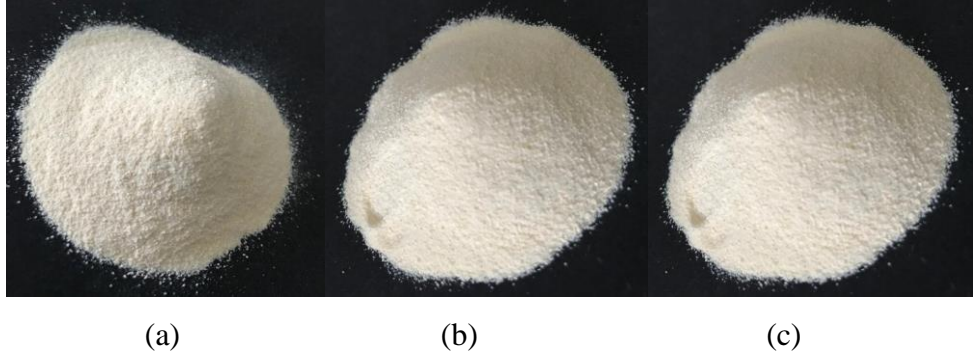


**Şekil 3.12.** Kimyasal muamele sonrası çipura kılçıkları



**Şekil 3.13** Kimyasal muamele sonrası levrek kılçıkları

Modifiye edilen yöntem sonucunda elde edilen kılçık tozları Şekil 3.14'de görülmektedir.



**Şekil 3.14** (a) Alabalık, (b) çipura ve (c) levrek kılçık tozları

### **3.2.2. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçığı Tozlarından Tablet Üretimi**

Kılçık tozlarından tablet üretiminde tozun tabletlenebilmesi için bağlayıcılar kullanılmaktadır. Bu bağlayıcılar arasında mikrokristal selüloz, polietilen glikol (PEG), PVP K30 en çok tercih edilenler arasında yer almaktadır. Yapılan ön çalışmalarda bu bağlayıcılar arasında örneklerimize en uygun olanın PEG 4000 olduğu belirlenmiştir. Mikrokristal selüloz ve PVP K30 kılçık tozlarının bağlanmasında etkili olmamış, dolayısıyla tozlar tabletlenebilmiştir. PEG 4000 ise kılçık tozlarının bağlanmasında ve tablet elde edilmesinde etkili olmuştur. Bunun nedeninin flake halde temin edilen PEG 4000'in ayarlanabilir partikül boyutu sayesinde kılçık tozu ve bağlayıcı partikül boyutları arasında oluşturulabilen kontrast olduğu tespit edilmiştir.

Tablet formulasyonunun belirlenmesi amacıyla kılçık tozu ve bağlayıcı (PEG 4000) oranları üzerinde denemeler yapılmıştır. PEG 4000'in partikül boyutu 500-700  $\mu\text{m}$  arasında sabit tutularak kılçık tozlarının 3 farklı partikül boyutunda tablet basılması hedeflenmiştir. PEG 4000 oranının (%0,10,20,30,40), kılçık tozu partikül boyutunun (<355 $\mu\text{m}$ , 355-500 $\mu\text{m}$ , <500 $\mu\text{m}$ ) ve balık kılçığı çeşidinin (alabalık, çipura, levrek) tabletlerin tabletlenebilirliğinin bir ölçüsü olan sertliği ve diğer fiziksel özellikleri incelenerek PEG 4000 oranı ve kılçık tozu partikül boyutuna karar verilmiştir.

Tablo 3.2'de görüldüğü gibi en yüksek sertlik değerleri %20 PEG 4000 oranında ve kılçık tozunun 355  $\mu\text{m}$  altındaki partikül boyutlarında elde edilmiştir.

**Tablo 3.2.** PEG 4000 oranı, kılçık partikül boyutu ve kılçık çeşidinin tablet sertliği üzerine etkisi

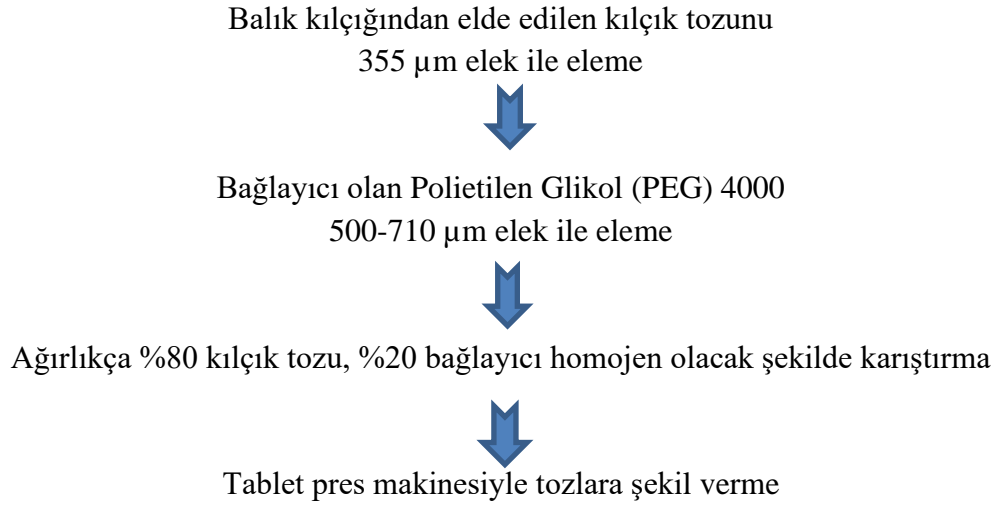
PEG oranı (%)	KPB* (µm)	Alabalık Kılçık Tozu Tableti Sertliği (g)	Çipura Kılçık Tozu Tableti Sertliği (g)	Levrek Kılçık Tozu Tableti Sertliği (g)
0	355	4487,38±76,756	3885,60±267,145	5868,23±637,292
	355-500	10070,69±35,459	4327,55±993,379	3117,36±20,094
	500	7135,43±16,876	4486,36±242,905	3572,39±188,462
10	355	10029,32±590,741	5676,95±245,508	9813,23±25,362
	355-500	5902,57±259,178	5283,88±374,307	5248,45±270,398
	500	13360,10±170,927	6518,20±86,762	2930,40±229,668
20	355	<b>19881,80±74,529</b>	<b>13729,49±907,458</b>	<b>13628,36±654,951</b>
	355-500	10682,98±87,858	5335,82±444,940	1512,56±183,784
	500	16770,46±1217,656	10774,49±769,009	4389,77±58,534
30	355	19262,41±890,031	7237,29±63,243	3157,28±65,054
	355-500	12173,80±380,990	3687,10±133,635	3166,72±257,933
	500	20274,57±556,818	8700,40±514,223	11367,17±230,814
40	355	22406,89±127,762	10753,12±7,177	7715,26±163,075
	355-500	10139,09±158,268	2962,02±298,395	2669,201±135,701
	500	23104,05±525,551	8988,91±34,848	9091,17±551,27

PEG 4000 oranı, kılçık partikül boyutu ve kılçık çeşidi interaksiyonunun tablet sertliği üzerine etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ).

\*KPB: Kılçık tozu partikül boyutu

Bu bilgiler ışığında; tablet formulasyonu %20 PEG 4000, %80 kılçık tozu olarak belirlenmiştir. Bu oranın yanısıra PEG 4000'in 500-700 µm partikül boyutu aralığında, kılçık tozunun ise 355 µm'nin altında en yüksek sertlik değerlerini vermesi etken madde ve bağlayıcının partikül boyutları arasındaki kontrastın tozların tabletlenebilirliği üzerine etkili olduğunu göstermektedir.

Balık kılçığı tozlarından tablet üretimi akış şeması Şekil 3.15' te gösterilmiştir. Alabalık, çipura ve levrek kılçık tozları ağırlıkça %80 bağlayıcı Polietilen Glikol (PEG 4000) %20 oranlarında birleştirilerek homojen bir şekilde karıştırıldıktan sonra toz karışımları tablet pres makinası yardımıyla yüksek güç altında basılmıştır.



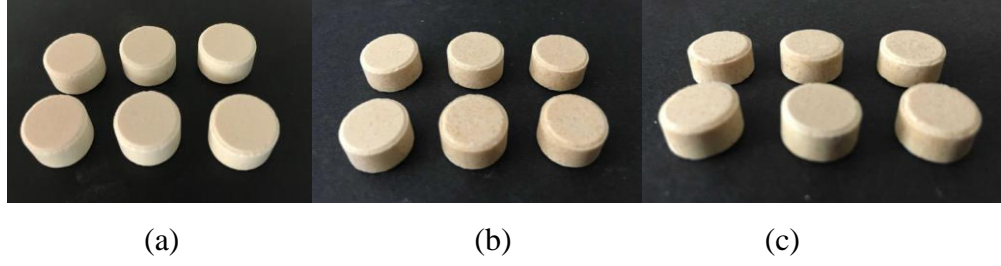
**řekil 3.15.** Balık kılçıđı tozlarından tablet üretimi akıř řeması

Balık kılçıđı tozlarından tablet üretimi amacıyla dođrudan sıkıřtırma prensibine göre çalıřan tek zımbalı tablet pres makinası (TDP-6 Renas Makine, Türkiye) kullanılmıřtır (řekil 3.16). Tablet üretimi 3 tekerrür halinde ve tabletlerin ađırlıkları  $1,25 \pm 0,05$  g olacak řekilde gerçekteřirilmıřtir. Tablet ađırlıđının belirlenmesinde önemli bir faktör kılçık tozunun tablet formülasyonu içindeki oranı göz önünde bulundurulduđunda her tablette 1,00 g kılçık tozu alımının sađlanmasıdır.



**řekil 3.16.** Tek zımbalı tablet pres makinası

Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarından elde edilen tabletler řekil 3.17 'de gösterilmiřtir.



**Şekil 3.17.** (a) Alabalık, (b) çipura ve (c) levrek kılçık tozlarından elde edilen tabletler

### 3.2.3. Balık Kılçığı Tozlarına Uygulanan Analizler

#### 3.2.3.1. Nem Tayini

Çeşme suyu ve kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçığı tozlarında nem tayini AACC Metot 44-15.02 göre gravimetrik yöntemle yapılmıştır. Öncesinde 135°C'ye ayarlanmış etüvde nem kapları sabit tartıma getirilir. Sabit tartıma getirilen nem kaplarına kılçık tozlarından 3 g tartılmış ve 135°C'ye ayarlı etüvde 2 saat bekletilmiştir. Nem kapları desikatöre alınarak oda sıcaklığına ulaşınca kadar desikatörde soğutulmuş ve oda sıcaklığına ulaştıktan sonra tartım alınmıştır. Kurutma işlemine örnekler sabit tartıma gelene kadar devam edilmiştir. Örneklerin nem içerikleri % olarak hesaplanmıştır [60].

#### 3.2.3.2. Kül Tayini

Çeşme suyu ve kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçığı tozlarında kül tayini AACC metot 08-01.01'e göre gravimetrik yöntemle yapılmıştır. Analizde kullanılacak porselen krozeler 900°C sıcaklıktaki kül fırınında sabit tartıma getirilmiştir. Daha sonra desikatörde soğutulmuş ve darası alınmıştır. Krozelerin içerisine 3 g kadar örnek tartılmış; etil alkol ilave edilmiş örneklere ön yakma işlemi uygulanmıştır. Örnekler kül fırınında 900°C'de siyahlık kalmayana kadar yakıldıktan sonra desikatörde soğutulduktan sonra tartılmıştır. Örneklerin kül miktarı %KM olarak hesaplanmıştır [60].

### 3.2.3.3. Yağ Tayini

Çeşme suyu ve kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçığı tozlarında yağ miktarı tayini AOAC Metot 945.18'e göre yapılmıştır. Önceden 135°C ye ayarlanmış etüvde balonlar sabit tartıma getirilmiştir. Kılçık tozlarından 10'ar gram tartılarak örneklerin yağ fazının ayrılması için Soxhlet tüplerine 150 mL dietil eter ilave edilerek cihaza yerleştirilmiştir. Yaklaşık 6 saat ekstrakte edilen örnekler, dietil eterin uzaklaştırılması için rotary evaporatör kullanılarak dietil eterin tamamı uzaklaştırılmıştır. Örneklerdeki yağ miktarı %KM cinsinden hesaplanmıştır [61].

$$\%Yağ = ((m_2 - m_1) / m) * 100 * (100 / (100 - R))$$

m: Ekstraksiyon için alınan örnek miktarı (g)

m<sub>2</sub>: Ekstraksiyon balonunun ekstrakte edilen yağ ile birlikte son kütlesi(g)

m<sub>1</sub>: Ekstraksiyon balonunun darası (g)

R: Örneğin nem miktarı

### 3.2.3.4. Protein Tayini

Çeşme suyu ve kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçığı tozlarında protein tayini ise Kjeldahl yöntemi kullanılarak AACC Metot 46-13.01'e göre yapılmıştır. Kjeldahl tüplerine 1'er gram kılçık tozlarından tartılmıştır. Her bir tüpe birer tane Kjeldahl tableti ve 25 mL sülfirik asit eklenmiştir. Yakma işlemi kademeli olarak arttırılarak 420°C'de istenilen renk elde edilene kadar devam ettirilmiştir. Yanma işlemi sona erdikten sonra tüpler destilasyon ünitesine yerleştirilir ve 0,1N HCl çözeltisi ile açık pembe renk oluşuncaya kadar titre edilmiştir. Numunelerin azot miktarı %KM olarak hesaplanmıştır. Azot yüzdesi 6,25 faktörü ile çarpılarak protein yüzdesi bulunmuştur [60].

$$\%Azot = ((V_2 - V_1) * N * F * 0,014 * 100 * 100) / (m * (100 - R))$$

$$\%Protein: \%Azot * 6,25$$

V<sub>2</sub>: Titrasyonda kullanılan HCl hacmi (mL)

V<sub>1</sub>: Kör denemede kullanılan HCl hacmi (mL)

N: 0,1 N HCl çözeltisinin normalitesi

F: HCl çözeltisinin faktörü

m: Kullanılan örnek miktarı (g)

R: Örneğin nem miktarı

### 3.2.3.5 Suda Çözünürlük

Çeşme suyu ve kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçığı tozlarının suda çözünürlükleri Hemung'a [54] göre belirlenmiştir. Yönteme göre alabalık, levrek ve çipura kılçık tozları 1:4 (toz: su) oranında saf su ile karıştırılarak gece boyunca çalkalayıcıda (İKA, KS4000i) bekletilir. Karışım önceden darası alınmış Whatman No:1 filtre kağıdından süzildükten sonra filtre kağıdı kurutularak suda çözünmeyen kılçık tozu %'si hesaplanır. Sonuç 100'den çıkarılarak suda çözünen kılçık tozu % olarak bulunur.

### 3.2.3.6. Renk

Çeşme suyu ve kimyasalla muamele edilen balık kılçık tozlarının  $L^*$ (aydınlık),  $a^*$ (kırmızı/yeşillik),  $b^*$ (sarılık/mavilik) değerleri Konika Minolta CR5 Chromameter (Japonya) ile D65 ışık kaynağında ve  $10^\circ$  açı ile belirlenmiştir. Renk en az 5 farklı noktadan ölçülerek ortalaması alınmıştır [61].

### 3.2.3.7. Mineral Madde Kompozisyonu

Mineral madde kompozisyonu çeşme suyu ile muamele edilen kılçık tozlarında *in vitro* sindirim öncesi ve sonrası, mikrodalga yakma ve cihazda mineral madde analizi olmak üzere iki aşamada gerçekleştirilmiştir.

### Mikrodalga Yakma

0,2 g kılçık tozu tabletine 10 mL nitrik asit ilave edilerek mikrodalga yakma işlemi uygulanmış, elde edilen çözeltiler 25 mL'ye nitrik asit ile tamamlandıktan sonra mineral madde kompozisyonu ( $Ca^{++}$ , P, Mg, K, Fe, Zn) analiz edilmiştir.

## **Analiz**

Kılçık tozlarında mineral madde analizleri ICP OES (Perkin Elmer Optima 8000) cihazında gerçekleştirilmiştir. Her bir elemente ait standart grafiğinden örneklerdeki mineral madde miktarı mg/kg ve g/kg olarak hesaplanmıştır.

ICP OES çalışma şartları;

Peltier- soğuk sprej çemberi 2°C ve hidrojen gazı basınçlı sekizli reaksiyon hücresi (%99.999 saflıkta),

Plasma Gas Flow: 9 L/min

Auxiliary Gas Flow Rate: 0,2 L/min

Nebuliser Gas Flow Rate: 0,65 L/min

Power: 1300 watt

Plasma View: Radial

### **3.2.3.8. In Vitro Sindirim**

*In vitro* sindirim öncesi ve sonrası mineral madde kompozisyonunu saptamak için çeşme suyu ile muamele edilmiş kılçık tozlarına Brodkorb ve ark. [62] tarafından önerilen *in vitro* sindirim modeli temel alınarak sindirim işlemi uygulanmıştır. Bu yöntem, simüle sindirim sıvıları ve sindirim enzimlerinin kullanıldığı bir *in vitro* sindirim yöntemidir.

*In vitro* Sindirim Uygulaması;

Simüle ağız sıvısı (Simulated Salive Fluid, SSF); 0,15 mmol/L  $MgCl_2(H_2O)_6$ , 0,06 mmol/L  $(NH_4)_2CO_3$ , 15,1 mmol/L KCl, 3,7 mmol/L  $KH_2PO_4$ , 13,6 mmol/L  $NaHCO_3$ , içecek şekilde hazırlanmıştır.

Simüle mide sıvısı (Simulated Gastric Fluid, SGF) ise; 0,1 mmol/L  $MgCl_2(H_2O)_6$ , 0,5 mmol/L  $(NH_4)_2CO_3$ , 6,9 mmol/L KCl, 0,9 mmol/L  $KH_2PO_4$ , 47,2 mmol/L NaCl, 25 mmol/L  $NaHCO_3$  içecek şekilde hazırlanmıştır.

Simüle bağırsak sıvısı (Simulated Intestinal Fluid, SIF) da; 0,33 mmol/L  $MgCl_2(H_2O)_6$ , 0,8 mmol/L  $KH_2PO_4$ , 6,8 mmol/L KCl, 85 mmol/L  $NaHCO_3$ , 38,4 mmol/L NaCl, içecek şekilde hazırlanmıştır.



Sindirim işleminin hemen öncesinde 0,3 mol/L  $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$  hazırlanmıştır.  $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$  konsantrasyonu, SSF’de 1,5 mmol/L, SGF’de 0,15 mmol/L, SIF’de ise 0,6 mmol/L bulunacak şekilde eklemeler yapılmıştır.

Ağız fazında 75 U/mL aktivitede alfa-amilaz, mide fazında 2000 U/mL aktivitede pepsin, bağırsak fazında ise 100 U/mL tripsin aktivitesinde pankreatin olacak şekilde sindirim enzimleri hazırlanmıştır. Enzimlerin aktiviteleri test edilmiş ve böylelikle kütlece kullanılacak enzim miktarları belirlenmiştir.

Sindirim işlemi için çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarından ve tablet örneklerinden 5 g tartılmış ve 4 mL SSF ile karıştırılarak Waring blenderda parçalanmıştır. Örneklere 75 U/mL aktivite sağlayacak miktarda alfa-amilaz enzimi, 25  $\mu\text{L}$  0.3M  $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$  eklenmiştir ve 1M NaOH çözeltisi ile pH 7’ye ayarlanmıştır. Toplam hacim 10 mL olacak şekilde ultra saf su ile tamamlanmıştır. Çalkalamalı inkübatörde 200 rpm’de  $37^\circ\text{C}$ ’de 2 dakika bekletilerek ağız sindirimi tamamlanmıştır.

Ağız sindirimi sonrasında hemen mide sindirimine geçilmiştir. Bunun için 10 mL ağız sindirimine maruz kalmış numuneye 8 mL SGF, 2000 U/mL aktivite sağlayacak miktarda pepsin enzimi, 5  $\mu\text{L}$  0,3M  $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$  eklenmiş ve 3M HCl ile pH 3’e ayarlanmıştır ve harcanan HCl miktarı kaydedilmiştir. Toplam hacim 20 mL olacak şekilde ultra saf su eklenmiştir. Çalkalamalı inkübatörde 200 rpm,  $37^\circ\text{C}$ ’de 2 saat bekletilerek mide sindirimi tamamlanmıştır.

Bağırsak sindirimi, mide sindiriminden hemen sonra yapılmıştır. Mide sindirimine uğramış 20 mL numuneye 11 mL SIF, 100 U/mL tripsin aktivitesini sağlayacak miktarda pankreatin, son hacimde 10 mM olacak şekilde safra ve 40  $\mu\text{L}$  0,3 M  $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$  eklenmiş, 1 M NaOH ile pH 7’ye ayarlanmış ve harcanan miktar kaydedilmiştir. Toplam hacim 40 mL olacak şekilde saf su eklenmiştir. Çalkalamalı inkübatörde 200 rpm,  $37^\circ\text{C}$ ’de 2 saat bekletilerek bağırsak sindirimi tamamlanmıştır. Sindirim sonunda ortama 150 mM Pefabloc enzim inhibitörü eklenerek enzim reaksiyonları durdurulmuştur. Sindirime uğramış örnekler  $4^\circ\text{C}$ ’de 4000 rpm’de 10 dakika santrifüj edilerek katı kısımların dibe çökmesi sağlanmıştır. Üstte kalan süpernatant kısım örnek tüplerine alınmış ve daha sonra yapılacak olan analizlere kadar  $-86^\circ\text{C}$ ’de muhafaza edilmiştir.

Analiz öncesinde ekstraktlar, 12000 rpm'de 15 dakika santrifüj edilmiş ve üst faz 0,22 µm şırınga ucu filtreden geçirilerek analizlerde kullanılmıştır.

### **3.2.3.9. Aminoasit Kompozisyonu**

Çeşme suyu ile muamele yoluyla elde edilen kılçık tozlarında amino asit kompozisyonu Shimadzu HPLC 20 cihazında gerçekleştirilmiştir. Her bir elemente ait standart grafiğinden örneklerdeki amino asit miktarı mg/100g olarak hesaplanmıştır.

20 adet aminoasit içeriği (Asp-Glu-Asp-Ser-Glu-Gly-His-Arg-Thr-Ala-Pro-Tyr-Val-Met-Cys-ILE-Leu-Phe-Trp-Lys) 2,5 mikolitre/mL'de standart amino asit çözeltisi hazırlanmıştır.

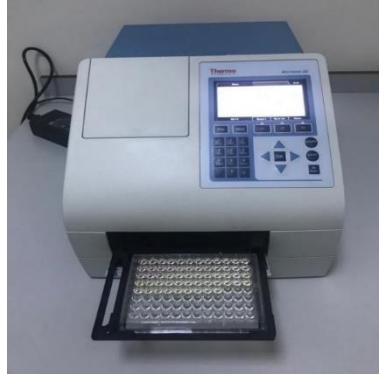
PITC ile ön-kolon türevlendirme yöntemi kullanılmıştır. Kuru numuneler etanol:su:TEA (triethylamin) (2:2:1) içerisinde çözündürülür. Tekrar vakum altında kurutulur. Amino asitler türevlendirme için hazırlanırken türevlendirme reaktifi aktif hale getirildi ve etanol:su:TEA:PITC'den (7:1:1:1) oluşturuldu. Buradaki PITC azot altında bu çözeltiliye ilave edilerek türevlendirilmiş amino asitlerin, kurutulmuş numunelere nitrojen atmosferi altında 20 ul reaktif eklenmesi ve oda sıcaklığında 30 dakika boyunca kapatılmasıyla oluşturulması sağlanmıştır. Daha sonra düşük sıcaklıklarda kurutmaya kıyasla önemli bir numune farkı olmadan buharlaşma süresini azaltmak için reaktifler 45°C'de vakum altında çıkarılmıştır [63].

### **3.2.3.10. Kolajen**

Çeşme suyu ile muamele yoluyla elde edilen kılçık tozlarında ve kimyasal muamele yoluyla elde edilen kılçık tozlarından üretilen tabletlerde kolajen tayini AOAC Method 990.26'ya [64] göre gerçekleştirilmiştir. Numunelerin kolajen içeriği, hidroksiprolin içeriği üzerinden hesaplanmaktadır.

Yöntem kısaca şu şekildedir; numunenin sülfürik asitle 105°C'da 16 saat süre ile hidrolizini takiben kloramin-T reaktifi ile oda sıcaklığında 20 dk reaksiyon ve p-dimetilaminobenzaldehit içeren renk reaktifi ilavesinin ardından su banyosunda 60°C'da 20 dk ısıtılır. Oda sıcaklığında 30 dakika beklendikten sonra 558 nm'de absorbans değerleri okunur. Absorbans değeri numune çözeltisinin absorbans

değerinden çıkartılarak seyreltilmiş hidroliz ürününün (balık kılçığı tabletleri) derişimi hidroksiprolin standart çözeltileri ile hazırlanan kalibrasyon grafiğinden okunur. Şekil 3.18’de Multiskan GO gösterilmiştir.



**Şekil 3. 18** Multiskan GO

Her bir deney numunesi için hidroksiprolin muhtevası ( $W_h$ ), kütlece yüzde olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$W_h = \frac{6,25C}{mxv}$$

Burada;

$W_h$ = Hidroksiprolin muhtevası, % (m/m),

$C$ =Seyreltilmiş hidroliz ürününün kalibrasyon grafiğinden okunan hidroksiprolin derişimi,  $\mu\text{g/mL}$ ,

$m$  = Deney numunesi kütlesi, g

$v$  = 250 mL ye seyreltmek için hidroliz ürününden alınan kısmın hacmi, mL’dir.

Her bir deney numunesi için kolajen içeriğİ kütlece yüzde olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$B = W_h * 8$$

Burada;

Wh = Hidroksiprolin muhtevası, g/100g

B = Kolajen miktarı, g/100g

8 = Kolajenik bağ doku; nitrojen-protein faktörü 6,25 olduğu durumda %12,5 olarak kabul edilmektedir.

### 3.2.4. Tabletlere Uygulanan Analizler

#### 3.2.4.1. Çap, Kalınlık, Ağırlık

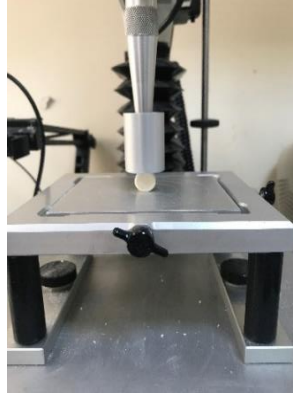
Tabletlerin ortalama çap, kalınlık ve ağırlık değerleri Bushra ve ark. [55] göre belirlenmiştir. 20 adet tablet hassas terazi kullanılarak tartılmış, ortalama tablet ağırlığı hesaplanmıştır. 20 adet tabletin kalınlık ve çapları elektronik kumpas ile ölçülerek ortalama tablet kalınlık ve çapları belirlenmiştir. Şekil 3.19'da elektronik kumpas gösterilmiştir.



Şekil 3. 19. Elektronik kumpas

#### 3.2.4.2. Tablet Sertliği

Tabletlerin sertliği, Tekstür Analiz cihazı (TA- XT Plus Texture Analyzer, Stable Micro Systems, Godalming, England) ile 30 kg yük hücresi kullanılarak belirlenmiştir. Tabletler dik konumda 25 mm silindir prob altına yerleştirilerek 1 mm boyunca 0,03 mm/s hızla sıkıştırılmıştır. Tabletın kırılma anındaki maksimum kuvvet (kg kuvvet), tablet sertliğini ifade etmektedir. Analiz 20 tablet üzerinde gerçekleştirilerek ortalama tablet sertliği belirlenmiştir. Şekil 3.20'da 25 mm silindir prob ile sertlik analizi gösterilmiştir.



**Şekil 3. 20.** 25 mm silindir prob ile tablet sertliği analizi

#### **3.2.4.3. Renk**

Balık kılçık tozlarından elde edilen tabletlerin CIE  $L^*$ (aydınlık),  $a^*$ (kırmızı/yeşillik),  $b^*$ (sarılık/mavilik) değerleri Konika Minolta CR5 Chromameter (Japonya) ile belirlenmiştir. Renk analizi 3 tekerrür halinde üretilen tabletlerde 5 farklı noktadan ölçülerek gerçekleştirilmiş ve sonuçların ortalaması alınmıştır [61].

#### **3.2.4.4. Mineral Madde Kompozisyonu**

Tabletlerin mineral madde kompozisyonu bölüm 3.2.3.7'de anlatıldığı gibi çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçığı tozlarına uygulanan yöntem ile belirlenmiştir.

#### **3.2.4.5. *In vitro* Sindirim**

Tabletlerin *in vitro* sindirim öncesi ve sonrası mineral madde biyoerişilebilirliğinin belirlenmesi için gastrointestinal sindirimi bölüm 3.2.3.8'de anlatıldığı gibi çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçığı tozlarına uygulanan yöntem ile belirlenmiştir.

#### **3.2.4.6. Amino asit kompozisyonu**

Tabletlerin amino asit kompozisyonu bölüm 3.2.3.9'da anlatıldığı gibi çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçığı tozlarına uygulanan yöntem ile belirlenmiştir.

### **3.2.4.7. Kolajen**

Tabletlerin kolajen içeriđi bölüm 3.2.3.10'da anlatıldıđı gibi çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıđı tozlarına uygulanan yöntem ile belirlenmiştir.

### **3.2.5. İstatistiksel Analiz**

Arařtırmada 3 balık (alabalık, çipura, levrek) kılçıđı tozunun ve tabletlerinin tüm kimyasal ve fiziksel analizleri için uygulama ortalamaları varyans (ANOVA) analizi yoluyla The SAS® System (by SAS Institute Inc. Cary, NC, USA: SAS Proprietary Software Release 8.2) programı kullanarak  $\alpha=0,05$  önem düzeyinde deđerlendirilmiştir. 3 tekerrür halinde üretilen balık kılçıđı toz ve tabletlerinde kimyasal analizler 3 paralel olarak gerçekleştirilmiştir. Bununla birlikte, renk analizi 5, tabletlerde çap, kalınlık, ađırlık ve sertlik analizleri 20 paralel olarak gerçekleştirilmiştir. Çalışmada Tamamen Rastgele Desen (CR; Completely Randomized) kullanılmıştır. Her bir popülasyondan gelen uygulama ortalamaları arasındaki En Küçük Anlamlı Fark deđerı 'DUNCAN Yeni Çoklu Aralık Testi' ile belirlenmiştir.

## 4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

### 4.1. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Bazı Özelliklerinin Belirlenmesi

#### 4.1.1. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Kimyasal Bileşimi ve sudaki çözünürlükleri

Çalışmada kullanılan alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının kimyasal bileşimleri ve suda çözünürlükleri Tablo 4.1’de ve ANOVA tabloları Tablo EK A.1-4 ve EK A.8’de verilmiştir. Kılçık çeşitleri nem içerikleri bakımından istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının nem içerikleri %3,56–4,99 arasında değişmektedir. En düşük nem oranı çipura kılçığında, en yüksek nem oranı alabalık kılçığında saptanmıştır. Tatlı su çipurasının kılçıklarıyla çalışan Moemin [55] kılçıklarının nem içeriğini %2,4, Sriuttha ve ark. [25] %1,82, gümüş sazan balığının kılçıklarıyla çalışan Hemung ve ark. [58] nem içeriğini %4,94 olarak belirlemişlerdir.

**Tablo 4.1.** Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının kimyasal bileşimleri ve suda çözünürlükleri

Örnek	Nem miktarı (%)	Kül miktarı (% KM)	Yağ miktarı (%KM)	Protein miktarı (%KM)	Suda Çözünürlük (%)
Alabalık	4,99±0,037 <sup>a</sup>	53,80±0,135 <sup>a</sup>	9,57±0,020 <sup>c</sup>	30,54±0,138 <sup>a</sup>	10,37±0,745 <sup>a</sup>
Çipura	3,56±0,030 <sup>c</sup>	53,43±0,696 <sup>ba</sup>	18,13±0,173 <sup>b</sup>	24,20±0,144 <sup>b</sup>	1,97±0,343 <sup>c</sup>
Levrek	3,91±0,019 <sup>b</sup>	52,33±1,013 <sup>b</sup>	20,14±0,137 <sup>a</sup>	23,44±0,042 <sup>c</sup>	6,48±0,310 <sup>b</sup>
p değeri	<,0001	0,1025	<,0001	<,0001	<,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0.05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Kül içeriğinin, balık kılçıklarında fazla olması istenmektedir. Bunun nedeni hayvansal ve bitkisel dokular  $650^{\circ}\text{C}$ 'a kadar ısıtıldığında organik bileşenler yanarak karbondioksit ve suyu oluştururlar. Geriye kalanlar ise mineral maddelerden oluşur ve kül olarak adlandırılır. Bu nedenle kül miktarı, analizi yapılan üründeki mineral maddeler hakkında genel bir bilgi vermesi bakımından önemlidir [66]. Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının kül içerikleri incelendiğinde balık kılçığı çeşidinin

kılıçıkların kül içeriği üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmamıştır ( $p>0,05$ ). Tablo 4.1’de yer alan kül içeriklerinin %52,33-%53,80 arasında değiştiği görülmektedir. En düşük kül oranı çipura kılıçıklarında, en yüksek kül oranı alabalık kılıçıklarında gözlenmiştir.

Tatlı su çipurasının kılıçıklarıyla çalışan Moemin [55], kül içeriğini %59,7, Sriuttha ve ark. [25] %65 ve ton balığı, somon ve morina balıklarının kılıçıklarıyla çalışan Nemati ve ark. [30] kılıçıkların kül içeriklerini %43–77,97 aralığında tespit etmişlerdir. Çalışmalarda kullanılan kimyasallar, organik maddelerin yıkımını önemli ölçüde etkilemektedir. Bu durum kılıçıkların kül içeriklerinde farklılık gözlenmesinin nedenleri arasında yer almaktadır.

Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılıçıklarının yağ içeriklerinin %9,5– 20,14 arasında değiştiği görülmektedir (Tablo 4.1). Kılıçık çeşitleri yağ içerikleri bakımından istatistiksel olarak farklı bulunmuştur ( $p<0,05$ ).

Ton balığı, somon ve morina balık kılıçıkları ile çalışan Nemati ve ark. [30] kılıçıkların yağ içeriklerini %3,86–17,8 arasında, tatlı su çipurasının kılıçıkları ile çalışan Sriuttha ve ark. [25] %6,96 ve Moemin [55] %12,6 şeklinde belirlemişlerdir.

Kılıçıkların protein içeriği üzerine balık kılıçığı çeşidinin etkisi istatistiksel olarak önemli ( $p<0,05$ ) bulunmuştur. Kılıçıkların kurumaddede protein içerikleri %23,44-30,54 arasında değişkenlik göstermiştir. En düşük protein değerinin levrek kılıçıklarına, en yüksek değeri ise alabalık kılıçıklarına ait olduğu saptanmıştır.

Toppe ve ark. [67] alabalık, morina, kömür, mezigit, somon, ringa, uskumru, istavrit gibi birçok balık kılıçığının protein içeriklerini %26,1-41,8 arasında; tatlı su çipurasının kılıçıklarıyla çalışan Moemin [55] %23,8, Sriuttha ve ark. [25] %21,46; ton balığı, somon ve morina balık kılıçıklarıyla çalışan Nemati ve ark. [30] %16,10– 35,7 arasında ve kaya balığı ve istavrit balık kılıçıklarıyla çalışan Okada ve ark. [68] kılıçıkların protein içeriklerini %22, 45–25,71 arasında tespit etmişlerdir. Çalışmada elde ettiğimiz sonuçlar literatür ile benzerlik göstermektedir.



Kılçık çeşitleri suda çözünürlükleri bakımından istatistiksel olarak farklı bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının suda çözünürlükleri %1,97-10,37 arasında değişmiş olup en düşük çözünürlük çipura kılçıklarında, en yüksek çözünürlük ise alabalık kılçıklarında görülmektedir (Tablo 4.1).

#### 4.1.2. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Mineral Madde İçeriği

Mineral madde, organik bileşiklerin tamamen oksidasyonundan sonra geri kalan biyolojik materyalin kül olan kısmıdır. Kül analizi sonucunda elde edilen % kül miktarı o materyalin mineral madde miktarını hakkında bilgi vermektedir. Mineraller, organizmanın normal yapı ve işlevlerinde gerekli kimyasal elementler anlamına gelmektedir [69].

Makro mineraller, temel olarak kemiklerin yapısında bulunurlar. Sinir sistemi, hormonlar ve kan dokusunda da işlevleri vardır [70]. Makro mineraller; Kalsiyum, fosfor, sodyum, potasyum, klor, magnezyum, kükürttür. Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının bazı makro mineral madde içerikleri Tablo 4.2’de ve ANOVA tabloları EK A.28-31’de yer almaktadır.

**Tablo 4.2.** Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının makro mineral madde içerikleri

Örnek	P (g/100g)	Ca <sup>++</sup> (g/100g)	Mg (g/100g)	K (mg/kg)
Alabalık	10,60±0,329 <sup>ba</sup>	20,48±1,315 <sup>b</sup>	0,42±0,002 <sup>a</sup>	1337,39±10,696 <sup>a</sup>
Çipura	11,16±0,255 <sup>a</sup>	23,21±0,131 <sup>a</sup>	0,40±0,008 <sup>b</sup>	748,46±21,395 <sup>c</sup>
Levrek	10,02±0,227 <sup>b</sup>	20,34±0,136 <sup>b</sup>	0,34±0,005 <sup>c</sup>	997,95±3,861 <sup>b</sup>
p değeri	0,0557	0,0004	0,0015	<,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının Ca<sup>++</sup>, Mg, K içeriği üzerine kılçık çeşidinin etkisi istatistiksel açıdan önemli ( $p<0,05$ ) bulunurken P içeriği üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmamaktadır ( $p>0,05$ ). En fazla ihtiyaç duyulan ve vücuttaki en önemli görevlerinden biri vücuttaki su dengesini muhafaza etmek olan

Ca<sup>++</sup>, kılçıklarda 20,34-23,21 g/100g arasında, P ise 10,02–11,16 g/100g arasında değişmektedir. Ca<sup>++</sup>, ve P arasında Ca<sup>++</sup>:P oranı 1:2 şeklinde bir ilişki vardır [71]. Tablo 4.2’de yer alan sonuçlarımız bu ilişki ile uyum göstermektedir.

Balık, tavuk, süt ve süt ürünleri, kurubaklagillerde bulunan fosforun yetişkinler için günlük önerilen miktarı 8001500 mg’dır [69]. Tablo 4.3’te tespit ettiğimiz fosfor içerikleri 10,02 –11,16 g/100g ile günlük önerilen fosfor alımı için yaklaşık 10 g kılçık tüketimi gerekmektedir.

Bir çalışmada Yin ve ark. [72] gümüş sazanının kılçıklarının fosfor içeriğini 15,49 g/100g olarak belirlemiştir. Toppe ve ark [22] mezgit, somon, alabalık ve uskumru kılçıklarının fosfor içeriklerini sırasıyla 8,7 g/100g, 8,1 g/100g, 8,7 g/100g ve 8,6 g/100g olarak bildirmişlerdir. Bubel ve ark. [24] Atlantik somon ve Baltık morina kılçıklarının fosfor içeriklerini sırasıyla 12,50 g/100g ve 13,40 g/100g olarak tespit etmişlerdir.

Ca<sup>++</sup>, hem hayvansal hem de bitkisel kaynaklı besinlerden alınabilmektedir. Günlük diyetle 500–1200 mg Ca<sup>++</sup>, alınmalıdır ve emilim oranı %30–50 arasında değişmektedir. Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarından elde edilen kalsiyumun günlük alınması gereken miktarı karşıladığı Tablo 4.2’te görülmektedir. Gebelikte ve yeni doğan annelerde 250–300 mg/gün takviye yapılmalıdır. Kana geçmeden dışkıyla atılan Ca<sup>++</sup> 130–190 mg’dır. En büyük kayıp terle olmaktadır. Ayrıca ortamdaki C vitamini, sitrat, laktoz, lizin, arginin ve serin amino asitlerinin emilimlerini de olumlu etkilemektedir [71].

Bubel ve ark. [24] çalışmalarında Atlantik somon ve Baltık morina balıklarının kılçıklarını kullanmışlardır. Balık kılçıklarını NaOH ve etil alkolle muamele ederek toz haline getirmişlerdir. Toz haline getirilen Atlantik somonun Ca<sup>++</sup> içeriği 24,92 g/100g, Baltık morinanın Ca<sup>++</sup> içeriği ise 27,79 g/100g olarak tespit edilmiştir. Başka bir çalışmada, Yin ve ark. [72] gümüş sazan kılçıklarının Ca<sup>++</sup> değerini 23,90 g/100g; Toppe ve ark. [22] mezgit kılçıklarının Ca<sup>++</sup> değerini 17 g/100g olarak belirlemişlerdir. Çalışmamızda elde edilen tabletlerin Ca<sup>++</sup> içeriği morina kılçığı Ca<sup>++</sup> içeriği ile benzerlik göstermektedir.

Balık kılçıklarının Mg içerikleri Tablo 4.2’de yer almaktadır. 0,34–0,42 g/100g arasında değişen Mg değerine en fazla alabalık kılçıklarında, en az levrek kılçıklarında rastlanmıştır. Mg fazlalığı  $Ca^{++}$  ve P emilimini düşürmektedir. Yapılan çalışmada Mg,  $Ca^{++}$  ve P emilimini etkilemeyecek kadar düşük bir değere sahip olduğu gözlenmiştir. Günlük diyetle 250–300 mg magnezyum alınması istenmektedir [71]. Diyetle alınan magnezyumu karşılayacak kadar fazla balık kılçığı (80–100g) tüketimi mümkün olmayacağından balık kılçıklarının magnezyumun yeterli bir kaynağı olmadığını söylemek doğru olacaktır.

Toppe ve ark. [22] çalıştıkları mezgit, somon ve alabalık kılçıklarının Mg içerikleri sırasıyla 0,32 g/100g, 0,22 g/100g ve 0,24 g/100g şeklinde belirlemişlerdir. Başka bir çalışmada Bubel ve ark. [24] Atlantik somon ve Baltık morina kılçıklarının Mg değerlerini sırasıyla 0,46 g/100g ve 0,66 g/100g olarak, Yin ve ark. [72] gümüş sazan kılçığının Mg içeriği 0,23 g/100g olarak tespit etmişlerdir.

Tablo 4.3’te ve ANOVA tabloları EK A.26-27’de çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının bazı mikro mineral madde içerikleri yer almaktadır. Mikro mineraller, vücudumuz için en az makro mineraller kadar gereklidirler. Örneğin demirin oksijen taşınması, florürün diş çürüklerini önlemesi, kemiklerin güçlenmesi, kanda oksijen taşıyan hemoglobinin oluşturulması için gereklidir [70].

Kılçık çeşitlerinin Fe ve Zn içerikleri üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p < 0,05$ ). Fe içerikleri 8,19–42,27 mg/kg, Zn içerikleri 78,33–143,97 mg/kg şeklinde tespit edilmiştir. Yetişkin insanlarda 8-18 mg/gün arasında alınması gereken Fe, tüm doku ve organlar için önemli bir mikro mineraldir. Balık kılçıklarının Fe kaynağı olmadığı belirlenmiştir.

Toppe ve ark. [22] alabalık ve somon kılçıklarının demir değerlerini 32 mg/kg, Bubel ve ark. [24] Atlantik somon ve Baltık morina kılçıklarının demir içeriklerini sırasıyla 11,57 mg/kg ve 24,50 mg/kg olarak tespit etmişlerdir.

Diğer bir mikro mineral olan çinkonun günlük alınması gereken miktarı 10-15 mg'dır. Tablo 4.3'te yer alan Zn değerleri 78,33–143,97 mg/kg arasında değişmektedir.

**Tablo 4.3.** Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının mikro mineral madde içerikleri

Örnek	Fe (mg/kg)	Zn (mg/kg)
Alabalık	42,27±5,764 <sup>a</sup>	143,97±3,714 <sup>a</sup>
Çipura	12,56±0,363 <sup>b</sup>	90,00±0,363 <sup>b</sup>
Levrek	8,19±0,000 <sup>b</sup>	78,33±0,241 <sup>c</sup>
p değeri	0,036	0,002

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p < 0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Yin ve ark. [72] gümüş sazan balığı kılçığının çinko değerini 77,83 mg/kg, Toppe ve ark. [22] ise mezgit, alabalık ve uskumru kılçıklarının Zn değerlerini sırasıyla 72 mg/kg, 126 mg/kg ve 125 mg/kg olarak tespit etmişlerdir. Sonuçlar çalışmada elde ettiğimiz sonuçlarla benzerlik göstermektedir.

#### 4.1.3 Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının *In vitro* Sindirim Sonrası Mineral Madde Kompozisyonu

Besinlerdeki minerallerin biyoyararlanımlarının belirlenmesi için *in vitro* tarama yöntemleri geliştirilmiştir. Biyoyararlanım hedeflenen bileşiklerin biyoaktivitesini içerdiğinden, *in vitro* yöntemler sırasında belirlenir. Gıdadan salınan ve absorpsiyon için erişilebilir besin miktarı için biyolojik olarak erişebilirlik, sadece sindirime ve gıda matrisinden salıverilmeye bağlıdır.

Mineraller gıdalarda geniş çapta yer alsa da farklı gıdalar arasında biyolojik olarak bulunabilirlik farklılıkları göstermektedir. Gıdalarda minerallerinin biyoerişebilirlikleri proteinler, fitik asit, diğer mineraller ve diyet lifi gibi çeşitli faktörlerin varlığına bağlıdır [73].

Biyoerişilebilir mineral madde miktarını saptamak için çeşme suyu ile muamele edilmiş kılçık tozlarına Brodtkorb ve ark. [65] *in vitro* sindirim modeli temel alınarak sindirim işlemi uygulanmıştır. Tablo 4.4 (ANOVA tabloları EK A.26-31) ve Tablo 4.5 (ANOVA tabloları EK A.70-75)'te sindirim öncesi ve sindirim sonrası mineral madde kompozisyonu yer almaktadır.

Balık kılçığı çeşidinin çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının Ca<sup>++</sup>, Mg, K ve Zn içeriği üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli (p<0,05) bulunurken P ve Fe içeriği üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmamaktadır (p>0,05). Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim öncesi Ca<sup>++</sup> içerikleri 20,34–20,48 g/100g, P içerikleri 10,02–11,16 g/100g, Mg içerikleri 0,3– 0,42 g/100g, K içerikleri 748,46–1337,39 mg/kg, Fe içerikleri 8,19–42,27 mg/kg ve Zn içerikleri 78,33–143,97 mg/kg arasında değişmiştir (Tablo 4.4). En yüksek Ca içeriği çipura balık kılçıklarında gözlenmiş olup alabalık ve levrek kılçıklarından istatistiksel olarak farklıdır (p<0,05).

Vignola ve ark. [73] sade ve tam tahıllı makarnada bulunan birçok mineralin *in vitro* sindirimini incelemişlerdir. Sade makarnada sindirim öncesi Ca<sup>++</sup> içeriğini 127,92 mg/kg, Fe içeriğini 15,40 mg/kg, K içeriğini 282,98 mg/kg ve Zn içeriğini 3,85 mg/kg; tam tahıllı makarnada ise Ca<sup>++</sup> içeriği 253,76 mg/kg, Fe içeriği 42,63 mg/kg, K içeriği 634,39 mg/kg ve Zn içeriğini 22,34 mg/kg olarak belirlemişlerdir.

Balık kılçığı çeşidinin çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının Ca<sup>++</sup>, P, Mg, K, Fe ve Zn üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur (p<0,05). Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası mineral madde kompozisyonuna bakıldığında Ca<sup>++</sup> içerikleri 224,04–397,03 g/100g arasında değişmekte olup en yüksek Ca<sup>++</sup> içeriğinin alabalığa ait olduğu tespit edilmiştir (Tablo 4.5). P içerikleri açısından çipura kılçıklarında 412,21 g/100g, levrek kılçıklarında 354,92 g/100g ve alabalık kılçıklarında 323,98 g/100g bulunmaktadır. Mg içerikleri 85,66–140,61 g/100g arasında; K içerikleri 477,83–567,03 mg/kg arasında değişmektedir. Mg ve K içerikleri en fazla alabalık kılçıklarında, en az levrek kılçıklarında belirlenmiştir. Fe ve Zn içeriği bakımından zengin olmadığı tespit edilen kılçıkların Fe içeriği 0,29–0,55 mg/kg arasında; Zn içeriği 0,44–1,16 mg/kg arasında değişmektedir. Fe içeriği en fazla levrek kılçıklarında tespit edilirken en az alabalık

kılçıklarında tespit edilmiştir. Zn içeriğine bakılırsa en fazla çipura kılçıklarında, en az alabalık kılçıklarında belirlenmiştir.

#### **4.1.4 Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Amino Asit Kompozisyonu**

Gıdalar tüketildikten sonra içerdikleri proteinler, yapı taşları olan amino asitlere parçalanır ve vücudun ihtiyaç duyduğu proteinler bu amino asitler kullanılarak oluşturulur. Vücudun sentezleyemediği amino asitlerin besinler yolu ile karşılanması bu nedenle önemlidir. 22 çeşit amino asit vardır. Bunlardan 8 tanesi (elzem), vücudun diğer aminoasitleri kullanarak üretemedikleri amino asitlerdir. Mutlaka dışarıdan alınmaları gereken bu amino asitler; izolösin, lösin, valin, lisin, metiyonin, fenilalanin, treonin, triptofandır. Geri kalan amino asitler; arjinin, histidin, izolösin, lösin, metiyonin, fenilalanin, treonin, triptafon ve valindir. Vücudun enerji ihtiyacını karşılamak, bu enerjiyi karşılayacak fonksiyonları tetiklemek, büyüme hormonu, uyku düzeni, yağlanma veya yağ yakma gibi olaylarda aktiftirler [74].

Amino asitler, hayvanlarda protein sentezi diğer başka bileşiklerin üretimi ve enerji olmak üzere kullanılırlar. Balıklar tarafından tüketilen amino asitlerin çoğu enerji üretmek üzere parçalanırlar. Suyun tuzluluğundaki artışın alabalıklarda arjinin ihtiyacını azalttığı bildirilmektedir. Ancak bu konulardaki araştırmalar devam etmektedir [75]. Alabalık, çipura ve levrek kılçık çeşitlerinin amino asit değerleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Balık kılçıklarının amino asit kompozisyonu Tablo 4.5'te ve ANOVA tabloları Tablo EK A.9-25'te verilmiştir.

Alabalık kılçığının amino asit içeriği diğer balık kılçıklarına göre daha yüksektir. Tüm balık kılçıkları izolösin, lösin, valin, lisin, metiyonin, fenil alanin, glisin, serin, arjinin, alanin, prolin ve tirozin içerikleri bakımından istatistiksel açıdan birbirinden farklıdır ( $p<0,05$ ). Çipura ve levrek kılçıkları aspartik asit, glutamik asit, histidin ve treonin bakımından farklı değildir.

**Tablo 4. 4.** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının *in vitro* sindirim sonrası mineral madde kompozisyonu

Örnek	Ca <sup>++</sup> (mg/kg)	P (mg/kg)	Mg (mg/kg)	K (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Zn (mg/kg)
Alabalık	397,03±1,476 <sup>a</sup>	323,98±2,759 <sup>c</sup>	140,61±5,224 <sup>a</sup>	567,03±24,771 <sup>a</sup>	0,29±0,003 <sup>c</sup>	0,44±0,005 <sup>c</sup>
Çipura	236,34±3,969 <sup>b</sup>	412,21±1,241 <sup>a</sup>	109,64±0,178 <sup>b</sup>	560,35±3,545 <sup>a</sup>	0,41±0,043 <sup>b</sup>	1,16±0,024 <sup>a</sup>
Levrek	224,04±6,980 <sup>b</sup>	354,92±7,877 <sup>b</sup>	85,66±2,056 <sup>c</sup>	477,83±16,588 <sup>b</sup>	0,55±0,008 <sup>a</sup>	0,97±0,021 <sup>b</sup>
p değeri	<,0001	0,0008	0,0010	0,0242	0,0046	0,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p < 0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

İzolösin, lösin ve valin, vücudun proteinlerindeki tüm amino asitlerin yaklaşık %70'ini oluşturmaktadır. Bu yüzden insan vücudundaki değerleri çok yüksektir. İzolösin dayanıklılığı arttırabilen ve kas dokusunu iyileştirmeye yardımcı olan bir amino asidi olarak bilinmektedir. Birincil işlevi enerji düzeylerini arttırmak ve yorucu fiziksel aktiviteden kurtulmaya yardımcı olmaktır. Tablo 4.5'te izolösin değerine en çok alabalık kılçığında, en az levrek kılçığında rastlandığı görülmektedir [76].

Lösin balık, tavuk, sığır eti, süt ve yumurta gibi protein bakımından zengin hayvansal yiyecekler de dahil olmak üzere gıdalardan elde edilebilir. Kan şekeri seviyelerinin düzenlenmesinde yardımcı olan kas ve kemik dokularının büyümesini ve iyileşmesini, büyüme hormonu üretimini teşvik eden temel bir aminoasittir [77]. Tablo 4.5'te de görüldüğü gibi en yüksek lösin değerine alabalık kılçığının sahip olduğu belirlenmiştir.

Valin, günlük vücut fonksiyonları, kas dokularının onarılması ve bağışıklık sisteminin düzenlenmesi, sinir sistemi ve bilişsel işleyiş için önemli bir amino asittir [76]. Alabalık, çipura ve levrek kılçıkları incelendiğinde valin değerlerinin 713,50-1394,00 mg/100g arasında değiştiği ve en fazla alabalık kılçığında bulunduğu saptanmıştır.

Lisin, vücudun hormon, enzim ve antikor üretmesine yardımcı olur. Kalsiyum emiliminde ve kas proteininin inşasına yardımcı olmakta önemli rol oynamaktadır. Bu nedenle tüm proteinler için bir yapı taşı olan lisin, insan sağlığı için oldukça önemli bir amino asittir. Lisin,  $Ca^{++}$  emilimini olumlu etkilediği için miktarının fazla olması balıkların  $Ca^{++}$  açısından da zengin olduğunun bir göstergesidir [77]. Vücudumuz üretmediği için yiyeceklerden karşılanmaktadır. Lisin en az levrek kılçıklarında (696,50 mg/100g), en yüksek alabalık kılçıklarında (1405,00 mg/100g) saptanmıştır (Tablo 4.5).

Metiyonin, et, balık ve süt ürünleri gibi yiyeceklerden karşılanması gereken temel amino asitlerden biridir. Protein sentezi sırasında ilk eklenen aminoasit her zaman metiyonindir. Mideden ve karaciğerden ağır metalleri dışarı atar. Sülfür atomu içeren tek amino asittir, hafızayı güçlendirir ve antioksidan değeri tespit edilmiştir.



**Tablo 4.5.** Çeşme suyu ile muamele edilmiş alabalık, çipura ve levrek kılıçıklarının amino asit kompozisyonu

	Alabalık (mg/100g)	Çipura (mg/100g)	Levrek (mg/100g)	p değeri
İzoLösin	1143,00±8,485 <sup>a</sup>	507,00±1,414 <sup>b</sup>	426,00±4,423 <sup>c</sup>	<,0001
Lösin	1777,50±4,950 <sup>a</sup>	867,50±6,364 <sup>b</sup>	668,00±0,000 <sup>c</sup>	<,0001
Valin	1394,00±8,485 <sup>a</sup>	833,50±3,536 <sup>b</sup>	713,50±4,950 <sup>c</sup>	<,0001
Lisin	1405,00±19,799 <sup>a</sup>	834,50±6,364 <sup>b</sup>	696,50±9,192 <sup>c</sup>	<,0001
Metiyonin	836,00±4,243 <sup>a</sup>	402,00±2,828 <sup>b</sup>	340,00±12,728 <sup>c</sup>	<,0001
Fenil Alanin	1183,50±19,092 <sup>a</sup>	725,00±7,071 <sup>b</sup>	577,50±10,607 <sup>c</sup>	<,0001
Treonin	853,00±49,497 <sup>a</sup>	481,00±21,213 <sup>b</sup>	514,00±11,314 <sup>b</sup>	0,0023
Glisin	5670,50±7,778 <sup>a</sup>	4757,50±4,950 <sup>b</sup>	4847,00±210,718 <sup>c</sup>	<,0001
Aspartik Asit	1021,50±17,678 <sup>a</sup>	713,00±2,828 <sup>b</sup>	731,50±2,121 <sup>b</sup>	0,0001
Glutamik Asit	1676,50±3,536 <sup>a</sup>	1336,00±15,556 <sup>b</sup>	1360,00±1,414 <sup>b</sup>	<,0001
Serin	944,00±4,243 <sup>a</sup>	753,00±29,698 <sup>b</sup>	656,00±2,828 <sup>c</sup>	0,0011
Histidin	555,50±20,506 <sup>a</sup>	324,00±9,899 <sup>b</sup>	369,00±11,314 <sup>b</sup>	0,0011
Arjinin	1504,50±13,435 <sup>a</sup>	1453,00±12,728 <sup>b</sup>	1329,00±6,364 <sup>c</sup>	0,0011
Alanin	2695,50±20,506 <sup>a</sup>	1957,00±8,485 <sup>b</sup>	1857,50±6,364 <sup>c</sup>	<,0001
Prolin	5424,00±45,255 <sup>c</sup>	7136,50±16,263 <sup>b</sup>	8139,50±17,678 <sup>a</sup>	<,0001
Tirozin	857,00±1,414 <sup>a</sup>	348,00±2,828 <sup>b</sup>	281,50±9,192 <sup>c</sup>	<,0001

Aynı satırda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p < 0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Alabalık, çipura, levrek kılçıklarının metiyonin içerikleri Tablo 4.5'te yer almaktadır. En yüksek metiyonin içeriği alabalık kılçığında saptanmış olup tüm kılçık çeşitleri istatistiksel açıdan birbirinden farklıdır ( $p < 0,05$ ).

Fenilalanin, proteinler için bir yapı taşı görevi gören esansiyel bir amino asittir. Adrenalin oluşumuna yol açar ve eksikliğinde hafıza problemleri, depresyon, enerji eksikliği, uyku problemleri ve iştahsızlık durumları görülmektedir. Ayrıca güneş ışığındaki UV ışınlarının emilimine yardımcı olur; bu da vücudun D vitamini seviyesini yükseltir. Genellikle barbunya, ıspanak, şalgam otu, brokoli, soya, tam tahıllar, yer fıstığı, badem, pirinç, avokado, kayısı, muz, mor erik, incir gibi gıdalarda bulunur [77]. Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarında fenilalanin değerleri 577,50–1183,50 mg/100g arasında değişmektedir (Tablo 4.5).

Treonin, esansiyel bir amino asit olup et, süt ve yumurtada bulunmaktadır. Kolajen, elastin ve kas dokusunun üretiminde görev alan glisin ve serinin sentezinde yardımcı olur. Karaciğerin yağ ve yağ asitlerini sindirmesine yardımcı olmak için aspartik asit ve metiyonin ile birleşen treonin, sindirim ve bağırsak kanallarının işleyişini iyileştirir [77]. Alabalık kılçıkları en yüksek treonin içeriğine (853,00 mg/100g) sahip iken, çipura kılçıklarının en düşük (481,00 mg/100g) treonin içeriğine sahip olduğu belirlenmiştir.

Glisin ve serin amino asitlerinin sentezlenmesi için gerekli olan treoninin miktarı büyük önem taşımaktadır. Glisin ve serin miktarlarının treoninden fazla olması, treoninin balığın vücuda alınmadan önce de var olduğunu göstermektedir. Treonin alımıyla glisin ve serin amino asitlerinin değerlerinde bir artışın olduğu söylenebilmektedir. Artan serin miktarıyla  $Ca^{++}$  miktarı da artış gösterecektir [78]. Glisin ve serin değerleri Tablo 4.5'te verilmekte olup en yüksek değerler alabalık kılçıklarında tespit edilmiştir. En düşük glisin değeri çipura kılçıklarında 4757,50 mg/100g; en düşük serin değeri levrek kılçıklarında 656,00 mg/100g şeklinde belirlenmiştir.

Fidanbaş ve ark. [76] bazı deniz balıklarının kılçıklarında temel amino asit değerlerini araştırmışlardır. Araştırdıkları balık kılçıkları arasında yer alan çipura kılçıklarının lizin içeriği 4618,845 mg/100g, lösin içeriği 417,795 mg/100g, izölösün

içeriği 311,720 mg/100g, metiyonin içeriği 112,910 mg/100g, treonin içeriği 320,928 mg/100g, fenilalanin içeriği 355,780 mg/100g ve valin içeriği 429,900 mg/100g'dır. Çalışmamızda çipura balık kılçıklarının amino asit içeriğine bakıldığında; lizin dışındaki temel amino asitlerin Fidanbaş ve ark. [76] değerlerine göre yüksek olduğu belirlenmiştir.

#### 4.1.5. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Kolajen İçeriği

Kolajen, vücudu bir arada tutan bir yapı olup cilt, kemik, kas, bağ dokusu ve tendon gibi vücut dokularını desteklemekte ve bu dokuların birbirlerine bağlanmasını sağlamaktadır [79].

Çeşme suyu ile muamele edilen kılçık çeşitlerinin kolajen içerikleri Tablo 4.6'da verilmiş olup kılçıklar kolajen içeriği bakımından istatistiksel olarak farklı bulunmuştur ( $p < 0,05$ ). Balık kılçıklarının kolajen içerikleri 0,98–1,72 g/100g arasında değişmiştir. Kolajen içeriklerine ait ANOVA tabloları Tablo EK A.32'de yer almaktadır.

**Tablo 4.6.** Çeşme suyu ile muamele edilmiş alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının kolajen içerikleri

Örnek	Kolajen (g/100g)
Alabalık	1,50±0,069 <sup>b</sup>
Çipura	1,72±0,026 <sup>a</sup>
Levrek	0,98±0,020 <sup>c</sup>
p değeri	<,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p < 0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Sikorski ve ark. [34] kemiklerdeki proteinlerin başlıca kolajenden oluştuğunu ifade etmiştir. Choi ve ark. [35] morina, Alaska mezgit, dil, hoki, yılan balığı ve orkinos kılçık tozlarının kolajen içeriğini 3.94–5.86 g/100g arasında belirlemiştir. Bu oran vücudun kolajen içeriğini desteklemek üzere alınan bazı gıda takviyelerindeki kolajene (40 mg) eşdeğer miktardadır.

Çalışmamız sonucu elde edilen kolajen içeriklerinin yapılan çalışmalardan farklı olmasının nedeni olarak balık kılçıklarının kendine has kimyasal kompozisyonları ve bu kompozisyonun mevsimsel değişiklikler ve çeşitli dış faktörlere bağlı olarak değişkenlik göstermesi gösterilebilir.

#### 4.1.6. Çeşme Suyu ile Muamele Edilen Balık Kılçıklarının Renk Değerleri

Balık kılçıklarının renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$ ) Tablo 4.7’de ve ANOVA tabloları Tablo EK.A5-7’de yer almaktadır. Balık kılçığı çeşidinin kılçıklarının renk değerleri üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ).

Çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının  $L^*$  değerleri 63,25-76,27 arasında değişmekte olup Tablo 4.8’de yer almaktadır. Alabalık kılçığı en yüksek aydınlık ve en düşük sarılık değerlerine sahipken, aydınlık değeri en düşük ve sarılık değeri en yüksek kılçığın çipura kılçığı olduğu belirlenmiştir.

**Tablo 4.7.** Çeşme suyu ile muamele edilmiş alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının renk değerleri

Örnek	$L^*$	$a^*$	$b^*$
Alabalık	76,27±0,110 <sup>a</sup>	1,77±0,046 <sup>c</sup>	14,42±0,072 <sup>c</sup>
Çipura	63,25±0,047 <sup>c</sup>	4,63±0,006 <sup>a</sup>	20,84±0,021 <sup>a</sup>
Levrek	74,52±0,191 <sup>b</sup>	1,97±0,025 <sup>b</sup>	17,45±0,067 <sup>b</sup>
p değeri	<,0001	<,0001	<,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Yapılan bir çalışmada Techochatchawall ve ark. [57], tatlı su çipurasının kılçıklarını NaOH ile muamele ederek kullanmışlardır. Araştırmacılar, çalışmamıza benzer olarak kimyasalla muamele edilmeden önce ve edildikten sonra çipuraların renk değerlerini tespit etmişlerdir. Kaynatma işleminden sonra kılçıkların  $L^*$  değeri 62,18,  $a^*$  değeri 1,88,  $b^*$  değeri ise 17,88 olarak belirlenmiştir. Yapılan işlemlerin kılçıklar üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Çalışmamızda elde ettiğimiz sonuçlar literatür ile benzerlik göstermektedir.

## 4.2. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarının Bazı Özelliklerinin Belirlenmesi

### 4.2.1 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarının Kimyasal Kompozisyonları ve Suda Çözünürlükleri

Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarına ait kimyasal bileşimler Tablo 4.8’de, ANOVA Tabloları EK A.33-36 ve Tablo EK A.40’ta verilmiştir.

Balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tozların nem içerikleri istatistiksel açıdan farklı bulunmuştur ( $p<0,05$ ). En düşük nem oranı çipura kılçığı tozunda, en yüksek nem oranı alabalık kılçığı tozunda saptanmıştır. Benzer şekilde, Hemung ve ark. [58] gümüş sazan balık kılçıklarında, Jeyasanta ve ark. [19] *Leiognathus* balığının kılçıklarında, Toppe ve ark. [67] alabalık, morina, mezigit, somon, ringa, uskumru ve kömür balığı kılçıklarında, Moemin [55] ve Sriuttha ve ark. [25] tatlısu çipurasının kılçıklarında, Furuichi ve ark. [80] yalnızca buldukları bölgede yetişen kirpi balığının kılçıklarında ve Nemati ve ark. [30] somon, morina ve ton balığının kılçıklarında çalışmalar gerçekleştirmişlerdir. Elde edilen kılçık tozlarının nem içerikleri sırasıyla %4,94, %3,28, %26,2–77,7, %2,4,%1,82, 30,7 ve %0,27 olarak belirlenmiştir. Çalışmamızda elde edilen sonuçlar Hemung ve ark. [58] ve Jeyasanta ve ark. [19] ile uyumludur.

Alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının kül içerikleri %78,63–83,28 arasında saptanmıştır. Farklı balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tozların kül içerikleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). En düşük kül oranı çipura kılçığı tozunda, en yüksek kül oranı alabalık kılçığı tozunda belirlenmiştir.

Benzer şekilde, Jeyasanta ve ark. [19] yaşadıkları yere özgü olan *Leiognathus* balığının kılçıklarının kül içeriğini %21,41, Toppe ve ark. [67] alabalık, morina, mezigit, somon, ringa, uskumru ve kömür balığı kılçıklarının kül içeriklerini %21,2–56,5 aralığında, Furuichi ve ark. [80] yalnızca buldukları bölgede yetişen kirpi balığının kılçıklarının kül içeriğini %16,1 olarak belirlemişlerdir.

**Tablo 4.8.** Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının kimyasal kompozisyonları ve suda çözünürlükleri

Örnek	Nem (%)	Kül (% KM)	Yağ (% KM)	Protein* (% KM)	Suda Çözünürlük (%)
Alabalık	7,24±0,035 <sup>a</sup>	83,28±0,658 <sup>a</sup>	3,68±0,208 <sup>c</sup>	5,32±0,206 <sup>a</sup>	12,98±0,457 <sup>b</sup>
Çipura	3,83±0,015 <sup>c</sup>	78,63±1,012 <sup>b</sup>	7,87±0,570 <sup>b</sup>	1,67±0,240 <sup>c</sup>	11,56±0,344 <sup>c</sup>
Levrek	5,05±0,021 <sup>b</sup>	79,16±0,468 <sup>b</sup>	10,00±0,295 <sup>a</sup>	3,44±0,233 <sup>b</sup>	21,06±0,474 <sup>a</sup>
Pr>F	<,0001	0,0005	<,0001	<,0001	<,0001

\*Balık kılçık tozları için azot çevrim faktörü 6,25 olarak alınmıştır.

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar diğer çalışmalardaki kılçık tozlarının kül içeriklerine oranla oldukça yüksektir. Bu durum çalışmamızda kullanılan balık kılçık tozlarının mineral madde açısından daha zengin olduğunu göstermektedir. Yapılan çalışma aynı zamanda balık kılçıklarının toz haline getirilirken sodyum hidroksit, sitrik asit ve sodyum hipoklorit ile etkileşimleri sonucunda kül içeriklerinin olumlu yönde etkilendiğini göstermektedir. Çeşme suyuyla muamele gören balık kılçıklarının kül içerikleri %52,33–53,80 arasında değişkenlik gösterirken kimyasal muamele sonunda balık kılçıklarının kül içeriklerinin %78,63– 3,28 arasında değiştiği gözlenmiştir.

Balık kılçıklarının yağ oranları %3,68–10,00 arasında değişmektedir (Tablo 4.8). Balık kılçığı çeşidinin elde edilen tozların yağ içerikleri üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Çalışma kapsamında kılçık tozlarında elde edilen yağ miktarları Hemung ve ark. [58], Nemati ve ark. [30], Sruitha ve ark. [25] elde ettikleri yağ miktarları ile uyum sağlamaktadır.

Balık kılçıklarının protein içeriklerinin %1,67-5,32 arasında değiştiği tespit edilmiştir. En düşük protein içeriği çipura kılçığı tozunda, en yüksek protein içeriği alabalık kılçığı tozunda gözlenmiştir. Balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tozların protein içerikleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Balık kılçıkları

sırasıyla NaOH, sitrik asit ve sodyum hipokloritle muamele edildikten sonra elde edilen balık kılçık tozlarının protein içerikleri (%1,67–5,32) çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının protein içeriklerine göre (%23,44–30,54, Tablo 4.1) oldukça azalmıştır. Protein içeriği balık kılçıklarının kimyasallarla ve özellikle NaOH ile işlem görmesi sonucu protein bağlarının zarar görerek proteinlerin parçalanması sonucu azalmaktadır.

Shimosaka ve ark. [32], %4'lük bir asetik asit çözeltisinde kürlenmiş at uskumru kılçığının protein içeriklerini 0,3–1,8 mg/100mg arasında tespit etmişlerdir. Başka bir çalışmada Nemati ve ark. [30], ton balığının kılçığının protein içeriğini 16,10 g/100g belirlemişlerdir. Yin ve ark. [72] gümüş sazan kılçığının protein içeriğini 20,44–20,52 g/100g; Erkan ve ark. [13] levrek ve çipura kılçıklarının protein içeriklerini sırasıyla %20,35 ve %19,81; Sato ve ark. [81] Japon pisi balık kılçığının protein içeriklerini 3,9-4,5 g/100g olarak tespit etmişlerdir.

Balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tozların suda çözünürlükleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p < 0,05$ ). Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının suda çözünürlük yüzdeleri Tablo 4.8'de yer almaktadır. Kılçık tozlarının suda çözünürlüğü %11,56–21,06 arasında değişmekte olup en düşük çözünürlük çipura kılçık tozlarında, en yüksek çözünürlük ise levrek kılçık tozlarında tespit edilmiştir. Balık kılçıklarından kimyasal muamele yoluyla toz elde edilmesi ile kılçıkların suda çözünürlüklerinin önemli ölçüde arttığı belirlenmiştir. Bu artışın nedeninin kullanılan kimyasalların balık kılçıklarının partikül boyutlarını inceltmesinin olduğu düşünülmektedir.

#### **4.2.2 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarının Renk Özellikleri**

Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) Tablo 4.9 'da ve ANOVA tabloları EK A.37-39'da verilmiştir.

Alabalık, çipura ve levrek kılçık tozların  $L^*$  değerlerinin 85,02-86,08 arasında değiştiği belirlenmiştir. Balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tozların  $L^*$  değerleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p < 0,05$ ). Kılçık tozlarını elde etmek için

NaOH ile temizleme, sitrik asit ile koku giderme ve sodyumhipokloritle renk açma işlemi uygulanmıştır. Renk açma işleminden sonra çeşme suyuyla muamele ile elde edilen kılçıklarda  $L^*$  aydınlık değerinin 63,25–76,27 aralığından kimyasalla muamele ile elde edilen kılçıklarda 85,02–86,08 aralığına arttığı görülmüştür.

**Tablo 4.9.** Kimyasal muamele ile elde edilen alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarının renk değerleri

Örnek	$L^*$	$a^*$	$b^*$
Alabalık	85,63±0,029 <sup>ba</sup>	1,64±0,006 <sup>a</sup>	14,97±0,085 <sup>b</sup>
Çipura	85,02±0,014 <sup>b</sup>	1,62±0,003 <sup>a</sup>	16,78±0,086 <sup>a</sup>
Levrek	86,08±0,013 <sup>a</sup>	1,36±0,008 <sup>b</sup>	14,76±0,007 <sup>b</sup>
p değeri	0,0204	0,0296	<,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tozların  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Tablo 4.9’da  $a^*$  kırmızılık değerlerinin 1,36–1,64 arasında,  $b^*$  sarılık değerleri ise 14,76–16,78 arasında değiştiği tespit edilmiştir.

Techochatchawall ve ark. [57], tatlı su çipurası kılçıklarının sırasıyla Cl ve NaOH ile muamele edilmesi sonucu elde edilen balık kılçık tozlarının renk değişimlerini incelemiştir. Kaynatma işleminden sonra 62,18 olan  $L^*$  değerinin, Cl ile 68,40, daha sonra NaOH ile muamele edilerek 73,57 olduğu gözlenmiştir. Balık kılçıklarının kimyasalla muamelesi sonucu balık kılçık tozlarının aydınlık değerleri artmıştır. Kuvvetli bir asit olan NaOH’ın balık kılçık tozlarının aydınlık ve sarılık-mavilik değerlerini arttırdığı gözlenirken kırmızılık-yeşillik değerlerini azalttığı gözlemlenmektedir. Yaptığımız çalışmada  $L^*$  ve  $a^*$  değerlerinin Techochatchawall ve ark. [57] elde ettikleri  $L^*$  ve  $a^*$  değerlerine göre yüksek olduğu tespit edilmiştir.



### 4.3. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Bazı Özelliklerinin Belirlenmesi

#### 4.3.1. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Fiziksel Özellikleri

Alabalık, çipura ve levrek balıklarının kılçık tozlarından elden edilen tabletlere ait ağırlık, çap, kalınlık ve sertlik sonuçları Tablo 4.10'da ve ANOVA Tabloları EK A.41-43 ve Tablo EK A.69'da verilmektedir.

Farklı balık kılçığı çeşitlerinden elde edilen tabletlerin ağırlıkları istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Tabletlerin ağırlıkları 1,23–1,30 g arasında değişmektedir.

**Tablo 4.10.** Tabletlerin fiziksel analiz sonuçları

Örnek	Ağırlık (g)	Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Sertlik (g kuvvet)
Alabalık	1,25±0,006 <sup>b</sup>	11,74±0,008 <sup>a</sup>	6,10±0,014 <sup>a</sup>	10244,05±299,04 <sup>c</sup>
Çipura	1,30±0,004 <sup>a</sup>	11,72±0,005 <sup>a</sup>	4,80±0,015 <sup>b</sup>	17189,19±768,999 <sup>a</sup>
Levrek	1,23±0,030 <sup>c</sup>	11,74±0,008 <sup>a</sup>	4,65±0,030 <sup>c</sup>	11999,45±368,492 <sup>b</sup>
p değeri	0,0007	0,1715	<,0001	0,0019

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Balık kılçık tozlarının çeşitlerinden elde edilen tabletlerin kalınlıkları istatistiksel açıdan önemli bulunurken ( $p<0,05$ ), çapların istatistiksel açıdan önemli olmadığı tespit edilmiştir ( $p>0,05$ ). Tablet kalınlığı kalıba dolmasına izin verilen toz miktarı ve sıkıştırma sırasında uygulanan basınç ile ilişkilidir [82]. Tabletlerin çapları 11.72-11.74 mm ve kalınlıkları 4,65-6,10 mm arasında değişmektedir (Tablo 4.10). Çipura ve levrek kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kalınlıkları benzerlik gösterirken alabalık tabletlerinin daha kalın olduğu, çaplarının ise neredeyse aynı olduğu gözlenmiştir. Benzer ağırlıkta olup sabit kuvvet uygulanmasına rağmen

tabletlerin farklı kalınlıklarda basılmasının tozların yoğunluklarının ve sıkıştırılabilirliklerinin farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablet dayanıklılığı bir sıkıştırma testi ile tabletin kırılma kuvvetinin ölçülmesi yoluyla belirlenir. Bir formülasyonun tabletlenebilirliği uygulanan basınçla tabletin gerilme mukavemetinin nasıl değiştiğinin açıklanması için kullanılmaktadır [39]. Balık kılçık tozlarının çeşitlerinden elde edilen tabletlerin sertlik değerleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Tabletlerin sertlikleri Tablo 4.10'da da görüldüğü üzere 10244,05–17189,19 g kuvvet arasında değişmektedir. Tabletlerin tamamı sertlik bakımından istatistiksel olarak farklıdır ( $p<0,05$ ). En sert tabletlerin çipura kılçıklarından elde edilen tabletler olduğu görülmektedir.

Balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin renk ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) değerleri Tablo 4.11'de ve ANOVA tabloları Tablo EK A.44-46'da verilmiştir.

Alabalık, çipura ve levrek kılçık tozlarından elde edilen tablet çeşitlerinin  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  değerleri istatistiksel açıdan önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Balık kılçık tozlarından elde edilen tabletlerin  $L^*$  değerlerinin 85,07–93,15 arasında değiştiği görülmektedir. Çipura ve levrek kılçık tozlarından elde edilen tabletlerin aydınlık değerleri istatistiksel açıdan farklılık göstermezken, alabalık kılçık tozlarından elde edilen tabletlerin  $L^*$  değeri daha yüksek ve farklıdır. Tabletlerin renk değerleri, çeşme suyuyla ve kimyasal muamele ile işlem görmüş kılçıkların renk değerlerine göre artış göstermiştir. Bu artışta tablet yapımında bağlayıcı olarak kullanılan ve oldukça beyaz bir renge sahip PEG 4000'in etkisinin olduğu saptanmıştır.

Balık kılçık tozlarından elde edilen tabletlerin  $a^*$  değerlerinin 2,53–5,78;  $b^*$  değerlerinin 19,21–27,53 arasında değiştiği görülmektedir.  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri en yüksek, çipura kılçık tozu içeren tabletlerde ve  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri en düşük, alabalık kılçık tozu içeren tabletlerde tespit edilmiştir.

**Tablo 4.11.** Tabletlerin renk deęerleri

Örnek	$L^*$	$a^*$	$b^*$
Alabalık	93,15±0,411 <sup>a</sup>	2,53±0,127 <sup>c</sup>	19,21±0,510 <sup>c</sup>
Çipura	85,07±1,114 <sup>b</sup>	5,78±0,518 <sup>a</sup>	27,53±0,794 <sup>a</sup>
Levrek	86,78±0,957 <sup>b</sup>	4,92±0,330 <sup>b</sup>	25,30±0,737 <sup>b</sup>
p deęeri	<,0001	<,0001	<,0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen deęerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Sonuçlar 3 tekrar halinde basılan tabletlerde 5 paralel ölçümün ortalamasıdır.

#### **4.3.2 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin *In vitro* Sindirim Öncesi Mineral Madde Kompozisyonu**

Mineraller, vücuda alınmak zorundadırlar. Bunun nedeni sürekli olarak ter ve idrar yoluyla vücuttan atılıyor olmalarıdır.  $Ca^{++}$ , P ve Mg vücudumuzun günlük olarak 100 mg'dan fazla (vücut ağırlığının %0,01'den fazlasına) ihtiyaç duyduğu minerallerdir [70].

Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarından üretilen tabletlerin ve piyasadan rastgele temin edilen bir kalsiyum kaynağı gıda takviyesinin mineral madde kompozisyonu Tablo 4.12 (ANOVA Tabloları EK A.50-53) ve Tablo 4.13 (ANOVA Tabloları EK A.48-49)'te verilmiştir. Balık kılçığı çeşidinin tabletlerin Mg ve K içeriği üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemli bulunurken ( $p<0,05$ ),  $Ca^{++}$  ve P içeriği üzerine etkisi önemli bulunmamıştır ( $p>0,05$ ). Tabletlerin  $Ca^{++}$  içerikleri 21,89–26,61 g/100g arasında deęişmektedir. Alabalık, çipura ve levrek kılçıklarından üretilen tabletler  $Ca^{++}$  içeriği bakımından benzerlik göstermiş, piyasadan temin edilen tabletin  $Ca^{++}$  içeriği ise kılçık tozu tabletlerinin  $Ca^{++}$  içeriğinden farklı ve düşük olarak belirlenmiştir. Alabalık, çipura ve levrek tabletlerinde P sırasıyla 11,92, 12,12 ve 12,16 g/100g'dır. Kalsiyuma benzer şekilde alabalık, çipura ve levrek kılçıklarından üretilen tabletler P içeriği bakımından benzerlik göstermektedir. Piyasadan temin edilen tabletin P içeriğinin ise kılçık tozu tabletlerinin P içeriğinden çok daha düşük olduğu belirlenmiş olup tabletin P kaynağı olmadığını söylemek doğru olacaktır.

**Tablo 4.12.** Tabletlerin makro mineral madde içerikleri

Örnek	Ca <sup>++</sup> (g/100g)	P (g/100g)	Mg (g/100g)	K (mg/kg)
Alabalık	25,50±1,315 <sup>a</sup>	11,92±0,025 <sup>a</sup>	0,49±0,014 <sup>b</sup>	163,81±12,702 <sup>a</sup>
Çipura	25,94±1,005 <sup>a</sup>	12,12±0,807 <sup>a</sup>	0,43±0,007 <sup>c</sup>	116,85±5,167 <sup>b</sup>
Levrek	26,61±0,692 <sup>a</sup>	12,16±00,654 <sup>a</sup>	0,44±0,006 <sup>c</sup>	116,30±3,523 <sup>b</sup>
Ca Tableti	21,89±0,133 <sup>b</sup>	0,20±0,004 <sup>b</sup>	0,90±0,000 <sup>a</sup>	35,53±0,620 <sup>c</sup>
p değeri	0,0209	<,0001	<,0001	0,0003

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Tabletlerin Mg içeriği 0,43–0,90 g/100g arasında değişmektedir. Mg en yüksek piyasadan temin edilen tabletlerde en düşük ise çipura tabletlerinde tespit edilmiştir. Tabletlerin K içeriği 35,53–163,81 mg/kg arasında değişmekte olup en yüksek değer alabalık tabletlerinde, en düşük değer piyasadan temin edilen Ca<sup>++</sup> tabletinden belirlenmiştir.

**Tablo 4.13.** Tabletlerin mikro mineral madde içerikleri

Örnek	Fe (mg/kg)	Zn (mg/kg)
Alabalık	4,81±0,215 <sup>b</sup>	105,10±5,243 <sup>b</sup>
Çipura	2,55±0,506 <sup>c</sup>	61,70±1,453 <sup>b</sup>
Levrek	3,12±0,268 <sup>c</sup>	63,00±3,533 <sup>b</sup>
Ca Tableti	32,66±0,310 <sup>a</sup>	2338,20±10,545 <sup>a</sup>
Pr>F	<,0001	0,0073

Aynı satırda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Mikro mineraller, vücudumuzun günlük olarak 100 mg'dan daha az (vücut ağırlığının %0,01'den daha az) ihtiyaç duyduğu minerallerdir [70]. Balık kılıçığı çeşidinin tabletlerin Fe ve Zn içeriği üzerine etkisi istatistiksel açıdan önemlidir ( $p<0,05$ ).

Tablo 4.13'te verilen Fe deęerleri 2,55-32,66 mg/kg arasında deęişirken en yüksek Fe ięerięi piyasadan alınan Ca<sup>++</sup> tabletinde, en düşük Fe ięerięi ipura tabletlerinde tespit edilmiřtir. Zn en yüksek deęer Alabalık tabletlerinde, en düşük deęer Zn iin levrek tabletlerinde belirlenmiřtir. Tablo 4.13'teki Zn ięerięi 61,70-2338,20 mg/kg arasında deęişmektedir. Ca<sup>++</sup> iyonlarının, Fe emilimini azaltması nedeniyle Ca<sup>++</sup> deęerlerindeki artış Fe deęerlerinin azalmasına neden olmuřtur [71].

Malde ve ark. [23] somon ve Marino kılık tozlarında ve takviye olarak kullanılan Ca tabletlerinde bulunan Ca<sup>++</sup> miktarını karřılařtırmıřlardır. Somon balık kılık tozlarında Ca<sup>++</sup> ięerięi 15,7 g/100g, P ięerięi 8,9 g/100g ve Mg ięerięi 0,26 g/100g; Morina balık kılık tozlarında Ca<sup>++</sup> 24,8 g/100g, P ięerięi 18 g/100g ve Mg ięerięi 0,35 g/100g řeklinde belirlenmiřtir. Fe ięerięi 19-20 mg/kg arasında, Zn ięerięi 58-106 mg/kg arasında ve K ięerięi 2,3–3,2 mg/kg arasında deęişmektedir. Piyasadan temin edilen Ca tabletinin Ca ięerięi 32,4 g/100g, P ięerięi 0,77 g/100g, Mg ięerięi 0,18 g/100g, Fe ięerięi 150 mg/kg, Zn ięerięi 1,9 mg/kg ve K ięerięi 0,095 mg/kg arasında deęişmektedir. Sonularımız Ca ięerięi iin ipura kılıklarından retilen tabletlerinin Ca<sup>++</sup> ięerięi ve Morina kılıklarının Ca<sup>++</sup> ięerięi benzerlik gstermektedir. Levrek tabletlerinin en yüksek, somon kılıklarının en düşük Ca ięerięine sahip olduęu belirlenmiřtir. P ięerięi en düşük somon kılıklarında, en yüksek morina kılıklarında gzlenmiřtir. Sonularımız Somon kılıkları ile uygunluk gstermektedir. Alabalık, ipura ve Alabalık tabletlerinde Mg, Fe, Zn ve K ięerikleri somon ve morina kılıklarına gre yüksek gzlenmiřtir.

Toppe ve ark.[22] morina, ringa, istavrit ve kmr balıklarının kılıklarıyla alıřmıřlardır. Kullanılan balık kılıklarının Ca<sup>++</sup>, P, Mg ve K ięerikleri alıřmamızda elde edilen alabalık, ipura ve levrek tabletlerinden düşük, Fe ięerikleri ise yüksek olarak tespit edilmiřtir.

#### **4.3.3. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılık Tozlarından retilen Tabletlerin *In vitro* Sindirim Sonrası Mineral Madde Kompozisyonu**

Biyoeriřilebilir mineral madde miktarını saptamak iin kimyasal muamele ile elde edilen balık kılık tozlarından retilen *in vitro* sindirim iřlemi uygulanmıřtır. Tablo 4.14 ve ANOVA Tabloları EK A.76-81'de sindirim sonrası mineral madde kompozisyonu yer almaktadır.

Balık kılçığı çeşidinin kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası  $Ca^{++}$ , P, Mg ve Zn içerikleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Kılçık çeşidinin tabletlerin Fe ve K içerikleri üzerine etkisi ise önemsizdir ( $p>0,05$ ).

Tabletlerin  $Ca^{++}$  içerikleri 208,51–6832,92 g/100g arasında değişmektedir. En yüksek  $Ca^{++}$  içeriği piyasadan alınan tabletlerde, en düşük  $Ca^{++}$  içeriği alabalık tabletlerinde gözlenmiştir. P içerikleri alabalık tabletlerinde 140,69 g/100g çipura tabletlerinde 164,01 g/100g, levrek tabletlerinde 181,12 g/100g ve piyasadan temin edilen tabletlerde 101,84 g/100g'dır. Mg içerikleri 131,02–2619,63 g/100g arasında değişmektedir. Kılçık değerlerinde olduğu gibi yüksek değerlere sahip olmayan Mg değeri, en fazla piyasadan temin edilen tabletlerde, en az alabalık tabletlerinde tespit edilmiştir. K için en yüksek içerik levrek tabletlerinde, en az alabalık tabletlerinde belirlenmiştir. K değerleri 492,18–576,31 mg/kg arasında değişmektedir.  $Ca^{++}$  iyonlarının, Fe emilimini inhibe etmesi nedeniyle  $Ca^{++}$  değerlerindeki artış Fe değerlerinin azalmasına neden olduğu Tablo 4.14'te görülmektedir. Bu durum sindirim sonrası için de değişmemiş olup Tablo 4.14'te verilmiştir.

Fe değerleri 0,12-5,57 mg/kg arasında değişirken en yüksek Fe değeri alabalık tabletlerinde, en düşük Fe değeri alabalık tabletlerinde tespit edilmiştir. Zn içeriğinin en yüksek değeri piyasadan alınan tabletlerde, en düşük değeri ise çipura tabletlerinde belirlenmiştir. Tablo 4.14'teki Zn değerleri 0,34–187,57 mg/kg arasında değişmektedir.

Vignola ve ark. [73] sade ve tam tahıllı makarnanın sindirim sonrası mineral içeriklerini sade makarnada Fe 10,21 mg/kg, Mg 49,73 mg/kg, Zn 7,24 mg/kg olarak, tam tahıllı makarnada, Fe 3,86 mg/kg, Mg 19,37 mg/kg, Zn 5,21 mg/kg ve K 33,15 mg/kg olarak belirlemişlerdir.

**Tablo 4. 14.** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin *in vitro* sindirim sonrası mineral madde kompozisyonu

Örnek	Ca <sup>++</sup> (g/100g)	P (g/100g)	Mg (g/100g)	K (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Zn (mg/kg)
Alabalık	208,51±43,537 <sup>b</sup>	140,69±33,234 <sup>ba</sup>	131,02±30,780 <sup>b</sup>	492,18±113,491 <sup>a</sup>	0,12±0,163 <sup>a</sup>	0,52±0,283 <sup>b</sup>
Çipura	221,28±4,455 <sup>b</sup>	164,01±2,616 <sup>a</sup>	132,58±0,983 <sup>b</sup>	570,59±10,727 <sup>a</sup>	5,57±7,877 <sup>a</sup>	0,34±0,049 <sup>b</sup>
Levrek	298,64±4,080 <sup>b</sup>	181,12±3,939 <sup>a</sup>	144,69±2,828 <sup>b</sup>	576,31±8,365 <sup>a</sup>	0,23±0,057 <sup>a</sup>	0,43±0,057 <sup>b</sup>
Ca Tableti	6832,92±181,041 <sup>a</sup>	101,84±1,230 <sup>b</sup>	2619,63±31,678 <sup>a</sup>	502,99±8,556 <sup>a</sup>	0,88±0,028 <sup>a</sup>	187,57±2,150 <sup>a</sup>
p değeri	<.0001	0,0339	<.0001	0,4214	0,5255	<.0001

Aynı sütunda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p < 0.05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

#### 4.3.4 Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Amino Asit Kompozisyonu

Tablet üretimi için toz haline getirilen alabalık, çipura ve levrek kılçıkları NaOH, sitrik asit ve sodyum hipokloritle muamele edilmiştir. Yapılan işlemler sonucunda çipura ve levrek kılçıklarından elde edilen tabletlerde amino asit bağları tamamen koparak amino asit değerleri tespit edilememiştir.

Tabletlerin amino asit kompozisyonları Tablo 4.15'te ve ANOVA Tabloları EK A.54-68'de verilmiştir. Yalnızca alabalık kılçık tozlarından elde edilen tabletlerin amino asit değerleri tespit edilmiştir. Çipura ve levrek tozlarından üretilen tabletlerde amino asit değerlerine rastlanmamıştır.

Arjinin ve histidin gibi yüksek bazik özellikte olan amino asitlerin, asitle tepkimeye girmesi sonucu nötrleşmenin gerçekleşmesi, metiyonin ve lisin gibi kolaylıkla reaksiyona girip yapısı bozulabilen dayanıksız amino asitlerin varlığı, izolösin ve lösin gibi sudaki çözünürlüklerinin az olmasından dolayı yağ zerrecikleri şeklinde faz oluşumuyla kimyasal muamelenin durulama aşamasında kayıpların yaşanması amino asit değerlerinin azalmasındaki başlıca nedenler arasında yer almaktadır [78].

Toppe ve ark.[22] yaptıkları bir çalışmada çeşitli balık kılçıklarının amino asit değerlerini incelemişlerdir. Çalışmalarında alabalık kılçığının amino asit değerlerini şu şekilde tespit etmişlerdir; aspartik asit 7800 mg/100g, glutamik asit 11200 mg/100g, serin 4900 mg/100g, glisin 17300 mg/100g, histidin 2200 mg/100g, arjinin 7800 mg/100g, threanin 3200 mg/100g, alanin 7100 mg/100g, prolin 8200 mg/100g, trosin 1800 mg/100g, valin 2900 mg/100g, metiyonin 2600 mg/100g, izolösin 2200 mg/100g, lösin 3900 mg/100g, lisin 4300 mg/100g ve fenilalanin 2600 mg/100g 'dır.



**Tablo 4. 15.** Tabletlerin amino asit kompozisyonu

	Alabalık (mg/100g)
Aspartik Asit	217,00±25,456
Glutamik Asit	296,50±11,667
Serin	47,00±31,466
Glisin	498,50±95,459
Arjinin	70,50±52,679
Treanin	278,00±33,941
Alanin	158,50±7,778
Prolin	1583,00±546,240
Tirozin	270,50±30,406
Valin	321,00±13,789
İzolösin	218,00±15,203
Lösin	102,50±3,536
Fenilalanin	79,50±10,607
Lisin	57,00±27,224

Çipura ve Levrek kılçık tozlarından üretilen tabletlerde amino asit saptanmamıştır.

#### **4.3.5. Kimyasal Muamele ile Elde Edilen Balık Kılçık Tozlarından Üretilen Tabletlerin Kolajen içeriği**

Vücut bağ dokusunun %80 gibi büyük bir bölümünü oluşturan kolajenin temel görevi bağ dokusunu güçlendirmek ve vücudumuzun bütünlüğünü korumaktır. Kolajen içeren besinleri ve kolajen takviyelerini tüketmek vücudumuzdaki kemik yoğunluğunu ve dayanıklılığını artırır. Ayrıca kemik erimesini engeller [79].

Hayvanların kemik ve derilerinde yüksek miktarlarda bulunan yapısal bir protein olan kolajenler ve bunların hidrolize formu olan jelatinler gıda, kozmetik, ilaç,

doku mühendisliği ve biyomedikal gibi çeşitli sektörlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Deri, pul ve kılçıklar daha çok jelatin üretiminin kullanılan kolajen açısından oldukça zengin işleme atıklarıdır [79].

Tabletlerin kolajen miktarları Tablo 4.16’da ve ANOVA Tablosu Tablo EK A.47’de verilmiştir. Tablet çeşitlerinin kolajen içerikleri istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ( $p<0,05$ ). Örneklerin kolajen içerikleri 0,03–0,16 g/100g arasında değişmiştir. En yüksek kolajen içeriği alabalık tabletlerinde, en düşük kolajen içeriği de levrek tabletlerinde tespit edilmiştir. Kimyasal muamele işleminin kılçıklarda proteinleri parçalayarak kolajen miktarının azalmasına neden olmaktadır.

**Tablo 4.16.** Tabletlerin kolajen içerikleri

Örnek	Kolajen (g/100g)
Alabalık	0,16±0,022 <sup>a</sup>
Çipura	0,04±0,003 <sup>b</sup>
Levrek	0,03±0,003 <sup>b</sup>
p değeri	<,0001

Aynı satırda aynı harf ile gösterilen değerler arasında  $p<0,05$  güven sınırına göre fark bulunmamaktadır.

Choi ve ark. [32] morina, Alaska mezzgit, dil, hoki, yılan balığı ve orkinos kılçık tozlarının kolajen içeriğini 3,94– 5,86 g/100g arasında belirlemiştir. Nagai ve ark. [37] çalışmalarında japon levreği ve çipura kılçıklarının kolajen değerlerini incelemiştir. Kılçıkları etil alkolle muamele eden Nagai ve ark. [37] kolajen değerleri japon levreği için %40,7 ve çipura için %40,1 şeklindedir. Bu çalışmalarda elde edilen sonuçların çalışmamızla uyum göstermemesinin nedeni olarak balık kılçıklarının muamele edildiği kimyasalların farklı olması ile birlikte balık kılçıklarının kendine has kimyasal kompozisyonları yanında mevsimsel ve çeşitli dış faktörlere bağlı olarak değişmesi gösterilebilir.

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışma Türkiye sularında yetiştirilen balıkların (alabalık, levrek, çipura) kılçıklarından elde edilen tozların kimyasal özelliklerinin aydınlatılmasını ve söz konusu kılçık tozlarından  $Ca^{++}$  kaynağı gıda takviyesi tabletlerinin üretimini kapsamaktadır. Elde edilen alabalık, çipura, levrek kılçık tozu tabletlerinin fiziksel özellikleri, başta  $Ca^{++}$ , P miktarı olmak üzere mineral madde kompozisyonu, mineral biyoerişilebilirlikleri, kolajen içerikleri ve amino asit kompozisyonu belirlenerek piyasadan rastgele temin edilen ticari kalsiyum kaynağı bir gıda takviyesi ile mineral madde kompozisyonu bakımından karşılaştırılmıştır.

Yapılan çalışma sonucunda çeşme suyu ile muamele edilen alabalık, çipura ve levrek kılçıkları, kimyasal muamele ile elde edilen kılçıkların tozları ve bu tozlardan üretilen tabletlerin özellikleri karşılaştırılmış, değişimlerin olduğu gözlenmiştir. Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının sonrasında kimyasal muamele ile elde edilen kılçık tozlarına göre nem, kül, suda çözünürlük ve  $L^*$  değerlerinde artış; yağ, protein,  $a^*$  ve  $b^*$  değerlerinde azalma olduğu tespit edilmiştir.

Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarında en yüksek nem, kül, protein ve suda çözünürlük değerlerine alabalık kılçığı sahipken en yüksek yağ içeriğine levrek kılçığının sahip olduğu görülmektedir. Mineral madde içeriğine bakıldığında P ve  $Ca^{++}$  bakımından en zengin içeriğe çipura kılçıkları, Mg, K, Fe ve Zn bakımından en zengin içeriğine alabalık kılçıkları sahiptir. *In vitro* sindirim sonrası mineral madde içerikleri  $Ca^{++}$ , Mg ve K en fazla alabalık kılçıklarında, P ve Zn içeriği en fazla çipura kılçıklarında ve Fe içeriği en fazla levrek kılçıklarında olduğu tespit edilmiştir. Amino asit içerikleri için prolin dışındaki amino asit değerleri için en yüksek değerler alabalık kılçıklarında görülmektedir. Çipura ve levrek kılçıklarındaki değerler benzerlik gösterirken en fazla prolin içeriği levrek kılçıklarında görülmektedir. Kolajen içeriği 0,98-1,72 g/100g arasında değişmektedir. En fazla kolajen içeriği çipura kılçıklarında belirlenmiştir. Renk değerleri için aydınlık değeri en fazla alabalık kılçıklarında  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri en fazla çipura kılçıklarında tespit edilmiştir.

Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının en yüksek nem, kül ve protein içeriği alabalık kılçık tozlarında, en yüksek yağ ve suda çözünürlük değerleri

levrek kılçık tozlarında belirlenmiştir. Renk değerleri birbirine oldukça yakın olan kılçık tozlarının  $L^*$  değerleri 85,02-86,06 arasında,  $a^*$  değerleri 1,36-1,64,  $b^*$  değerleri 14,76-16,78 arasında değişmektedir.

Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin toksilolojik analizlerinin tamamlanması bireylerde kullanımın güvenilirliği açısından önemlidir. Tabletlerin ağırlıkları 1,23 – 1,30 g arasında değişkenlik gösterirken kalınlıkları kalıba sıkıştırılabilirlikleri ile ilişkili olarak farklılık göstermelerine neden olmuştur. Aynı zamanda piyasa da bulunan gıda takviyesi tabletlerinin ağırlıklarıyla da benzerlik göstermektedir. Benzer ağırlıktaki tabletlerden çipura tabletlerinin kalınlıklarının yüksek oluşunun nedeni tozların sıkıştırılabilirliklerinin farklı oluşundan kaynaklanmaktadır. Bu durum tabletlerin sertliklerindeki farklılıkları açıklamaktadır.  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri en yüksek levrek tabletlerinde görülürken alabalık tabletleri, diğer tabletlerden daha beyaz bir görüntüye sahiptir. *In vitro* sindirim öncesi ve sindirim sonrası mineral madde içerikleri piyasadan alınan tablet ile karşılaştırıldığında sindirim öncesinde  $Ca^{++}$  ve P içeriği en fazla levrek tabletlerinde, K içeriği en fazla alabalık tabletlerinde, Mg, Fe ve Zn değerleri en fazla piyasadan alınan tablette olduğu belirlenmiştir. *In vitro* sindirim sonrası mineral madde içeriklerine bakıldığında ise  $Ca^{++}$ , Mg ve Zn içeriğinin en fazla piyasadan temin edilen tablette olduğu, P ve K içeriğinin en fazla levrek tabletlerinde ve Fe içeriğinin en fazla çipura tabletlerinde olduğu tespit edilmiştir. Çipura ve levrek tozlarından üretilen tabletlere amino asit değerlerine rastlanmamıştır. Bu durumda en fazla protein yıkımının çipura ve levrek tabletlerinde gerçekleştiğini göstermektedir. Kolajen içerikleri 0,03-0,16 g/100g arasında değişmektedir. En fazla kolajen içeriği alabalık tabletlerinde tespit edilmiştir.

Çeşme suyu ile muamele edilen balık kılçıklarının kimyasal kompozisyonlarına ve mineral madde içeriklerine bakıldığında alabalık kılçıklarının tercih edilebileceği görülmektedir. *In vitro* sindirim sonrasında elde edilen mineral madde içerikleri incelendiğinde  $Ca^{++}$  miktarının diğer balık kılçıklarına göre fazla olması ve kimyasal muamele sonucunda da nem, kül, protein değerlerinin diğer balık kılçıklarına göre fazla olması alabalık kılçığının tercih edilme sebebini de desteklemektedir. Ancak bu durum tabletler için geçerli değildir. Kimyasal muamele ile elde edilmiş balık kılçık

tozlarından üretilen tabletlerin *in vitro* sindirim sonrası mineral madde içerikleri incelendiğinde en yüksek içeriğe levrek tabletlerinin sahip olduğu tespit edilmiştir.

Projenin amacı doğrultusunda gerçekleştirilen tablet üretimleri, alabalık, çipura ve levrek kılçıklarının toz haline getirilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Balık işleme sanayinin önemli bir atığı olan kılçıklardan  $Ca^{++}$  ve P içerikli, açık sarı renkte ve kokusuz tabletler üretilmiştir. Özellikle  $Ca^{++}$  eksikliğinin görüldüğü ülkemizde elde edilen tabletlerle bireyin günlük  $Ca^{++}$  ve P alımına destek olacağı öngörülmektedir.

Bu alanda yapılacak sonraki çalışmalarda proteinlerin yıkımını azaltmak ve biyoerişebilirliği arttırmak için farklı derişimlerde kimyasalların da kullanılabileceği düşünülmektedir. Böylece  $Ca^{++}$  ve P kaynağı olan kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kolajen kaynağı olması da sağlanabilir. Üretilen tabletlere emilimi arttırmaya yönelik vitamin ve mineral destekleri sağlanarak piyasadan temin edilen tablet gibi  $Ca^{++}$  emilimi yüksek gıda takviyesi elde edilmesinin mümkün olduğu öngörülmektedir.

## KAYNAKLAR

1. Karataş, S. Balıkçılık Sektör Raporu. Ordu Ticaret Borsası. Ordu, 2016, 2.
2. Su Ürünleri Raporu. Türkiye İstatistik Kurumu (TÜİK), Anonim. 2014, 1–16.
3. Sarıözkan, S. Fisheries Sector and Economics in Turkey. Turkish Journal of Aquatic Sciences. 2016, 15–22. DOI: 10.18864/TJAS201602.
4. Türkiye İstatistik Kurumu Deniz Balıkları İstatistikleri. Türkiye İstatistik Kurumu, Anonim, 2018.
5. Türkiye İstatistik Kurumu Tatlı Su Balıkları İstatistikleri. Türkiye İstatistik Kurumu, Anonim, 2018.
6. Altan, M. Modifiye Atmosferde Paketlemenin Levrek filetolarının Kimyasal, Mikrobiyolojik, Fiziksel ve Duyusa Kalitesine Etkisi. Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Hatay, 2014, 561–565 (Yüksek Lisans Tezi).
7. Dünyada Balıkçılık Ve Su Ürünleri Yetiştiriciliğinin Durumu. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). 2018, 3.
8. Yeşilayer, N., Kaymak, E., Gören M., Karşı, Z. Balık Yemlerinde Balık Ununa Alternatif Bitkisel Protein Kaynaklarının Kullanım Olanakları. Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi. 2013, 4, 12–30.
9. İnanlı, A.G. Alabalık Keki Yapımı ve Ürünün Duyusal, Kimyasal Kalitesi Trout Cake Making and Sensorial, Chemical Qualities of the Product. Biyoloji Bilimleri Araştırma Dergisi. 2011, 4(1), 149–153.
10. Berik, N., Çankırılıgil, C., Kahraman, D. Determination of Quality Attributes and Production of Fingers from Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss*) Fillet. Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi. 2015, 17(5), 735–740. DOI: 10.9775/kvfd.2011.4313.
11. Duman, M., Dartay, M., Yüksel, F. Munzur Çayı (Tunceli) Dağ Alabalıkları *Salmo trutta macrostigma* (Dumeril, 1858)' nin Et Verimi ve Kimyasal Kompozisyonu. Fırat University Journal of Sciences. 2011, 23(1), 41–45.
12. Bulut, M. Levrek (*Dicentrarchus labrax* L., 1758) ve Çipura (*Sparus aurata* L., 1758) Yumurtalarının Biyokimyasal Kompozisyonu. E.U. Journal of Fisheries & Aquatic Sciences. 2004, 21, 129–132.
13. Erkan, N., Özden, Ö. Proximate composition and mineral contents in aqua cultured sea bass (*Dicentrarchus labrax*), sea bream (*Sparus aurata*) analyzed by ICP-MS. Food Chemistry. 2007, 102(3), 721–725. DOI: 10.1016/j.foodchem.2006.06.004.
14. Dinçer, T., Cadun, A., Gamsız, K. Ege Denizi ve Karadeniz'de Kültüre Edilmiş Levreğin Kalite Parametrelerinin Kıyaslanması. Istanbul University Journal of Fisheries & Aquatic Sciences. 2009, 24(2), 25–37.
15. Duyar, H.A., Yeşiltaş, M., Aksoy, S., 2008. 1. International Congress of Seafood Technology, 18-21 Mayıs 2008, Çeşme-İzmir, Türkiye.
16. R. European Fisheries and Aquaculture Research Organisations, Anonim, France, 2002.
17. Proceedings of the TAFT 2003 conference. Published by The Iceland Fisheries Laboratories. First Joint Trans Atlantic Fisheries Technology Conference, 10-14 June 2003, Reykjavik, Iceland. (1-420).
18. Gündüz, H., Öztürk, F., Hamzaçebi, S., Akpınar D.M. Su Ürünleri İşleme Atıklarının Değerlendirilmesi. İzmir Katip Çelebi Üniversitesi. İzmir, 2018, 1-5.

19. Jeyasanta, K.I., Aiyamperumal, V., Patterson, J. Utilization of Trash Fishes as Edible Fish Powder and its Quality Characteristics and Consumer Acceptance. *World Journal of Dairy&Food Sciences*. 2013, 8(1), 1–10. DOI: 10.5829/idosi.wjdfs.2013.8.1.7123.
20. Kadam, S.U., Prabhasankar, P. Marine Foods As Functional Ingredients in Bakery And Pasta Products. *Food Research International*. 2010, 43(8), 1975–1980. DOI: 10.1016/J.Foodres.2010.06.007.
21. Logesh, A.R., Pravinkumar, M., Raffi, S.M., Kalaiselvam, M. Calcium and phosphorus determination in bones of low value fishes, *Sardinella longiceps (Valenciennes)* and *Trichiurus savala (Cuvier)*, from Parangipettai, Southeast Coast of India. *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*. 2012, 2(SUPPL.1), S254–S256. DOI: 10.1016/S2222-1808(12)60160-1.
22. Toppe, J., Albrektsen, S., Hope, B., Aksnes, A. Chemical composition, mineral content and amino acid and lipid profiles in bones from various fish species. *Comparative Biochemistry and Physiology-Biochemistry and Molecular Biology*. 2007, 146(3), 395–401. DOI: 10.1016/j.cbpb.2006.11.020.
23. Malde, M.K., Bügel, S., Kristensen, M., Malde, K., Graff, I.E., Pedersen, J.I. Calcium from salmon and cod bone is well absorbed in young healthy men: A double-blinded randomised crossover design. *Nutrition and Metabolism*. 2010, 7, 1–9. DOI: 10.1186/1743-7075-7-61.
24. Bubel, F., Dobrzański, Z., Bykowski, P.J., Chojnacka, K., Opaliński, S., Trziszka, T. Production of calcium preparations by technology of saltwater fish by product processing. *Open Chemistry*. 2015, 13(1), 1333–1340. DOI: 10.1515/chem-2015-0146.
25. Hemung, B.O., Sriuttha, M. Effects of tilapia bone calcium on qualities of tilapia sausage. *Kasetsart Journal-Natural Science*. 2014, 48(5), 790–798.
26. Yin, T., Park, J.W. 2014. Yin, T., Park, J.W. 2014. “Effects of nano-scale fish bone on the gelation properties of Alaska pollock surimi”, *Food Chemistry*. 150, 463–468.
27. Belitz, H.D., Grosch, W., Schieberle, P. 2009. Belitz, H.D., Grosch, W., Schieberle, P. 2009. *Food Chemistry* (3.Edition), 421-428.
28. Terzioğlu, P., Öğüt, H., Kalemtaş, A. Natural Calcium Phosphates From Fish Bones And Their Potential Biomedical Applications. *Materials Science And Engineering C*. 2018, 91(May), 899–911. DOI: 10.1016/J.Msec.2018.06.010.
29. Flammini, L., Martuzzi, F., Vivo, V., Ghirri, A., Salomi, E., Bignetti, E., Et Al. Hake Fish Bone As A Calcium Source For Efficient Bone Mineralization. *International Journal Of Food Sciences And Nutrition*. 2016, 67(3), 265–273. DOI: 10.3109/09637486.2016.1150434.
30. Nemati, M., Kamilah, H., Huda, N., Ariffin, F. In vitro calcium availability in bakery products fortified with tuna bone powder as a natural calcium source. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*. 2016, 67(5), 535–540. DOI: 10.1080/09637486.2016.1179269.
31. Brun, L.R., Lupo, M., Delorenzi, D.A., Di Loreto, V.E., Rigalli, A. Chicken Eggshell As Suitable Calcium Source At Home. *International Journal Of Food Sciences And Nutrition*. 2013, 64(6), 740–743. DOI: 10.3109/09637486.2013.787399.
32. Shimosaka, C., Shimomura, M., Terai, M. Changes in the Physical Properties and Composition of Fish Bone Cured in an Acetic Acid Solution. *Journal of Home Economics Japan*. 1998, 49(8), 873–879.
33. Petenuci, M.E., Stevanato, F.B., Visentainer, J.E., Matsushita, M., Garcia, E.E.,

- de Souza, N.E., Visentainer, J.V. 2008. "Fatty acid concentration, proximate composition, and mineral composition in fishbone flour of Nile tilapia". *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*, 58(1), 87–90.
34. Sikorski, Z., Sun Pan, B., Shahidi, F. 1994. Sikorski, Z., Sun Pan, B., Shahidi, F. 1994. *Seafood Proteins*, NY, London: Chapman and Hall.
35. Choi, J.D., Koo, J.G., Kim, J.S. Choi, J.D., Koo, J.G., Kim, J.S. 1998. "Component characteristics of fish bone as a food source", *Applied Biological Chemistry*, 41(1), 67-72.
36. Morimura, S., Nagata, H., Uemura, Y., Fahmi, A., Shigematsu, T., Kida, K. Development Of An Effective Process For Utilization Of Collagen From Livestock And Fish Waste. *Process Biochemistry*. 2002, 37(12), 1403–1412. DOI: 10.1016/S0032-9592(02)00024-9.
37. Nagai, T., Suzuki, N. Isolation of collagen from fish waste material - Skin, bone and fins. *Food Chemistry*. 2000, 68(3), 277–281. DOI: 10.1016/S0308-8146(99)00188-0.
38. T.C.Milli Eğitim Bakanlığı. Nem, Kül ve Elek Analizi. Kimya Teknolojileri. Ankara, 2011.
39. Rajkumar, A.D., Reynolds, G.K., Wilson, D., Wren, S.A.C., Salman, A.D. The effect of roller compaction and tableting stresses on pharmaceutical tablet performance. *Powder Technology*. 2019, 341, 23–37. DOI: 10.1016/j.powtec.2018.08.065.
40. Erzurumlu, Mevlüt Orkun. Ağızda Hızlı Dağılan Tablet Formülasyonlarının Hazırlanması Ve Karakterizasyonu. Gazi Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Eczacılık Fakültesi, Farmasötik Teknoloji Anabilim Dalı, Ankara, 2009, 156.
41. Halaçoğlu, M.D., Uğurlu, T. Tabletler ve Tablet Basımına Etki Eden Kuvvetlerin Belirlenmesinde Kullanılabilecek Bazı Yeni Eşitlikler. *MÜSBED*, 2015, 5(3), 204–210. DOI: 10.5455/musbed.20150602014155.
42. Arndt, O. rupert., Kleinebudde, P. Towards a better understanding of dry binder functionality. *International Journal of Pharmaceutics*. 2018, 552(1–2), 258–264. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2018.10.007.
43. Nasr, M., Dawoud, M. Sorbitol based powder precursor of cubosomes as an oral delivery system for improved bioavailability of poorly water soluble drugs. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*. 2016, 35, 106–113. DOI: 10.1016/j.jddst.2016.06.011.
44. Arndt, O., Kleinebudde, P. Influence of binder properties on dry granules and tablets. *Powder Technology*, Elsevier. 2018, 337, 68–77. DOI: 10.1016/j.powtec.2017.04.054.
45. Ascani, S., Berardi, A., Bisharat, L., Bonacucina, G., Cespi, M., Palmieri, G.F. The influence of core tablets rheology on the mechanical properties of press-coated tablets. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2019, 135, 68–76. DOI: 10.1016/j.ejps.2019.05.011.
46. Polietilen Glikol, Acar Chemicals, 2019. Cas No:25322-68-2. EC No:500-038-2.
47. Moneghini, M., Kikic, I., Voinovich, D., Perissutti, B., Filipovic, J. Processing of carbamazepine–PEG 4000 solid dispersions with supercritical carbon dioxide : preparation , characterisation , and in vitro dissolution. *International Journal of Pharmaceutics*. 2001, 222, 129–138.
48. Perissutti, B., Michael, J., Podczeczek, F., Rubessa, F. Preparation of extruded carbamazepine and PEG 4000 as a potential rapid release dosage form. *European*



- Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics 53. 2002, 53, 125–132.
49. Cipolatti, E.P., Valério, A., Ninow, J.L., de Oliveira, D., Pessela, B.C. Stabilization of lipase from *Thermomyces lanuginosus* by crosslinking in PEGylated polyurethane particles by polymerization: Application on fish oil ethanolysis. *Biochemical Engineering Journal*. 2016, 112, 54–60. DOI: 10.1016/j.bej.2016.04.006.
  50. Minekus, M., Alminger, M., Alvito, P., Ballance, S., Bohn, T., Bourlieu, C., et al. Synthesis and modification of polyurethane for immobilization of *Thermomyces lanuginosus* (TLL) lipase for ethanolysis of fish oil in solvent free system. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 42(June), 1238–1244. DOI: 10.1016/j.bej.2016.04.006.
  51. Fitri, R.H., Lee, G., Sivakumar, P., Stenzel, M., Arcot, J. Effect of polyethylene glycol (PEG) molecular weight and nanofillers on the properties of banana pseudostem nanocellulose films. *Carbohydrate Polymers* 205. 2019, 205(August 2018), 330–339. DOI: 10.1016/j.carbpol.2018.10.049.
  52. Mehmood, A., Rashid, U., Shahzad, Y., Mahmood, T. Silymarin-laden PVP-PEG polymeric composite for enhanced aqueous solubility and dissolution rate : Preparation and in vitro characterization. *Journal of Pharmaceutical Analysis*. 2019, 9(1), 34–39. DOI: 10.1016/j.jpha.2018.09.003.
  53. Hamada M., Nagai T., Kai, N., Tanoue, Y., Mae, H., Hashimoto M., Miyoshi, K., Kumagai, H., Saeki, K. Inorganic Constituents Of Bone Of Fish. *Fisheries Science*. 1995, 61(3), 517–520.
  54. Hemung, B.O. Properties of Tilapia Bone Powder and Its Calcium Bioavailability Based on Transglutaminase Assay. *International Journal of Bioscience, Biochemistry and Bioinformatics*. 2013, 3(4), 306–309. DOI: 10.7763/IJBBB.2013.V3.219.
  55. Abdel-Moemin, A.R. Healthy cookies from cooked fish bones. *Food Bioscience*. 2015, 12, 114–121. DOI: 10.1016/j.fbio.2015.09.003.
  56. Huo, J., Deng, S., Xie, C., Tong, G. Preparation And Biological Efficacy Of Haddock Bone Calcium Tablets. *Chinese Journal Of Oceanology And Limnology*. 2010, 28(2), 371–378. DOI: 10.1007/S00343-010-9019-0.
  57. Techochatchawal, K., Therdthai, N., Khotavivattana, S. Development Of Calcium Supplement From The Bone Of Nile Tilapia (*Tilapia Nilotica*). *Asian Journal of Food and Agro-Industry*. 2012, 5(03), 183–192.
  58. Hemung, B.O., Yongsawatdigul, J., Chin, K.B., Limphirat, W., Siritapetawee, J. Silver Carp Bone Powder as Natural Calcium for Fish Sausage. *Journal of Aquatic Food Product Technology*. 2018, 27(3), 305–315. DOI: 10.1080/10498850.2018.1432733.
  59. Kittiphattanabawon, P., Benjakul, S., Visessanguan, W., Nagai, T., Tanaka, M. Characterisation Of Acid-Soluble Collagen From Skin And Bone Of Bigeye Snapper (*Priacanthus Tayenus*). *Food Chemistry*. 2005, 89(3), 363–372. DOI: 10.1016/J.Foodchem.2004.02.042.
  60. Aksoylu, Zeynep. Bisküvinin Fonksiyonel Özellik Taşıyan Bazı Bitkisel Ürünlerce Zenginleştirilmesi. Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, 2012, 144 (Yüksek Lisans Tezi).
  61. Ho, L.H., Abdul Aziz, N.A., Azahari, B. Physico-chemical characteristics and sensory evaluation of wheat bread partially substituted with banana (*Musa acuminata* X *balbisiana* cv. Awak) pseudo-stem flour. *Food Chemistry*. 2013, 139(1–4), 532–539. DOI: 10.1016/j.foodchem.2013.01.039.
  62. Bushra, R., Shoaib, M.H., Aslam, N. Formulation Development And

- Optimization Of Ibuprofen Tablets By Direct Compression Method Formulation Development And Optimization Of Ibuprofen Tablets By Direct Compression Method. *Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2008 (May).
63. Gheshlaghi, R., Scharer, J.M., Moo-Young, M., Douglas, P.L. Application Of Statistical Design For The Optimization Of Amino Acid Separation By Reverse-Phase HPLC. *Analytical Biochemistry*. 2008, 383(1), 93–102. DOI: 10.1016/J.Ab.2008.07.032.
  64. Becker, J. Official methods of analysis. Association of Analytical Communities. 2012, 1 (Volume 1), 141–144. DOI: 10.1007/978-3-642-31241-0.
  65. Brodkorb, A., Egger, L., Alminger, M., Alvito, P., Assunção, R., Ballance, S., Et Al. Infogest Static In Vitro Simulation Of Gastrointestinal Food Digestion. *Nature Protocols*. 2019, 14(4), 991–1014. DOI: 10.1038/S41596-018-0119-1.
  66. Özgören, Ezgi. Balık Eti Kullanımının Makarnanın Kalite Özelliklerine Etkisi. Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Denizli, 2019, 154 (Doktora Tezi).
  67. Glover-Amengor M., Ottah Atikpo, M.A., Abbey, L.D., Hagan L., A.J. And T.J. Proximate Composition And Consumer Acceptability Of Three Underutilised Fish Species And Tuna Frames. *World Rural Observations*. 2012, 4(2), 1-6.
  68. Okada T. Machino, and S. Kato, M. “Bone softening,” a practical way to utilize small fish. *Marine Fisheries Review*. 1988, 50 (3): 1(3), 1–7.
  69. Altıntaş, Arif. Mineral Maddeler, Yetersizlik- Fazlalık Hastalıkları, Biyokimya ders notları. Ankara Üniversitesi, Ankara, 2013, 117.
  70. Mineral Maddelerle ilgili ders notları. Ankara Üniversitesi, Ankara, 2016, 8.
  71. Gharibzahedi, S.M.T., Jafari, S.M. The Importance Of Minerals In Human Nutrition: Bioavailability, Food Fortification, Processing Effects And Nanoencapsulation. *Trends In Food Science And Technology*. 2017, 62, 119–132. DOI: 10.1016/J.Tifs.2017.02.017.
  72. Yin, T., Du, H., Zhang, J., Xiong, S. Preparation and Characterization of Ultrafine Fish Bone Powder. *Journal of Aquatic Food Product Technology*. 2016, 25(7), 1045–1055. DOI: 10.1080/10498850.2015.1010128.
  73. Vignola, M.B., Bustos, M.C., Pérez, G.T. In Vitro Dialyzability Of Essential Minerals From White And Whole Grain Pasta. *Food Chemistry*. 2018, 265(May), 128–134. DOI: 10.1016/J.Foodchem. 2018.05.012.
  74. Altıntaş, Arif. Amino asitler ve peptitler, Biyokimya ders notları. Ankara Üniversitesi, Ankara, 2013, 117.
  75. Amino asitler, ders notları. Anonim, 2019, 20.
  76. Fidanbaş, U.C.Z., Bilgin, Ş., Ertan, Ö.O. Bazı Deniz Balıklarının Aminoasit - Yağ Asiti İçerikleri ve Beslenme Açısından Önemi. *Eğirdir Su Ürünleri Fakültesi Dergisi*. 2015, 11(2), 45–59.
  77. Amino asitler, ders notları. Anonim, 2019, 7.
  78. Bağdatlıoğlu, Neriman. Gıda Kimyası 1, Amino asitler, ders notları. Manisa Celal Bayar Üniversitesi. Manisa, 2019, 74.
  79. Gündüz, H., Göztürk, F., Hamzaçebi, S., Akpınar, M.D. The Assessment of Seafood Processing Waste. *Aquatic Sciences and Engineering*. 2018, 33(1), 1–5. DOI: 10.18864/ase201801.
  80. Amzad, M. Effect Of Dietary Supplemental On Growth And Mineral Of Bone in Tiger Calcium Composition Puffer 1999, 47(3), 409–413.
  81. Vignola, M.B., Bustos, M.C., Pérez, G.T., Kosaraju, S.L., Weerakkody, R., Augustin, M.A., Et Al. Effects Of Lipid Extraction And Different Collagen

Extraction Methods On Archaeological Fish Bones And Its Implications For Fish Bone Diagenesis. *Gida / The Journal Of Food*. 2018, 91(May), 383–395. DOI: 10.15237/Gida.Gd18068.

82. Geometry, R., Analysis, G., Lai, O.M., Akoh, C., Farkye, N.Y., Shah, N., et al. A Brief Introduction to Novel Food Macromolecules G.2001. DOI: 10.1046/j.1365-2621.2001.00430.x.



## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Birsen ÖKTEM  
Doğum Yeri ve Yılı : Muğla, 1994  
Medeni Hali : Bekar  
Yabancı Dili : İngilizce  
E-posta : birsenktem@gmail.com

### Eğitim Durumu

Lise : Datça Yılmaz Kardeşler Anadolu Lisesi, 2012  
Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü,  
2012-2016  
:University of Technology and Life Sciences in Bydgoszcz/  
Poland, Faculty of Agriculture and Biotechnology ( Eylül 2014-Şubat 2015)  
Yüksek Lisans :Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü,  
Hububat Teknolojisi, 2016-2019

### Mesleki Deneyim

Ege Yemek A.Ş. Ağustos 2018-Aralık 2018

## EKLER

### EK A. Analiz sonuçlarına ait ANOVA tabloları

**Tablo EK A.1** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının nem analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	3.36246667	1.68123333	1700.12	<.0001
Hata	6	0.00593333	0.00098889		
Toplam	8	3.36840000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998239	0.756534	0.031447	4.156667

**Tablo EK A.2** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının kül analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	3.48335556	1.74167778	3.41	0.1025
Hata	6	3.06420000	0.51070000		
Toplam	8	6.54755556			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.532009	1.343603	0.714633	53.18778

**Tablo EK A.3** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının protein analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	91.22042222	45.61021111	6238.48	<.0001
Hata	6	0.04386667	0.00731111		
Toplam	8	91.26428889			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999519	0.328122	0.085505	26.05889

**Tablo EK A.4** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının yağ analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	189.2064222	94.6032111	11398.0	<.0001
Hata	6	0.0498000	0.0083000		
Toplam	8	189.2562222			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999737	0.571346	0.091104	15.94556

**Tablo EK A.5** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının  $L^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	299.5323556	149.7661778	8867.73	<.0001
Hata	6	0.1013333	0.0168889		
Toplam	8	299.6336889			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999662	0.182143	0.129957	71.34889

**Tablo EK A.6** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının  $a^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	15.34846667	7.67423333	8321.46	<.0001
Hata	6	0.00553333	0.00092222		
Toplam	8	15.35400000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999640	1.088463	0.030368	2.790000

**Tablo EK A.7** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının  $b^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	61.82166667	30.91083333	9211.84	<.0001
Hata	6	0.02013333	0.00335556		
Toplam	8	61.84180000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999674	0.329694	0.057927	17.57000

**Tablo EK A.8** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının suda çözünürlük analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	106.0322000	53.0161000	207.66	<.0001
Hata	6	1.5318000	0.2553000		
Toplam	8	107.5640000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.985759	8.050009	0.505272	6.276667

**Tablo EK A.9** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının alanin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	838351.0000	419175.5000	2359.34	<.0001
Hata	3	533.0000	177.6667		
Toplam	5	838884.0000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999365	0.614247	13.32917	2170.000

**Tablo EK A.10** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının arjinin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	32552.33333	16276.16667	141.74	0.0011
Hata	3	344.50000	144.83333		
Toplam	5	32896.83333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.989528	0.749985	10.71603	1428.833

**Tablo EK A.11** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının aspartik asit değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	119743.0000	59871.5000	552.66	0.0001
Hata	3	325.0000	108.3333		
Toplam	5	120068.0000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.997293	1.266220	10.40833	822.0000

**Tablo EK A.12** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının fenil alanin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	399476.3333	199738.1667	1137.03	<.0001
Hata	3	527.0000	175.6667		
Toplam	5	400003.3333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998683	1.599428	13.25393	828.6667



**Tablo EK A.13** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının glisin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	1189954.333	594977.167	20516.5	<.0001
Hata	3	87.000	29.000		
Toplam	5	1190041.333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999927	0.106813	5.385165	5041.667

**Tablo EK A.14** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının glutamik asit değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	144459.0000	72229.5000	844.79	<.0001
Hata	3	256.5000	85.5000		
Toplam	5	144715.5000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998228	0.634417	9.246621	1457.500

**Tablo EK A.15** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının histidin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	60266.33333	30133.16667	139.83	0.0011
Hata	3	646.50000	215.50000		
Toplam	5	60912.83333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.989386	3.527413	14.67992	416.1667

**Tablo EK A.16** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının izolösün değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	616764.0000	308382.0000	10055.9	<.0001
Hata	3	92.0000	30.6667		
Toplam	5	616856.0000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999851	0.800253	5.537749	692.0000

**Tablo EK A.17** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının lisin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	564324.3333	282162.1667	1637.30	<.0001
Hata	3	517.0000	172.3333		
Toplam	5	564841.3333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999085	1.341374	13.12758	978.6667

**Tablo EK A.18** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının lösün değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	1399260.333	699630.167	32290.6	<.0001
Hata	3	65.000	21.667		
Toplam	5	1399325.333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999954	0.421498	4.654747	1104.33

**Tablo EK A.19** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının metiyonin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	292144.00	146072.0000	2330.94	<.0001
Hata	3	188.0000	62.6667		
Toplam	5	292332.0000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999357	1.504986	7.916228	526.0000

**Tablo EK A.20** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının prolin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	7541737.000	3770868.500	4309.56	<.0001
Hata	3	2625.000	875.000		
Toplam	5	7544362.000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999652	0.428701	29.58040	6900.000

**Tablo EK A.21** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının protein değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	61.35370000	30.67685000	468.35	0.0002
Hata	3	0.19650000	0.06550000		
Toplam	5	61.55020000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.996807	0.889881	0.255930	28.76000

**Tablo EK A.22** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının serin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	85889.33333	42944.66667	141.89	0.0011
Hata	3	908.00000	302.66667		
Toplam	5	86797.33333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.989539	2.218103	17.39732	784.3333

**Tablo EK A.23** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının treonin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	169596.0000	84798.0000	84.01	0.0023
Hata	3	3028.0000	1009.3333		
Toplam	5	172624.0000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.982459	5.157469	31.77001	616.0000

**Tablo EK A.24** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının trozin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	396469.0000	198234.5000	6293.16	<.0001
Hata	3	94.5000	31.5000		
Toplam	5	396563.5000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.99762	1.132691	5.612486	495.5000

**Tablo EK A.25** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının valin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	527760.3333	263880.1667	7262.76	<.0001
Hata	3	109.0000	36.3333		
Toplam	5	527869.3333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999794	0.614864	6.027714	980.3333

**Tablo EK A.26** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının çinko değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	4905.309600	2452.519800	524.54	0.0002
Hata	3	14.026800	4.675600		
Toplam	5	4919.066400			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.997148	2.077150	2.162314	104.1000

**Tablo EK A.27** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının demir değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	1374.890833	687.445417	61.86	0.0036
Hata	3	33.341300	11.113767		
Toplam	5	1408.232133			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.976324	15.86987	3.333732	21.00667

**Tablo EK A.28** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının fosfor değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	1.29973333	0.64986667	8.79	0.0557
Hata	3	0.22180000	0.07393333		
Toplam	5	1.52153333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.854226	2.566773	0.271907	10.59333

**Tablo EK A.29** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının kalsiyum değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	10.50760000	5.25380000	291.07	0.0004
Hata	3	0.05415000	0.01805000		
Toplam	5	10.56175000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.994873	0.629423	0.134350	21.34500

**Tablo EK A.30** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının magnezyum değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.00763333	0.00381667	114.50	0.0015
Hata	3	0.00010000	0.00003333		
Toplam	5	0.00773333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.987069	1.506131	0.005774	0.383333

**Tablo EK A.31** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının potasyum değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	349541.7349	174770.8674	892.91	<.0001
Hata	3	587.1981	195.7327		
Toplam	5	350128.9329			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998323	1.361025	13.99045	1027.935

**Tablo EK A.32** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının kolajen analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.87004956	0.43502478	226.41	<.0001
Hata	6	0.01152867	0.00192144		
Toplam	8	0.88157822			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.986923	3.134254	0.043834	1.398556

**Tablo EK A.33** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının nem analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	17.84446667	8.92223333	14339.3	<.0001
Hata	6	0.00373333	0.00062222		
Toplam	8	17.84820000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999791	0.463938	0.024944	5.376667

**Tablo EK A.34** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının kül analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	38.93628889	19.46814444	34.84	0.0005
Hata	6	3.35226667	0.55871111		
Toplam	8	42.28855556			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.920729	0.930177	0.747470	80.35778

**Tablo EK A.35** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının protein analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	19.99055556	9.99527778	194.50	<.0001
Hata	6	0.30833333	0.05138889		
Toplam	8	20.29888889			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.984810	6.516195	0.226691	3.478889

**Tablo EK A.36** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının yağ analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	61.96535556	30.98267778	203.95	<.0001
Hata	6	0.91146667	0.15191111		
Toplam	8	62.87682222			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.985504	5.425023	0.389758	7.184444



**Tablo EK A.37** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının  $L^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	1.70726667	0.85363333	7.98	0.0204
Hata	6	0.64213333	0.10702222		
Toplam	8	2.34940000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.726682	0.382280	0.327143	85.57667

**Tablo EK A.38** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının  $a^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.14442222	0.07221111	6.70	0.0296
Hata	6	0.06466667	0.01077778		
Toplam	8	0.20908889			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.690722	6.746171	0.103816	1.538889

**Tablo EK A.39** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının  $b^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	7.44106667	3.72053333	78.24	<.0001
Hata	6	0.2853333	0.04755556		
Toplam	8	7.72640000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.963070	1.406616	0.218072	15.50333

**Tablo EK A.40** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarının suda çözünürlük analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	157.7144667	78.8572333	428.75	<.0001
Hata	6	1.1035333	0.1839222		
Toplam	8	158.8180000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.993052	2.821458	0.428862	15.20000

**Tablo EK A.41** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin ağırlık analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.00603333	0.00301667	181.00	0.0007
Hata	6	0.00005000	0.00001667		
Toplam	8	0.00608333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.991781	0.323579	0.004082	1.261667

**Tablo EK A.42** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin çap analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.00080000	0.00040000	2.40	0.1715
Hata	6	0.00100000	0.00016667		
Toplam	8	0.00180000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.444444	0.110059	0.012910	11.73000

**Tablo EK A.43** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kalınlık analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	3.83042222	1.91521111	824.73	<.0001
Hata	6	0.01393333	0.00232222		
Toplam	8	3.84435556			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.996376	0.930697	0.048189	5.177778

**Tablo EK A.44** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin  $L^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	108.7221556	54.3610778	70.40	<.0001
Hata	6	4.6329333	0.7721556		
Toplam	8	113.3550889			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.959129	0.994807	0.878724	88.33111

**Tablo EK A.45** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin  $a^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	17.05182222	8.52591111	65.71	<.0001
Hata	6	0.77846667	0.12974444		
Toplam	8	17.83028889			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.956340	8.169872	0.360201	4.408889

**Tablo EK A.46** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin  $b^*$  değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	111.1170667	55.5585333	116.28	<.0001
Hata	6	2.8667333	0.4777889		
Toplam	8	113.9838000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.974850	2.878496	0.691223	24.01333

**Tablo EK A.47** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kolajen analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.03083622	0.01541811	86.84	<.0001
Hata	6	0.00106533	0.00017756		
Toplam	8	0.03190156			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.966606	17.48178	0.013325	0.076222

**Tablo EK A.48** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin çinko değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	2440.518933	1220.259467	107.59	0.0016
Hata	3	34.025350	11.341783		
Toplam	5	2474.544283			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.986250	4.395879	3.367756	76.61167

**Tablo EK A.49** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin demir değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	5.49943333	2.74971667	18.74	0.0202
Hata	3	0.44025000	0.14675000		
Toplam	5	5.93968333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.925880	10.97125	0.383080	3.491667

**Tablo EK A.50** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin fosfor değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.10573333	0.05286667	0.15	0.8686
Hata	3	1.07380000	0.35793333		
Toplam	5	1.17953333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.089640	4.943062	0.598275	12.10333

**Tablo EK A.51** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin kalsiyum değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	1.24973333	0.62486667	0.58	0.6113
Hata	3	3.21820000	1.07273333		
Toplam	5	4.46793333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.279712	3.981019	1.035728	26.01667

**Tablo EK A.52** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin magnezyum değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.00490000	0.00245000	24.50	0.0139
Hata	3	0.00030000	0.00010000		
Toplam	5	0.00520000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.942308	2.222222	0.010000	0.450000

**Tablo EK A.53** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin potasyum değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	2947.842433	1487.421217	22.25	0.0159
Hata	3	200.578700	66.859567		
Toplam	5	3175.421133			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.936834	6.179698	8.176770	132.3167

**Tablo EK A.54** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin alanin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	33496.33333	16748.16667	830.49	<.0001
Hata	3	60.50000	20.16667		
Toplam	5	33556.83333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998197	8.499807	4.490731	52.83333

**Tablo EK A.55** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin arjinin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	6627.000000	3313.500000	3.53	0.1626
Hata	3	2812.500000	937.500000		
Toplam	5	9439.500000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.702050	130.2920	30.61862	23.50000

**Tablo EK A.56** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin aspartik asit değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	62785.33333	31392.66667	145.34	0.0010
Hata	3	648.00000	216.00000		
Toplam	5	63433.33333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.989785	20.31835	14.69694	72.33333

**Tablo EK A.57** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin fenilalanin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	8427.000000	4213.500000	112.36	0.0015
Hata	3	112.500000	37.500000		
Toplam	5	8539.500000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.986926	23.10839	6.123724	26.50000

**Tablo EK A.58** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin glisin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	331336.3333	165668.1667	54.54	0.0044
Hata	3	9112.5000	3037.5000		
Toplam	5	340448.8333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.973234	33.16761	55.11352	166.1667

**Tablo EK A.59** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin glutamik asit değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	117216.3333	58608.1667	1216.78	<.0001
Hata	3	144.5000	48.1667		
Toplam	5	117360.8333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998769	7.022146	6.940221	98.83333

**Tablo EK A.60** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin izolösün değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	63365.33333	31682.66667	392.76	0.0002
Hata	3	242.00000	80.66667		
Toplam	5	63607.33333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.996195	12.35981	8.981462	72.66667



**Tablo EK A.61** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin lisin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	4332.000000	2166.000000	9.00	0.0540
Hata	3	722.000000	240.666667		
Toplam	5	5054.000000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.857143	81.64966	15.51344	19.00000

**Tablo EK A.62** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin lösin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	14008.33333	7004.16667	1681.00	<.0001
Hata	3	12.50000	4.16667		
Toplam	5	14020.83333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999108	5.974365	2.041241	34.16667

**Tablo EK A.63** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin prolin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	3341185.333	1670592.667	16.82	0.0234
Hata	3	297992.000	99330.667		
Toplam	5	3639177.333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.918116	59.72856	315.1677	527.6667

**Tablo EK A.64** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin protein değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	30.33720000	15.16860000	35555.14	<.0001
Hata	3	0.01280000	0.00426667		
Toplam	5	30.35000000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999578	4.108159	0.065320	1.590000

**Tablo EK A.65** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin serin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	2945.333333	1472.666667	4.56	0.1230
Hata	3	968.000000	322.666667		
Toplam	5	3913.333333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.752641	114.6570	17.96292	15.66667

**Tablo EK A.66** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin treonin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	103045.3333	51522.6667	134.17	0.0012
Hata	3	1152.0000	384.0000		
Toplam	5	104197.3333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.988944	21.14667	19.59592	92.66667

**Tablo EK A.67** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin trozin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	97560.33333	48780.16667	158.29	0.0009
Hata	3	924.50000	308.16667		
Toplam	5	98484.83333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.990613	19.46914	17.55468	90.16667

**Tablo EK A.68** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin valin değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	137388.0000	68694.0000	1030.41	<.0001
Hata	3	200.0000	66.6667		
Toplam	5	137588.0000			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998546	7.630809	8.164966	107.0000

**Tablo EK A.69** Kimyasal muamele ile elde edilen balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sertlik analizine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	52166545.58	26083272.79	95.82	0.0019
Hata	3	816613.49	272204.50		
Toplam	5	52983159.07			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.984587	3.969285	521.7322	13144.24

**Tablo EK A.70** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Ca değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	37265.40413	18632.70207	838.95	<.0001
Hata	3	66.62855	22.20952		
Toplam	5	37332.03268			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.998215	1.648959	4.712697	285.7983

**Tablo EK A.71** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası P değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	8015.973733	4007.986867	168.87	0.0008
Hata	3	71.203600	23.734533		
Toplam	5	8087.17733			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.991195	1.339501	4.871810	363.7033

**Tablo EK A.72** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Mg değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	3035.789200	1517.894600	144.23	0.0010
Hata	3	31.571350	10.523783		
Toplam	5	3067.360550			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.989707	2.897368	3.244038	111.9650

**Tablo EK A.73** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası K değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	9873.23603	4936.61802	16.43	0.0242
Hata	3	901.33645	300.44548		
Toplam	5	10774.57248			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.916346	3.239467	17.33336	535.0683

**Tablo EK A.74** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Fe değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.065100	0.032550	52.78	0.046
Hata	3	0.001850	0.000616		
Toplam	5	0.066950			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.972367	5.983801	0.024833	0.41500

**Tablo EK A.75** Çeşme suyu ile muamele edilmiş balık kılçıklarının sindirim sonrası Zn değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	2	0.5630333	0.28151667	649.65	0.0001
Hata	3	0.0013000	0.0004333		
Toplam	5	0.5643333			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.997696	2.439452	0.020817	0.853333

**Tablo EK A.76** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Ca değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	3	65153805.38	21717935.13	2502.96	<.0001
Hata	4	34707.60	8676.90		
Toplam	7	65188512.98			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999468	4.927695	93.14989	1890.334

**Tablo EK A.77** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası P değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	3	7064.770538	2354.923513	8.35	0.0339
Hata	4	1128.371250	282.092812		
Toplam	7	8193.141788			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.862279	11.43230	16.79562	146.9138

**Tablo EK A.78** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Mg değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	3	9252155.704	3084051.901	6294.25	<.0001
Hata	4	1959.916	489.979		
Toplam	7	9254115.620			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.999788	2.924192	22.13547	756.9775

**Tablo EK A.79** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası K değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	3	11659.05370	3886.35123	1.18	0.4214
Hata	4	13138.36890	3284.59222		
Toplam	7	24797.42260			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.970172	10.70210	57.31136	535.5150

**Tablo EK A.80** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Fe değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	3	40.5674500	13.5224833	0.87	0.5255
Hata	4	61.968900	15.4922250		
Toplam	7	102.5363500			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.995640	231.8714	3.936016	1.697500

**Tablo EK A.81** Kimyasal ile muamele edilmiş balık kılçık tozlarından üretilen tabletlerin sindirim sonrası Zn değerlerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	Pr>F
Model	3	52533.03934	17511.01311	14882.6	<.0001
Hata	4	4.70645	1.17661		
Toplam	7	52537.74579			

R-kare	Varyasyon Katsayısı	RMSE	Ortalama
0.984587	3.969285	521.7322	13144.24