

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**FARKLI ENKAPSÜLASYON YÖNTEMLERİ KULLANILARAK ELDE
EDİLEN AROMA KAPSÜLLERİNİN DEPOLAMA STABİLİTESİNİN VE
GIDA KATKI MADDESİ OLARAK KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI**

Ferhan BALCI TORUN

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

TEMMUZ 2019

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**FARKLI ENKAPSÜLASYON YÖNTEMLERİ KULLANILARAK ELDE
EDİLEN AROMA KAPSÜLLERİNİN DEPOLAMA STABİLİTESİNİN VE
GIDA KATKI MADDESİ OLARAK KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI**

Ferhan BALCI TORUN

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

TEMMUZ 2019

ANTALYA

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

**FARKLI ENKAPSÜLASYON YÖNTEMLERİ KULLANILARAK ELDE
EDİLEN AROMA KAPSÜLLERİNİN DEPOLAMA STABİLİTESİNİN VE
GIDA KATKI MADDESİ OLARAK KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI**

Ferhan BALCI TORUN

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

**Bu tez Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi
tarafından FDK-2015-768 proje numarasıyla desteklenmiştir.**

TEMMUZ 2019

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FARKLI ENKAPSÜLASYON YÖNTEMLERİ KULLANILARAK ELDE
EDİLEN AROMA KAPSÜLLERİNİN DEPOLAMA STABİLİTESİNİN VE
GIDA KATKI MADDESİ OLARAK KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI**

Ferhan BALCI TORUN

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

Bu tez 12/07/2019 tarihinde jüri tarafından Oybirliği/Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

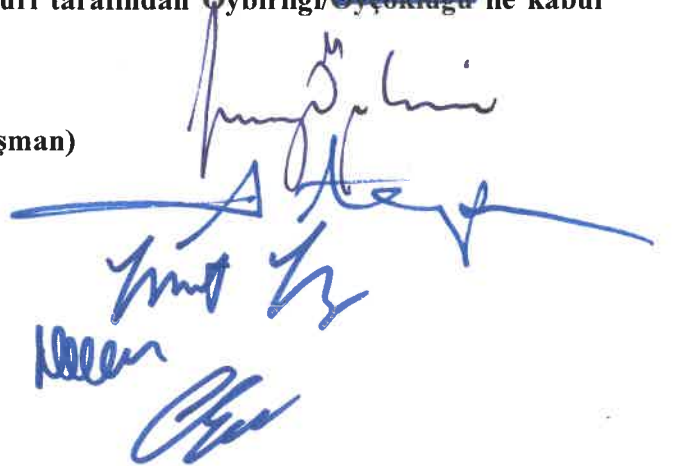
Prof. Dr. Feramuz ÖZDEMİR (Danışman)

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Prof. Dr. Yusuf YILMAZ

Prof. Dr. Numan HODA

Doç. Dr. Canan Ece TAMER



ÖZET

FARKLI ENKAPSÜLASYON YÖNTEMLERİ KULLANILARAK ELDE EDİLEN AROMA KAPSÜLLERİNİN DEPOLAMA STABİLİTESİNİN VE GIDA KATKI MADDESİ OLARAK KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI

Ferhan BALCI TORUN

Doktora Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Feramuz ÖZDEMİR

Temmuz 2019; 182 sayfa

Gıdaların lezzetini oluşturan unsurlardan biri olan aromalar tüketicilerin gıdaya olan ilgisini belirlemede oldukça önemli bir rol oynamaktadır. Bu nedenle birçok aroma maddesi farklı gıdalara katkılanarak gıdaların albenisi arttırılmaktadır. Ancak aroma maddelerinin oksijen, ısı, ışık gibi çevre koşullarına karşı oldukça hassas olmaları kullanıldıkları ürünlerde işlenmeleri ya da depolanmaları sırasında aktivitelerini yitirmelerine neden olmaktadır. Kullanımları sırasındaki bu kısıtlamaları minimize etmek için tez kapsamında aroma maddelerinin enkapsüle edilmesi yoluyla stabilitesinin artırılması amaçlanmıştır. Çalışmada çilek, muz ve karpuz aromaları püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, koaservasyon ve aljinat kürecikleri yöntemleri ile enkapsüle edilmiştir. Farklı yöntemlerle aroma kapsüllerinin üretim şartları her bir yöntem için aroma değişiminin yanında yöntem öze bazı parametreler açısından optimize edilmiş; optimum şartlarda elde edilen aroma kapsülleri 2 farklı sıcaklıkta (4 ve 25°C) 60 gün süreyle depolanmıştır. Depolamanın başlangıcı ile birlikte 15., 30. ve 60. günlerinde kapsüllerde aroma analizleri ile partikül boyutu, yığın yoğunluğu, nem miktarı ve su aktivitesi analizleri yapılmıştır. Ayrıca optimum şartlarda üretilen aroma kapsüllerinin camsı geçiş sıcaklıkları analiz edilmiş, taramalı elektron mikroskopuyla yapısal analizleri yapılmış ve model gıdalara (çikolata ve kek) işlenmesi sonrasında duysal beğeni durumları belirlenmiştir.

Çilek aroması kullanılarak yapılan çalışmada salınımının en az, aroma kazanımı ile kurutma verimi ve çözünürlüğün ise en fazla olduğu değerleri sağlayan püskürtek kurutma şartlarının optimum noktaları olarak hava giriş sıcaklığı 190°C; kullanılan maltodekstrin (MD) oranı %15.30; modifiye nişasta (MN) oranı %1.83 ve arabik gam (AG) oranı %12.87 olarak belirlenmiş, ayrıca %1 oranında β-siklodekstrin (β-SD) varlığının da optimum koşullar içerisinde olması gerektiği sonucuna ulaşılmıştır.

Aljinat kürecikleri yöntemi ile muz aromasının enkapsülasyonunda cevap olarak mikrokapsüllerin şekil faktörü (SF) ve küresellik değerleri (KD) ile aroma kazanımı değerleri kullanılmıştır. SF değerinin maksimum, KD'nin minimum ve aroma kazanımının maksimum olduğu sonuçlara göre aljinat konsantrasyonu %1.32; kalsiyum konsantrasyonu %1.0; damlama hızı 100 mL/dk; damlama yüksekliği 4.4 cm, kalsiyum çözeltisinin karıştırma hızı 650 d/dk ve damlama yönü yatay, optimum işlem şartları olarak belirlenmiştir.

Aroma kazanımının maksimum, salınımının ise minimum olduğu cevaplara göre polimer konsantrasyonu %5, enzim miktarı 20 UA ve işlem süresi 24 saat, koaservasyon yöntemiyle karpuz aromasının enkapsülasyonunda optimum şartlar olarak bulunmuştur.

Her bir enkapsülasyon yönteminin optimum şartlarında üretilen aroma kapsüllerinin T_g değerleri DCS yöntemi ile hesaplanmış olup, püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin T_g değerleri 132.53-163.69 °C arasında, aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen kapsüllerin 64.66-80.16 °C arasında, koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin 115.81-123.11 °C arasında ve dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin ise 172.04-180.21 °C arasında olduğu belirlenmiştir.

Yapılan duyuusal değerlendirme sonucunda, çilek, muz ve karpuz aroması kapsülleriyle üretilen çikolata ve kek örneklerinde aromaların ticari formdaki sıvı aromalarla üretilen ürünlere göre daha fazla hissedildiği görülmüştür. Çikolata örneklerinde en fazla beğenilen püskürterek kurutma ve aljinat kürecikleri yöntemleriyle elde edilen aromalardan üretilen ürünler olurken, kek örneklerinde ise genel olarak püskürterek ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen aroma kapsüllerinden üretilen ürünler olmuştur.

Depolama stabilitesi çalışmaları, ticari formdaki çilek, muz ve karpuz aromalarının depolama süresinin ilk 30 günü içerisinde aroma bileşenlerinin toplam alanının en az %80 oranında azaldığını, 60 gün sonunda ise bu azalmanın >95 oranında gerçekleştiğini göstermiştir. Enkapsülasyon işleminin aroma salınımını önemli düzeyde azalttığı görülmüş olup, her bir aromanın depolama stabilitesi karakteristiğinin birbirinden farklı olduğu görülmüştür. Ayrıca tüm enkapsülasyon yöntemleriyle elde edilen kapsüllerden aroma kaybı oda sıcaklığında daha fazla meydana gelmiştir.

Püskürterek kurutma, dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemlerinin optimum şartlarında elde edilen çilek, muz ve karpuz mikrokapsüllerinin parçacık boyutunun depolama süresinin artmasıyla nem absorpsiyonuna bağlı olarak arttığı, bu artışın yüksek sıcaklıktaki depolama koşullarında daha fazla olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Ayrıca parçacık boyutunun artmasıyla birlikte mikrokapsüllerin depolama süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerinin azaldığı görülmüştür. Araştırma sonuçları, uygulanan yöntemlerin aroma kayıplarını önemli düzeyde azalttığını göstermiştir.

ANAHTAR KELİMELE: Aroma, Enkapsülasyon, Gıda Katkı Maddeleri, Kurutma

JÜRİ: Prof. Dr. Feramuz ÖZDEMİR

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Prof. Dr. Yusuf YILMAZ

Prof. Dr. Numan HODA

Doç. Dr. Canan Ece TAMER

ABSTRACT

INVESTIGATION OF STORAGE STABILITY AND USAGE AS FOOD ADDITIVE OF AROMA CAPSULES OBTAINED BY USING DIFFERENT ENCAPSULATION METHODS

Ferhan BALCI TORUN

PhD Thesis in Food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Feramuz Özdemir

July 2019;182 pages

Flavors, one of the component that comprised of the taste of foods, play a very important role in determining consumers' interest in food. For this reason, all kinds of aroma substances are added to different food groups to increase the attractiveness of foods. Nevertheless, sensitive to the environmental conditions such as oxygen, temperature and light, aroma compounds lose their activity during processing or storage period. In order to minimize these restrictions during their usage, it is aimed to increase the stability of the aromas by encapsulation treatments. For this purpose, strawberry, banana and watermelon aromas were encapsulated by spray drying, freeze drying, coacervation and alginate beads. The production conditions of the aroma capsules by different methods were optimized for each method as well as some method-specific parameters. The aroma capsules obtained under optimum conditions were stored for 60 days at 2 different temperatures (4 and 25 °C). Aroma, particle size, solubility, bulk density and morphological structure analyses were performed on the aroma capsules at the 15th, 30th and 60th days with the beginning of storage. In addition, the glassy transition temperatures and structural analyzes by scanning electron microscopy were performed of the aroma capsules produced under optimum conditions, and sensory taste states were determined after processing to model foods (chocolate and cake).

According to the Design Expert Package Program with mixture design for strawberry aroma, optimum points of spray drying conditions, which provides minimum aroma release, maximum aroma gain, drying yield and solubility, were determined as air inlet temperature was 190 ° C, maltodextrin (MD) concentration was 15.30%; modified starch (Ms) concentration was 1.83%and arabic gam (AG) concentration was 12.87%. In addition, 1%β-cyclodextrin (β-SD) should be in optimum conditions.

The shape factor (SF), sphericity values (KD) and aroma gain values of microcapsules were used in response to the encapsulation of banana flavor for alginate bead method. According to the results where SF value is maximum, KD is minimum and aroma gain is maximum, alginate concentration is 1.32%; calcium concentration 1.0%; dropping rate 100 mL/min; The dripping height was 4.4 cm, the stirring speed of the calcium solution was 650 d/dk and the dripping direction was horizontal determined as the optimal processing conditions.

According to the values where the maximum release of aroma gain is minimum, polymer concentration 5%, enzyme amount 20 UA and 24 hours processing time were

found as optimum conditions for encapsulation of watermelon aroma by coacervation method.

The T_g values of the aroma capsules produced under the optimum conditions of each encapsulation method were calculated by DCS method, T_g values of spray-dried, alginate beads, coaservation and freze-dried capsules were between 132.53-163.69 °C, 64.66-80.16 °C, 115.81-123.11 °C and 172.04-180.21 °C, respectively.

In chocolate and cake samples produced with strawberry, banana and watermelon microcapsules, the flavors were felt more than those produced by liquid flavors in commercial form. In chocolate samples, the most popular products were the aroma capsules obtained by spray drying and alginate beads, whereas in the cake samples, aroma capsules were generally produced by spray and freeze drying methods.

Storage stability studies have shown that commercial aroma of strawberry, banana and watermelon has decreased by at least 80% of the total area of the aroma components in the first 30 days of storage, and this reduction has been achieved by > 95 at the end of 60 days. The encapsulation process was found to significantly reduce the aroma release, and the storage stability characteristics of each aroma were found to be different from each other. In addition, the loss of aroma from capsules obtained by all encapsulation methods was more frequent at high temperatures.

It was concluded that the particle size of strawberry, banana and watermelon microcapsules obtained by spray drying, freeze drying and coacervation methods increased due to moisture absorption with increasing storage time and this increase was higher in high temperature storage conditions. In addition, it has been observed that the bulk density decreases with increasing particle size depending on the storage time of the microcapsules. The results of the research showed that the applied methods significantly reduced the loss of aroma.

KEYWORDS: Aroma, Encapsulation, Food Additives, Drying

COMMITTEE: Prof. Dr. Feramuz ÖZDEMİR

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Prof. Dr. Yusuf YILMAZ

Prof. Dr. Numan HODA

Assoc. Prof. Dr. Canan Ece TAMER

ÖNSÖZ

Gıdaların çeşitliliğinin artırılmasında ve duyuşal özelliklerinin geliştirilmesinde aroma maddeleri önemli bir yer almaktadır. Çevre koşullarından oldukça fazla etkilenen aroma maddeleri, gıda endüstrisinde daha ürünlerin hazırlık aşamasında özelliklerini kaybetmektedir. Proses koşulları ve depolama şartlarına bağılı olarak uçucu formdaki aroma maddelerinin kararlı yapıya geçmeleri gıda endüstrisinin öncelikli uğraş alanlarından birisidir. Farklı kaplama materyalleri kullanılarak kapsüllen aromaların bu materyallerin içerisine hapsedilmesi sonucu kararlı aroma kapsüllerinin üretimi mümkün olmaktadır. Bu bağlamda tez kapsamında farklı enkapsülasyon yöntemleri kullanılarak aroma maddelerinin verimli bir şekilde kapsüllenmesi amaçlanmıştır.

Tez kapsamında yapılan çalışmalar ile endüstride ve bilimsel araştırmalarda sıklıkla kullanılmakta olan püskürterek kurutma ve dondurarak kurutma yöntemlerinin, ilk geliştirilen kapsülasyon tekniğini olan koaservasyon yönteminin ve özellikle mikroorganizmaların kapsüllenmesinde kullanılan aljinat kürecikleri yönteminin hem gıda hem de kozmetik sektöründe sıklıkla kullanılan çilek, karpuz ve muz aromalarının kapsülленerek stabilitesinin korunabileceğı belirlenmiştir. Elde edilen bulguların konu ile ilgili araştırmacılara ve sektörlere faydalı olmasını temenni ederim.

Akademik hayatımda başarılı olmam adına beni her zaman doğruya yönlendiren, bilgi ve tecrübesini benimle paylaşarak bana yol gösteren, kendisinden çok şey öğrendiğim danışman hocam Prof. Dr. Feramuz ÖZDEMİR'e, tezimin daha iyi bir noktaya gelmesi için beni yönlendiren ve yardımlarını esirgemeyen Prof. Dr. Ayhan TOPUZ'a, değerli görüşleri ile tez süreci sırasında beni yönlendiren tez izleme komitesi üyesi Prof. Dr. Yusuf YILMAZ'a, laboratuvar imkanlarını kullanmama olanak sağlayan Prof. Dr. Ahmet KÜÇÜKÇETİN, Doç. Dr. İrfan TURHAN ve Doç. Dr. Pınar YERLİKAYA KEBAPÇIOĞLU'na, bilgi ve deneyimleriyle aroma analizlerinde yardımcı olan Dr. İhsan Burak ÇAM, Öğr. Gör. Taner ERKAYMAZ ve Öğr. Gör. Timur TONGUR'a, tezimin çeşitli aşamalarında benden yardımlarını esirgemeyen Dr. Firuze ERGİN, Gıda Yüksek Mühendisi Emrah EROĞLU, Gıda Yüksek Mühendisi Handan BAŞÜNAL GÜLMEZ, Gıda Mühendisi Serenay AŞIK ve Gıda Mühendisi Tuğçe ATBAKAN'a, uzaklardan verdiği desteklerden dolayı sevgili dostlarım Dr. Öğr. Üyesi Kübra Sultan ÖZDEMİR, Dr. Öğr. Üyesi Aslı ARSLAN KULCAN, Ceren ASLAN ŞEMEN ve Hatice KETENCİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Tez kapsamında bana burs desteğı (2211-C Öncelikli Alanlara Yönelik Doktora Burs Programı) sağlayan Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Kurumu'na (TUBİTAK), tez süresince kullanmış olduğum aromaların teminindeki yardımlarından dolayı Aromsa Besin Aroma ve Katkı Maddeleri Sanayi Ticaret A.Ş.'ye, enkapsülasyon tekniklerinde kullanılan taşıyıcı materyallerin tedarik edilmesinde Roquette Freres'e, GC-MS cihazında yaşanan aksaklıklarda yardımlarından dolayı başta Serkan KASAPOĞLU olmak üzere tüm ANTTEKNİK ekibine teşekkürü borç bilirim.

Hayatım boyunca hep yanımda olan ve bu günlere gelmemdeki en büyük destekçilerim olan başta annem Fatma BALCI ve babam Mehmet BALCI'ya ve tabii ki ablam Kadriye TOMBAK'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Doğdukları andan itibaren bana hep motivasyon kaynağı olan yeğenlerim Ceyhun ve İpek TOMBAK'a teşekkürlerimi sunarım. Akademik hayata başladığım günden bugüne hem ekip arkadaşları

olarak her zaman yanımda olan hem de hayatı benimle paylaşan eşim Dr. Öğr. Üyesi Mehmet TORUN'a en içten duygularıyla teşekkür ederim.

Hayatın sürprizlerle dolu olduğunu ve hayattaki en önemli şeyin huzur olduğunu bana hatırlatan, huzur ve mutluluk sebebim, canım kızım Sude TORUN'a sonsuz teşekkürler.



AKADEMİK BEYAN

Doktora Tezi olarak sunduğum “Farklı enkapsülasyon yöntemleri kullanılarak elde edilen aroma kapsüllerinin depolama stabilitesinin ve gıda katkı maddesi olarak kullanımının araştırılması” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

12/07/2019

Ferhan BALCI TORUN



İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT.....	iii
ÖNSÖZ	v
AKADEMİK BEYAN	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xvi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI.....	3
2.1. Aroma Maddeleri	3
2.2. Enkapsülasyon.....	11
2.3. Enkapsülasyon Yöntemleri	14
3. MATERYAL VE METOT.....	24
3.1. Materyal	24
3.2. Metot	24
3.2.1. Püskürterek kurutma yöntemi ile aroma maddelerinin enkapsülasyonu.....	24
3.2.1.1. Emülsiyon şartlarının belirlenmesi	24
3.2.1.2. Püskürterek kurutma işleminin optimizasyonu	24
3.2.2. Dondurarak kurutma yöntemi ile aroma maddelerinin mikroenkapsülasyonu	27
3.2.2.1. Karışım şartlarının belirlenmesi.....	27
3.2.2.2. Dondurarak kurutma işlemi	27
3.2.3. Aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsülasyon işleminin optimizasyonu	27
3.2.3.1. Sodyum aljinat çözeltilerinin viskozite değerlerinin belirlenmesi.....	29
3.2.4. Koaservasyon metodu ile aroma maddelerinin mikroenkapsülasyonu	29
3.2.4.1. Karışım şartlarının belirlenmesi.....	29
3.2.4.2. Koaservasyon yönteminin optimizasyonu	29
3.2.5. Aroma kapsüllerinin depolanması.....	30
3.2.6. Aroma kapsüllerinde yapılan analizler.....	30
3.2.6.1. Nem ve su aktivitesi	30
3.2.6.2. Mikroenkapsülasyon verimi.....	31
3.2.6.3. Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu	31

3.2.6.4. Toz aroma mikrokapsüllerinin parçacık boyutu dağılımı	31
3.2.6.5. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen aroma kapsüllerinin boyutlarının ve morfolojik özelliklerinin belirlenmesi	31
3.2.6.6. Toz aroma mikrokapsüllerinin çözünürlük analizi	32
3.2.7. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi.....	32
3.2.8. Mikrokapsüllerin diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi.....	32
3.2.9. Mikrokapsüllerde aroma analizi.....	32
3.2.9.1. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin SPME/GC-MS ile aroma analizi	33
3.2.9.2. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz mikrokapsüllerinin HS/GC-MS ile aroma analizi	34
3.2.9.3. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin SPME/GC-MS ile aroma analizi.....	36
3.2.10. Model gıda üretimi ve duyu analizi	37
3.2.11. İstatistiksel Analizler.....	38
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	39
4.1. Çilek Aroması Mikrokapsüllerinin Üretiminde Püskürterek Kurutma Yöntemi Şartlarının Optimizasyonu.....	39
4.1.1. Aroma kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi.....	40
4.1.2. Aroma aktif madde kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi.....	46
4.1.3. Mikrokapsüllerin aroma salınımının modelin yanıtı olarak incelenmesi.....	50
4.1.4. Mikrokapsüllerin üretiminde püskürterek kurutma veriminin modelin yanıtı olarak incelenmesi	55
4.1.5. Mikrokapsüllerin çözünürlük değerlerinin modelin yanıtı olarak incelenmesi	62
4.2. Aljinat Kürecikleri Yöntemi ile Elde Edilen Muz Aroması Kapsüllerinin Optimizasyonu.....	66
4.2.1. Aroma aktif madde kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi.....	67
4.2.2. İzomal asetat bileşeni kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi	72
4.2.3. Aljinat kapsüllerinin morfolojik özelliklerinin modelin yanıtı olarak incelenmesi	76
4.3. Koaservasyon Yöntemi ile Elde Edilen Karpuz Aroması Mikrokapsüllerinin Optimizasyonu.....	84
4.3.1. Aroma kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi.....	84
4.3.2. Aroma aktif maddelerin kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi	88
4.3.3. Aroma madde salınımının modelin yanıtı olarak incelenmesi.....	90

4.4. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Test Edilen Parametreler Açısından Optimizasyonu ve Sonuçların Deneysel Doğrulanması	94
4.5. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Optimum Şartlarında Üretilen Aroma Kapsüllerinin DSC Analizi Sonuçları	97
4.6. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Optimum Şartlarında Üretilen Aroma Kapsüllerinin SEM Görüntüleri	98
4.7. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Optimum Şartlarında Üretilen Aroma Kapsüllerinin Duyusal Analiz Sonuçları	104
4.8. Farklı Depolama Koşullarının Aroma Mikrokapsüllerinin Aroma Bileşimi ve Bazı Fiziksel Özellikleri Üzerine Etkisi	112
4.8.1. Farklı yöntemlerle üretilen çilek aroması kapsüllerinin aroma içeriğinin depolama süresine bağlı olarak değişimi	112
4.8.2. Farklı yöntemlerle üretilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma içeriğinin değişimi	125
4.8.3. Farklı yöntemlerle üretilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma içeriğinin değişimi	136
4.8.4. Farklı yöntemlerle üretilen aroma mikrokapsüllerinin depolama şartlarına bağlı olarak parçacık boyutu dağılımı	146
4.8.5. Farklı yöntemlerle üretilen aroma mikrokapsüllerinin depolama şartlarına bağlı olarak yığın yoğunluğu değerleri	153
4.8.6. Farklı yöntemlerle üretilen aroma mikrokapsüllerinin depolama şartlarına bağlı olarak nem ve su aktivitesi değerleri	158
5. SONUÇLAR	163
6. KAYNAKLAR.....	167
7. EKLER	177
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

μL	: Mikrolitre
cm	: Santimetre
dak	: Dakika
g	: Gram
kg	: Kilogram
L	: Litre
m	: Metre
mg	: Miligram
Ml	: Mililitre
mm	: Milimetre
s	: Saniye
sa	: Saat

Kısaltmalar

A	: Alan
AB	: Avrupa Birliği
AG	: Arabik gam
CV	: Varyasyon katsayısı
ÇL	: Çözünür lif
$D_{[2,3]}$	: Hacim ağırlıklı ortalama (μm)
$D_{[4,3]}$	: Yüzey ağırlıklı ortalama (μm)
D_{10}	: %10 kümülatif hacime sahip eşdeğer hacimsel çap
D_{50}	: %50 kümülatif hacime sahip eşdeğer hacimsel çap

D ₉₀	: %90 kümülatif hacime sahip eşdeğer hacimsel çap
DE	: Dekstroz eşdeğerliği
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
EKM	: Emülsiyondaki kurumadde miktarı
FDA	: Gıda ve İlaç İdaresi (Food and Drug Administration)
GC-MS	: Gaz Kromatografisi - Kütle Spektrometresi
HS	: Tepe boşluğu
KD	: Küresellik değeri
KM	: Kuru madde
MA	: Molekül ağırlığı
MD	: Maltodekstrin
MN	: Modifiye nişasta
MV	: Mikrokapsülasyon verimi
P	: Çevre
PDMS	: Polidimetilsiloksan
Pred-R ²	: Tahminlenmiş regresyon katsayısı
R ²	: Regresyon katsayısı
R ² _{dzl}	: Düzeltilmiş regresyon katsayısı
SD	: Serbestlik derecesi
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
SF	: Şekil faktörü
SPME	: Katı faz mikroekstraksiyon tekniği
t.e.	: Tespit edilemedi
TG	: Transglutaminaz enzimi
ÜM	: Ürün miktarı
β-SD	: β-Siklodekstrin

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Aroma çemberi	4
Şekil 2.2. Bazı aroma maddelerinin moleküler yapısı	7
Şekil 2.3. Aroma reseptörleri	9
Şekil 2.4. Farklı tiplerde mikrokapsüllerin morfolojileri.....	11
Şekil 2.5. Püskürterek kurutma sistemi	16
Şekil 2.6. Koaservasyon yöntemi	19
Şekil 2.7. Aljinat damlacığının jelasyon banyosu arayüzündeki etkisi ve deformasyonu.....	22
Şekil 2.8. Damlama mesafesinin ve aljinat çözeltisinin viskozitesinin aljinat küreciklerinin boyutu üzerine etkisi.....	23
Şekil 3.1. Püskürterek kurutma ünitesi	25
Şekil 3.2. Aljinat kürecikleri yöntemi ile kapsül üretimi ve optimizasyonu	27
Şekil 3.3. Model gıdaların duyu analizinde kullanılan beğeni skalası	37
Şekil 3.4. Model gıdaların temel duyu özelliklerinin tanımlanmasında kullanılan skalalar	38
Şekil 4.1. Karışım desenindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve ürün besleme sıcaklığının aroma bileşenlerinin kazanımı (alan) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları	45
Şekil 4.2. Karışım desenindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve kurutma giriş sıcaklığının aroma aktif bileşenlerin kazanımı (alan) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları	50
Şekil 4.3. Karışım desenindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve ürün besleme sıcaklığının aroma salınımı üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları.....	55
Şekil 4.4. Karışım desenindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve giriş sıcaklığının kurutma verimi (%) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları.....	61
Şekil 4.5. Karışım desenindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve kurutma giriş sıcaklığının çözünürlük değerleri (%) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları	66
Şekil 4.6. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerin alan değerleri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri.....	71
Şekil 4.7. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin izoamil asetat bileşeninin alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri	75
Şekil 4.8. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin şekil faktörü değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri.....	80
Şekil 4.9. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin küresellik değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğriler	81
Şekil 4.10. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin mikroskop görüntüleri.....	83

Şekil 4.11. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma bileşenlerinin alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrisi	86
Şekil 4.12. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerin alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri	90
Şekil 4.13. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerin salınımının alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri	93
Şekil 4.14. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri	99
Şekil 4.15. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri	100
Şekil 4.16. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri.....	101
Şekil 4.17. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen ve sıcak hava (A) ile dondurarak kurutma (B) yöntemleri ile kurutulan çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) kapsüllerinin SEM görüntüleri.....	103
Şekil 4.18. Muz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi.....	106
Şekil 4.19. Çilek aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi.....	107
Şekil 4.20. Karpuz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi	108
Şekil 4.21. Muz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi.....	109
Şekil 4.22. Çilek aromalı keklere ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi	110
Şekil 4.23. Karpuz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi.....	111
Şekil 4.24. Püskürterek kurutma ve aljinat kürecikleri ile elde edilmiş mikrokapsüller ile ticari olarak temin edilmiş çilek aromasının depolama süresince toplam aroma alanının değişimi	124
Şekil 4.25. Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilmiş çilek mikrokapsüllerinin depolama süresince toplam aroma alanının değişimi	124
Şekil 4.26. Farklı yöntemlerle üretilen karpuz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin depolama süresince değişimi	135
Şekil 4.27. Farklı yöntemlerle üretilen karpuz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin bileşiminin depolama süresince değişimi	136
Şekil 4.28. Farklı yöntemlerle üretilen muz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin depolama süresince değişimi	145

Şekil 4.29. Farklı yöntemlerle üretilen muz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin depolama süresince değişimi.....	145
Şekil 4.30. Farklı yöntemlerle elde edilmiş aroma kapsüllerinin parçacık boyutu dağılımları	153



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Bazı meyve-sebzelerde bulunan aroma aktif bileşenleri ve tanımlanması	6
Çizelge 2.2. Aroma enkapsülasyonunda kullanılan duvar materyallerinin karakteristikleri	12
Çizelge 2.3. Farklı enkapsülasyon yöntemlerinin gıda endüstrisinde kullanım amaçları.....	15
Çizelge 2.4. Aljinat kürecikleri yöntemine etki eden faktörler.....	21
Çizelge 3.1. Karışım desenine göre belirlenen taşıyıcı madde karışım oranları (%) ve giriş sıcaklıkları (°C)	25
Çizelge 3.2. Cevap yüzey metoduna göre aljinat kürecikleri yöntemi optimizasyon koşulları.....	28
Çizelge 3.3. Cevap yüzey metoduna göre koaservasyon metodu optimizasyon koşulları.....	30
Çizelge 3.4. Çilek aromasında kullanılan SPME/GC-MS'deki analiz koşulları.....	33
Çizelge 3.5. Literatürde çilek aromasında tanımlanan aroma bileşenleri	34
Çizelge 3.6. Muz aromasında kullanılan HS/GC-MS'teki analiz koşulları	35
Çizelge 3.7. Muz aromasında literatürde tanımlanan aroma aktif bileşenler	35
Çizelge 3.8. Karpuz aromasında kullanılan SPME/GC-MS'teki analiz koşulları.....	36
Çizelge 3.9. Karpuz aromasında literatürde tanımlanan aroma aktif bileşenler	36
Çizelge 4.1. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma kazanımı değerleri (alan)	41
Çizelge 4.2. Mikrokapsüllerin aroma kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsüllerin aroma kazanımı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel değerler	43
Çizelge 4.3. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanım değerleri (alan)	47
Çizelge 4.4. Mikrokapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin kazanımı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	49
Çizelge 4.5. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen toz çilek mikrokapsüllerinin aroma salınımı değerleri (alan).....	51
Çizelge 4.6. Mikrokapsüllerin aroma salınımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsüllerin aroma salınımı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	53
Çizelge 4.7. Deneme desenine göre üretilen mikrokapsüllerin verimlilik sonuçları (%).....	56

Çizelge 4.8. Püskürterek kurutma verimliliği üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsül verimi için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	58
Çizelge 4.9. Mikrokapsüllerin çözünürlük değerleri (%)	62
Çizelge 4.10. Mikrokapsüllerin çözünürlük değerlerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve çözünürlük oranı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistikler	64
Çizelge 4.11. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanımı değerleri (alan)	67
Çizelge 4.12. Aljinat kürecikleri ile elde edilen muz kapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanım değerlerine (alan) bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve alan değerleri için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	69
Çizelge 4.13. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin izoamil asetat bileşeni değerleri (alan).....	72
Çizelge 4.14. Aljinat kürecikleri ile elde edilen muz kapsüllerinin izoamil asetat bileşeni alanı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve izoamil asetat bileşeninin alanı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	73
Çizelge 4.15. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin morfolojik özelliklerini veren şekil faktörü ve küresellik değerleri.....	76
Çizelge 4.16. Aljinat kürecikleri ile elde edilen muz kapsüllerinin şekil faktörü ve küresellik değerleri üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	78
Çizelge 4.17. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma kazanımı değerleri (alan)	84
Çizelge 4.18. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması kapsüllerinden aroma bileşenlerinin kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel değerler.....	85
Çizelge 4.19. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerine ait değerler (alan).....	88
Çizelge 4.20. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroma aktif bileşenlerin kazanımı değerleri üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	89
Çizelge 4.21. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin salınımı değerleri (alan)	91
Çizelge 4.22. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin salınımı değerleri üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler	92

Çizelge 4.23. Optimum koşullarda püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin test edilen parametrelerine ilişkin tahminlenen ve deneysel değerleri	95
Çizelge 4.24. Optimum koşullarda aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin test edilen parametrelerine ilişkin tahminlenen ve deneysel değerleri	95
Çizelge 4.25. Optimum koşullarda koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin test edilen parametrelerine ilişkin tahminlenen ve deneysel değerleri	96
Çizelge 4.26. Optimum koşullarda üretilen aroma mikrokapsüllerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g °C)	97
Çizelge 4.27. Muz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçları	105
Çizelge 4.28. Çilek aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçları	106
Çizelge 4.29. Karpuz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçları	107
Çizelge 4.30. Muz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçları	108
Çizelge 4.31. Çilek aromalı keklere ait duyu analizi sonuçları	109
Çizelge 4.32. Karpuz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçları	110
Çizelge 4.33. Farklı enkapsülasyon yöntemlerinin optimum şartlarında üretilen aroma kapsüllerinin duyu analizi sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları	111
Çizelge 4.34. Sıvı formdaki çilek aromasının bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi ($\text{alan} \times 10^3$)	113
Çizelge 4.35. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi ($\text{alan} \times 10^3$)	115
Çizelge 4.36. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi ($\text{alan} \times 10^3$)	117
Çizelge 4.37. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi ($\text{alan} \times 10^3$)	119
Çizelge 4.38. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi ($\text{alan} \times 10^3$)	121
Çizelge 4.39. Çilek aromalarının toplam aroma bileşenlerinin alan değerlerine ait varyans analizi sonuçları	122
Çizelge 4.40. Çilek aromasının depolama süresince toplam aroma bileşenlerinin alanının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ($\times 10^3$)	122
Çizelge 4.41. Sıvı formdaki karpuz aromasının bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi ($\text{alan} \times 10^3$)	126

Çizelge 4.42. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	128
Çizelge 4.43. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	130
Çizelge 4.44. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	132
Çizelge 4.45. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	133
Çizelge 4.46. Karpuz aromalarının toplam aroma bileşenlerinin alan değerlerine ait varyans analizi sonuçları	134
Çizelge 4.47. Karpuz aromasının depolama süresince toplam aroma bileşenlerinin alanının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (x10 ³)	134
Çizelge 4.48. Sıvı formdaki muz aromasının bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	137
Çizelge 4.49. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	139
Çizelge 4.50. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	140
Çizelge 4.51. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	142
Çizelge 4.52. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10 ³)	143
Çizelge 4.53. Muz aromalarının toplam aroma bileşenlerinin alan değerlerine ait varyans analizi sonuçları	144
Çizelge 4.54. Muz aromasının depolama süresince toplam aroma bileşenlerinin alanının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (x10 ³)	144
Çizelge 4.55. Farklı yöntemlerde elde edilmiş olan çilek mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişimi (µm)	147
Çizelge 4.56. Çilek aroması mikrokapsüllerinin D ₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	147
Çizelge 4.57. Çilek aroması mikrokapsüllerinin D ₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (µm)	148

Çizelge 4.58. Farklı yöntemlerde elde edilmiş olan karpuz mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişimi (μm)	150
Çizelge 4.59. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin D_{90} değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	150
Çizelge 4.60. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin D_{90} değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (μm)	151
Çizelge 4.61. Farklı yöntemlerde elde edilmiş muz mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişimi (μm)	152
Çizelge 4.62. Muz aroması mikrokapsüllerinin D_{90} değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	152
Çizelge 4.63. Muz aroması mikrokapsüllerinin D_{90} değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (μm)	153
Çizelge 4.64. Farklı yöntemlerle elde edilen aroma mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerleri (kg/m^3)	154
Çizelge 4.65. Çilek aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	155
Çizelge 4.66. Çilek aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (kg/m^3)	155
Çizelge 4.67. Muz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	156
Çizelge 4.68. Muz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (kg/m^3)	156
Çizelge 4.69. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	157
Çizelge 4.70. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (kg/m^3)	157
Çizelge 4.71. Farklı yöntemlerle elde edilmiş olan çilek mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı nem ve su aktivitesi değişimi	158
Çizelge 4.72. Çilek aroması mikrokapsüllerinin nem içeriği ve su aktivitesi değerleri ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	159
Çizelge 4.73. Çilek aroması mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	160
Çizelge 4.74. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin nem ve su aktivitesi değerleri ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	160
Çizelge 4.75. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin nem miktarı (%) ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	161
Çizelge 4.76. Muz aroması mikrokapsüllerinin nem ve su aktivitesi değerleri ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları	161
Çizelge 4.77. Muz aroması mikrokapsüllerinin nem içeriği (%) ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	162

1. GİRİŞ

İnsanoğlunun tat, tekstür ve tazeliği ile damak zevkine uygun, görünüşüyle etkileyici gıdaların üretimi için yüzyıllardır sürdürdüğü çabası günümüzde de artarak devam etmektedir. Yeni üretim teknikleri ile ürünlerin çeşitlenmesi, tüketici tercihlerinin değişmesi, mevsimlik gıdaların yılın her döneminde tüketilme eğiliminin artması, ürünlerde raf ömrünün uzatılması ve ürün kalitesinde standardizasyon zorunluluğu gibi durumlar gıda katkı maddelerinin kullanımını kaçınılmaz hale getirmiştir. Bazı grup gıda katkı maddelerinin kullanımı gıdaları koruma amaçlı iken bazıları ise gıdaların işlenmesi sırasında kaybolan bazı özellikleri gıdaya kazandırmak veya tüketicilerin ilgisini arttırmak için kullanılmaktadır (Torun ve Özdemir 2011). Gerek gıdaların raf ömrünü arttırmak gerekse fonksiyonel ve duyuşal özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılan gıda katkı maddelerini; asitliği düzenleyiciler, topaklanmayı önleyiciler, antioksidanlar ve antioksidan sinerjistleri, lezzet vericiler, lezzet arttırıcı maddeler, tatlandırıcılar, renk maddeleri, emülgatörler, stabilizatörler, koruyucular, nem tutucular ve kaplayıcı maddeler olmak üzere gruplandırabilmek mümkündür (Çakmakçı ve Çelik 1994; Altuğ 2006).

Bu maddelerden biri de gıdalara özgün koku ve aroma vererek gıdanın duyuşal kalitesini arttırmak amacıyla kullanılan, doğal ya da yapay yolla elde edilebilen aroma maddeleridir. Gıda, kozmetik ve eczacılık başta olmak üzere birçok endüstride farklı ürün gruplarında kullanılması sebebiyle aroma maddelerinin ekonomik değeri de oldukça önemli olup 2016 yılında dünyanın önde gelen aroma üreticisi ve pazarlayıcısı şirketler tarafından 19 milyar \$ değerinde farklı formlarda aroma maddesi satışının yapıldığı bildirilmiştir (Anonymous 2019a). Ancak aroma maddeleri gıdaların işlenmesi ve depolama sürecinde azalmakta veya başka maddelere dönüşerek etkinliğini yitirmektedir. Ekonomik değeri bu denli önemli olan aroma maddelerinin depolama stabiliteelerini arttırmak, işlenmeleri ve tüketimleri sırasındaki salınımlarının kontrolünü sağlamak oldukça önemlidir. Son yıllarda, gıda endüstrisinde oksijen, nem, sıcaklık, ışık ve benzeri çevre koşullarına karşı koruma sağlayan ve aktif bileşenin doğru yerde, doğru zamanda kontrollü salınımlarına olanak veren enkapsülasyon gittikçe yaygınlaşmaktadır. Özellikle gıda etken bileşenlerinin, renk maddelerinin, enzimlerin, vitaminlerin, minerallerin, aroma gibi katkı maddelerinin ve yararlı mikroorganizmaların enkapsülasyonuna yönelik çalışmaların yapıldığı görülmektedir. Hassas bir maddenin veya karışımın, koruyucu bir kabuk veya duvar oluşturabilen başka bir maddenin veya karışımın içerisine hapsedilmesi veya tutulması olarak tanımlanan enkapsülasyon işlemi püskürterek kurutma, püskürterek soğutma veya dondurma, ekstrüzyon kaplama, akışkan yatakta kaplama, lipozoma hapsedme, koaservasyon ve santrifüjlü ekstrüzyon gibi farklı tekniklerle yapılabilmektedir (Madene vd. 2006).

Gıda endüstrisinde aroma maddelerinin enkapsülasyonunda bu teknikler içinde en yaygın olarak kullanılanı püskürterek kurutma yöntemidir. Sürekli üretim olanağı, ekipman kullanımının kolaylığı, düşük maliyet, geniş taşıyıcı madde seçimi, uçucu bileşenlerin iyi tutulması ve son ürün stabilitesi bu yöntemin en çok tercih edilme nedenleri olarak gösterilmektedir (Re 1998; Jimenez vd. 2004; Rodriguez-Huezo vd. 2004).

Aroma maddelerinin enkapsülasyonunda kullanılan bir diğer yöntem olan dondurarak kurutma metodu ise donmuş sıvı, yarı katı veya katı gıdalardaki sıvının düşük

basınç altında sublimasyonla uzaklaştırılması işlemi olarak tanımlanmaktadır (Cohen ve Yang 1995; Sadıkoğlu ve Özdemir 2003; Boss vd. 2004). Dondurarak kurutmada, oksidasyon ve diğer kimyasal yollarla üründe meydana gelebilecek bozulmalar büyük oranda engellenirken, işlemin çok düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi sonucu ürünün yapı, tekstür, görünüş ve tat-koku gibi özelliklerinde yüksek sıcaklıktan kaynaklanan olumsuzluklar önlenmekte ve elde edilen kapsüller toz formda olmaktadır (Barbosa-Canovas ve Vega-Mercado 1996; Saldamlı ve Saldamlı 2004).

Polimerce zengin faz (koaservant) ve zayıf polimerik faz (koaservasyon ortam) içerisinde homojen polimer çözeltisinin kısmi olarak çözünmesi olarak tanımlanan koaservasyon yöntemi basit ve kompleks koaservasyon olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Basit koaservasyonda tek tip polimer kullanılmakta ve çözücü madde faz ayrımı için ilave edilmekte iken kompleks koaservasyonda zıt yüklü iki veya daha fazla polimer kullanılmaktadır ve gıda endüstrisinde genellikle bu metod kullanılmaktadır (Gibbs vd. 1999; Koç vd. 2010; Dias vd. 2015).

Gıdaların mikroenkapsülasyonunda kullanılan bir diğer metot aljinat kürecikleridir. Aljinat kürecikleri yönteminde kullanılan aljinatlar genel olarak kahverengi deniz yosunundan elde edilmekte ve yüksek biyouyumluluk, jel ve film oluşturma kapasitesi gibi özellikleri sayesinde mikrokapsüllerin hazırlanmasında sıklıkla kullanılmaktadır (Gouin 2004). Aljinat, α -L-guluronik asit ve β -D-mannuronik asidin bir araya gelmesiyle oluşmaktadır (Goh vd. 2012). Aljinik asit, aljinatların üretiminin dayanıklılığı düşük olan bir ara üründür ve genellikle sodyum, potasyum, amonyum, kalsiyum aljinat tuzları şeklinde ticari aljinatlara dönüştürülerek üretilmektedir. Na, K ve Mg tuzları suda iyi çözünmekte iken suda daha kolay çözünme özelliğine sahip olması nedeniyle CaCl_2 , aljinatın jelatinizasyonunda en sık kullanılan tuz olarak belirtilmektedir (Şener 2009; Ergin 2019). İki değerli katyonların aljinatın yapısında bulunan guluronik asit bloklarına bağlanması ile “yumurta kutusu” adı verilen yapı meydana gelmekte ve su içerisinde serbest hale gelen Ca^{+2} iyonlarının hidrojel parçacıkları oluşturmak için aljinatın guluronat birimlerine çapraz bağlanmaktadır (Leong vd. 2016; Ergin 2019).

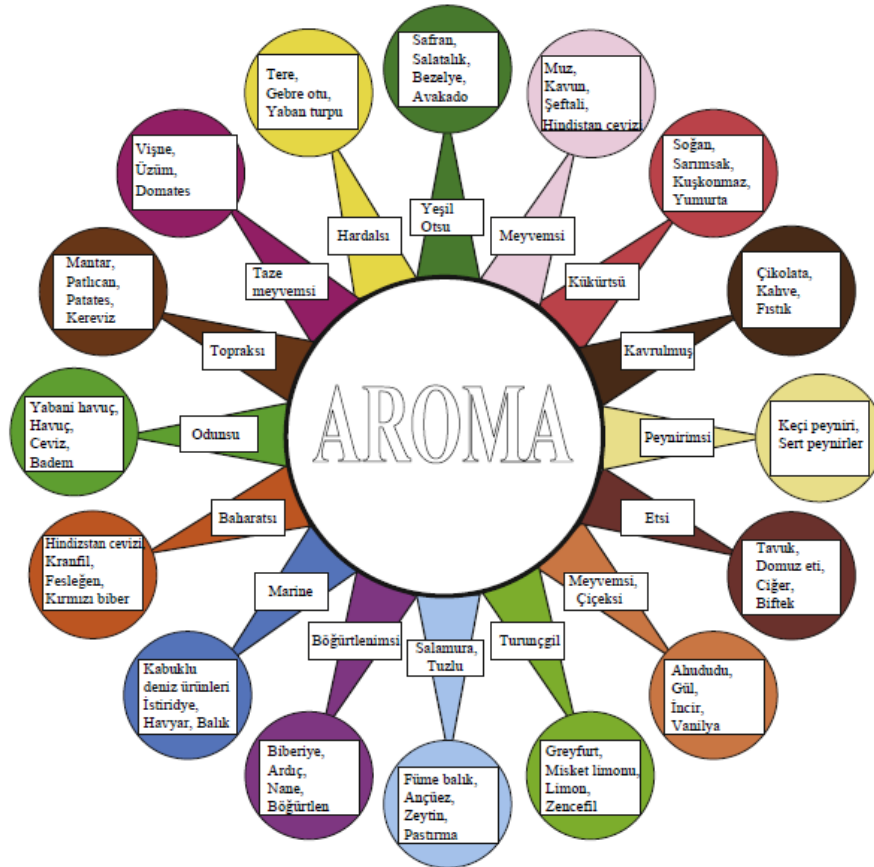
Tüm bu bilgiler doğrultusunda bu tezde birçok farklı üründe kullanılan ve şu anda aroma pazarında en fazla satışı yapılan aroma maddelerinden bazıları olan çilek, muz ve karpuz aromalarının püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, koaservasyon ve aljinat kürecikleri yöntemleri ile enkapsüle edilerek depolama stabilitelerinin artırılması ve farklı ürünlere işlenmeleri aşamasında salınımlarının kontrol edilmesi amaçlanmıştır. Çalışmada farklı yöntemlerle aroma kapsüllerinin üretim şartları her bir teknik için aroma değişiminin yanında yöntemle özgü bazı parametreler açısından optimize edilmiş, optimum şartlarda elde edilen aroma kapsülleri 2 farklı sıcaklıkta (4 ve 25 °C) 60 gün süreyle depolanmıştır. Depolamanın başlangıcı ile birlikte 15., 30. ve 60. günlerde kapsüllerde aroma analizleri ile partikül boyutu, çözünürlük, kitle yoğunluğu ve morfolojik yapı analizleri yapılmıştır. Ayrıca optimum şartlarda üretilen aroma kapsüllerinin camsı geçiş sıcaklıkları analiz edilmiş, taramalı elektron mikroskopuyla yapısal analizleri yapılmış ve model gıdalara (çikolata ve kek) işlenmesi sonrasında duyuusal beğeni durumları belirlenmiştir.

2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Aroma Maddeleri

Toplumun her kesimini beslenme ve sađlık aısından ilgilendiren gıda katkı maddelerinin kullanımı insanlık tarihi kadar eskidir. Ateşin keşfiyle gıdalarını pişirerek, gıdaların dayanımını arttırmayı ve lezzetini geliştirmeyi öğrenen insanođlu, daha sonraları tuz, baharat, tütü ve sirke gibi gıda katkı maddelerini kullanarak, gıdaların raf ömrünü, çeşitliliğini ve lezzetini arttırmıştır. Yirminci yüzyıla gelindiğinde, endüstriyel gelişmelere paralel olarak tarımda ve hayvancılıkta mekanizasyonun artmasıyla üretim artmış, ölkeler arası taşıma olanaklarının gelişmesi ve hızlanması ile bir bölgede üretilen gıdaların diğere bölgelere taşınması kolaylaşmıştır. Artan ve değışen tüketici taleplerini karşılamak, tüketiciye standart kalitede ve makul fiyatta ürün sunmak, gıda endüstrisinde gıda katkı maddelerinin kullanımını zamanla zorunlu hale getirmiştir (Torun ve Özdemir 2011). Gerek gıdaların raf ömrünü arttırmak gerekse fonksiyonel ve duyuşal özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılan gıda katkı maddelerini; asitliğı düzenleyiciler, topaklanmayı önleyiciler, antioksidanlar ve antioksidan sinerjistleri, lezzet vericileri, lezzet artırıcı maddeler, tatlandırıcılar, renk maddeleri, emülgatörler, stabilizatörler, koruyucular, nem tutucular ve kaplayıcı maddeler olmak üzere gruplandırabilmek mümkündür (akmakı ve elik 1994; Altuğ 2006). Bu katkı maddelerinden aroma maddeleri gıda, kozmetik, eczacılık, tıp ve tütün gibi birçok endüstride kullanımı nedeniyle önemli bir ekonomik değere sahiptir.

Tüketicilerin duyuşal özellikleri zenginleştirilmiş gıdalara yöneliminin artması ile birlikte lezzet bir gıda ürününün en önemli özelliğı haline gelmiştir (Voilley ve Etiévant 2006). Lezzet, koku, tat ve burun ile ağız boşluğunda hissedilen duyuşların toplamı olarak tanımlanabilir. Acı, tatlı, ekşi, tuzlu ve umami olarak beş temel gruba ayrılan tat bileşenleri, aroma bileşenlerinin aksine uçucu karakterde olmayıp, gıdanın sıcaklığı ve sertliğı gibi unsurlardan da etkilenmektedir. Genellikle lezzet kavramı ile karıştırlan aroma bileşenleri ise oda sıcaklığında buhar fazında olan ve burun boşluğundaki koku reseptörleri ile etkileşime giren uçucu moleküller olarak tanımlanmaktadır (Zuidam ve Heinrich 2010). Sınırlı sayıda tanımlayıcı grubu olan tat duyuşunun aksine aromaları sınıflandırmak oldukça güç olup, karakteristik olarak aromaların tanımlandırılması tatlardan çok daha geniş ve çeşitlidir. Meyveli, çiçekli, baharatlı, reçineli (duman vb.), sert, keskin vb. bazı aroma tanımlamaları olarak bildirilmektedir. Şekil 2.1’de aroma tanımlamada kullanılan aroma çemberi gösterilmiştir (Sánchez-Rodríguez vd. 2019).



Şekil 2.1. Aroma çemberi (Sánchez-Rodríguez vd. 2019)

Aroma maddeleri bazı inorganik bileşikler ile alifatik ve aromatik maddeleri içermektedir. Gıdaların aromatik özelliği farklı yapılardaki kimyasal bileşenlerin değişik oranlarda gerçekleşen reaksiyonlarından veya birbirinden farklı yapılardaki aroma maddelerinden meydana gelmektedir (Bayrak 2006). Aynı kimyasal molekülleri içeren ancak bu kimyasal maddelerin oranına bağlı olarak kokuları farklı algılanan birçok ürün bulunmaktadır. Gıdaların aromaları ile ilgili yapılan araştırmalar genel olarak aromanın meydana gelme mekanizmasından ziyade içerdiği bileşenler üzerine yoğunlaşmıştır. Özellikle bitkisel ürünlerde gerçekleşen biyokimyasal reaksiyonların karmaşıklığı ve son ürünün karakteristiğinin belirlenmesine yönelik talepler doğrultusunda araştırmalar aromayı oluşturan maddelerin neler olduğu konusuna yönelimi arttırmıştır. Bu sebeple de farklı ürünlerin içerdikleri aroma bileşenleri ve konsantrasyonlarına yönelik çalışmalar oldukça fazladır. Ancak bu bileşenlerin nerde ve nasıl oluştuklarına dair çalışmalar oldukça kısıtlıdır. Bununla birlikte meyvelerde epitel dokunun iç dokulara göre daha fazla miktarda uçucu bileşen ürettiği bildirilmiştir (Rudell vd. 2002). Bu durum kabuğun yüksek miktarda yağ asiti içermesi veya yüksek metabolik aktiviteye sahip olması ile ilişkilendirilmiştir (Defilippi vd. 2009).

Doğal aroma maddeleri çoğunlukla canlı dokularda gerçekleşen kompleks reaksiyonlar sonucu oluşup, genetik faktörlere göre oluşumu değişiklik gösterebilmektedir. Diğer taraftan ürünün işlenmesi sırasında açığa çıkan aroma maddeleri de halihazırda karmaşık olan yapının birbirleri ile etkileşime girerek

parçalanması sonucu oluşmaktadır. Aromaları farklı niteliklerine göre oldukça farklı sınıflandırılmalarının olduğu göz önünde bulundurulduğunda Ohloff (1972) tarafından yapılan bir çalışmada aroma tipleri meyze, sebze-baharat, et, yağ, pişmiş gıda, tütsü ve kötü koku olarak basitçe dokuz farklı kategoride sınıflandırılmıştır. Belirtilen sınıflandırma bitkinin metabolizmasında normal olarak veya bitki hasat edildiğinde meydana gelen uçucu bileşenler, enzimatik reaksiyonlar sonucunda soğanımsı sebzelerde olduğu gibi meydana gelen bileşenler, şarap ve süt ürünlerinde olduğu gibi mikrobiyal ve fermentasyon sonucu oluşan bileşenler, pişmiş et ve kavrulmuş kahve gibi ısı işlem ve pişirme sonucu meydana gelen bileşenler ile oksidatif reaksiyonlar ile aroma yıkımı sonucu oluşan bileşenler olarak açıklanmıştır (Bayrak 2006). Tipik bir meyvede yüzden fazla uçucu bileşen meyvelere özgü aromanın oluşumundan sorumlu olup bunlar meyve bileşimin aslında yaklaşık milyonda bir kısmını oluşturmakta, meyve ve sebzelerin yapısındaki farklılık aromalarını da etkilemektedir. Greyfurt, limon, portakal gibi meyvelerin aromaları içerdikleri terpenoidlerden kaynaklanmakta iken, elma, ahududu, kıvılcık, muz gibi meyvelerde ise aroma bileşiminden esterler ve aldehitler sorumludur. Ayrıca muz, şeftali, armut ve kiraz gibi meyvelerde ise aromadan sorumlu bileşenler meyvenin olgunlaşması ile meydana gelmektedir (Bayrak 2006; Defilippi vd. 2009).

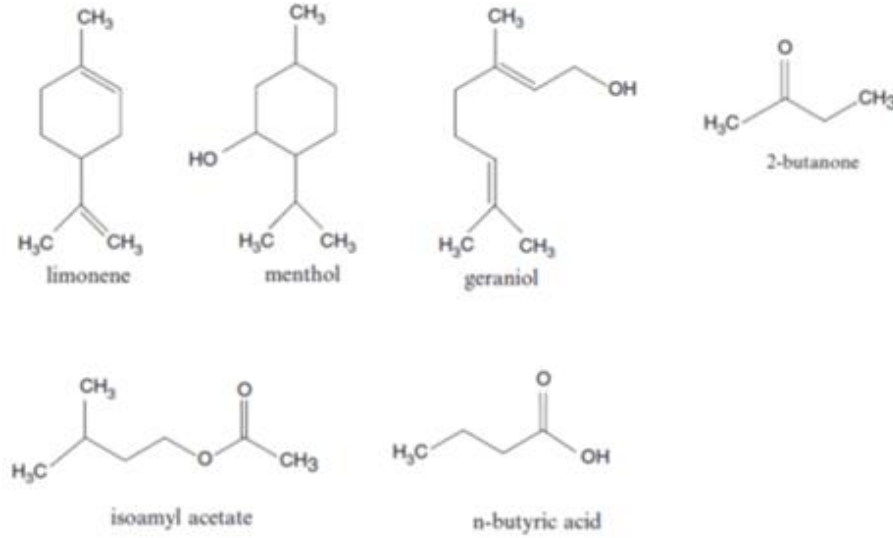
Birçok uçucu ve kokulu organik molekülden oluşmakta olan aroma maddeleri genel olarak 50-600 Da aralığında değişen düşük molekül ağırlığına sahiptir. Meyve aromalarının oluşumunda rol oynayan, stabil olmayan ve oldukça karmaşık yapıya sahip olan bu bileşenler genel olarak alkoller, karboniller, asitler, esterler, laktonlar ve fenoller olarak sınıflandırılmaktadır (Atak 2018). Meyve ve sebzelerde bulunan amino asitlerden meydana gelen aldehit ve ketonlar ile bunların dönüşümü esnasında meydana gelen alkoller aroma oluşumunda önemli rol oynamaktadır. Meyvelerde aromadan sorumlu bir diğer önemli grup olan esterler ise genellikle meyvelerin karakteristik aroma tanımlamasından sorumludur. Etil esterleri “etil asetat” bileşeninden başlayıp uzun zincirlerle “etil lorat” bileşenine kadar devam eden meyve aromasından ve aromanın yoğunluğundan sorumlu bileşenlerdir. “Triasetin” gibi bazı ester formları ise aroma sanayisinde taşıyıcı solvent olarak kullanılmaktadır. Meyvelerin uçucu bileşenlerinde asitlerin oranı diğer bileşenlere göre oldukça düşük olmakla birlikte sitrik asit, 2-metilbütirik asit ve 3-metilbütirik asit en yaygın olarak tespit edilen aroma bileşenleridir (Rowe 2005, Gonçalves vd. 2018). Çizelge 2.1’de molekül yapılarına göre sınıflandırılan bazı aroma bileşenleri verilmiştir (Sánchez-Rodríguez vd. 2019).

Çizelge 2.1. Bazı meyve-sebzelerde bulunan aroma aktif bileşenleri ve tanımlanması

Bileşen	Tanımlama	Örnek
Esterler		
İzoamil asetat	Muz, meyvemsi	Muz
Etil butirat	Elma, ananas, meyvemsi	Ananas, muz
Hekzil asetat	Kırmızı elma, armut	Elma, şeftali, kayısı, nar
Etil asetat	Tatlı, yeşil, meyvemsi	Elma, muz, dut
Butil asetat	Elma, muz, meyvemsi	Elma, şeftali, muz
Alkoller		
1-Hekzanol	Tatlı, yeşil, otsu	Domates, nar, mantar
trans-2-Hekzen-1-ol	Taze, yeşil, yapraklı, meyvemsi	Muz, portakal, domates
cis-3-Hekzanol	Tatlı, yeşil, meyvemsi, tropikal meyve	Nar, elma, turunçgiller, brokoli
2-Metil-1-propanol	Tatlı	Elma
Aldehitler		
Hekzanal	Yağsı, yeşil, çimen, meyveli	Domates, nar, dut
Nonanal	Elma, hindistan cevizi, üzüm, limon	Portakal, salatalık, nar, elma
Dekanal	Meyvemsi, turunçgil, tatlı	Limon, şeftali, domates
cis-2-Nonenal	Yağlı, mumsu	Dut, salatalık
Terpenler		
Limonen	Limon, portakal, turunçgil	Limon, portakal, turunçgil, brokoli, dut
α -Pinen	Taze, tatlı, çam, odunsu	Domates, mantar, nar
β -Pinen	Çam, tatlı, odunsu, yeşil	Mantar, mandalin, nar

Gıdalarda bulunan bazı tipik aromaların molekül yapılarına ilişkin örnekleri Şekil 2.2'de gösterilmiştir. Limonen turunçgillerde bulunup limon benzeri bir kokuya sahipken, mentol nane, geraniol ise gül benzeri kokuya sahiptir. İzoamilasetat meyvelerde bulunan ve muz kokusunu veren bir bileşen iken n-bütirik asit ise tereyağ benzeri bir kokuya sahiptir.

Meyve ve sebzelerin aromaları üzerine yapılan ilk çalışmalar aromanın olgunlaşma dönemi ile ilişkisine dayanmaktadır. Meyvenin çeşidine, olgunluk derecesine, hasat öncesi ve sonrası çevre koşullarına göre değişen uçucu bileşen profili oldukça karmaşıktır. Ancak meyve aromalarında yer alan uçucu bileşenler genel olarak üç ana grupta toplanmıştır; alkoller, aldehitler ve esterler. Oldukça fazla sayıda olan meyve çeşitlerine karşın aromatik özelliği fazla olan muz, mango, kavun, çilek gibi bazı ürünler hakkında oldukça fazla sayıda araştırma mevcuttur (Defilippi vd. 2009).



Şekil 2.2. Bazı aroma maddelerinin moleküler yapısı (Gibson 2018)

Aromatik karakteristiği yüksek olan, farklı molekül yapılarında ve konsantrasyonlarda aromatik bileşenler içeren muz ile ilgili oldukça fazla çalışma mevcuttur. Muzun içerdiği aroma profilinin olgunlaşma süresince değişmesi yapılan çalışmaların çıkış noktasını oluşturmaktadır. Aroma profilinin oluşumu hakkında yapılan çalışmalarda muzun olgunlaşma döneminde karbondioksit oluşumunun sürekli ve hızlı bir şekilde gerçekleştiği, olgunlaşmanın ilerleyen dönemlerinde gittikçe arttığı ve sonrasında ise azaldığı bildirilmektedir. Olgunlaşma ile birlikte malik ve sitrik asit oluşmakta iken oksalik asit miktarının azaldığı, yine muz aromasının oluşumunda rol oynayan valin ve lösin aminoasitlerinin olgunlaşmaya bağlı azaldığı, aromadan sorumlu izobutil ile izoamil alkoller ve bunların asetatlarının oluştuğu bildirilmiştir (Bayrak 2006).

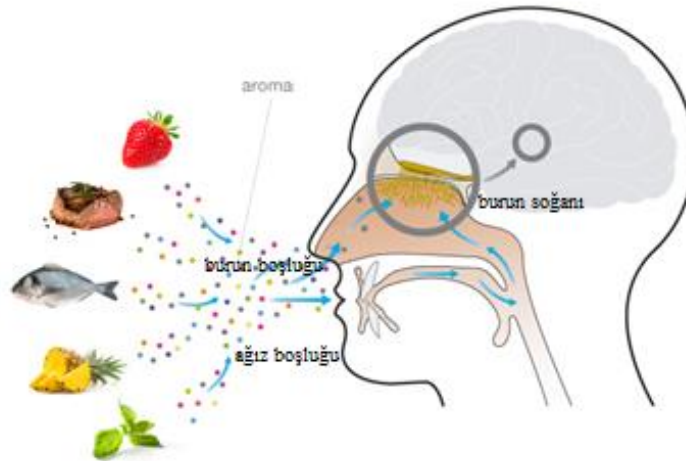
Çileğin aroma profiline katkı sağlayan 300'den fazla bileşik tanımlanmıştır. Halihazırda karmaşık bir aroma profiline sahip olan çilek meyvesinin olgunlaşma, çeşit ve yetiştiği yer (sera, yabani) faktörleri de aromaya katkı sağlayınca bu geniş aroma yelpazesinin oluştuğu bildirilmiştir (Defilippi vd. 2009). Çilek aromasının ana bileşenleri esterler, asitler, aldehitler, alkoller ve terpenlerdir (Zabetakis ve Holden, 1997). Aromaya katkıda bulunan diğer gruplar arasında kükürt bileşikler, asetaller, furanlar, fenoller, epoksitler ve hidrokarbonlar bulunmaktadır. Bunlar arasında metil, etil ester, furanonlar, C6-bileşiği aldehitleri ve C6-türevi bileşikler, çilek aromasından sorumlu ana lezzet maddesi olarak kabul edilmektedir (Schieberle ve Hofmann, 1997; Zabetakis ve Holden, 1997, Zabetakis vd., 1999; Pelayo vd., 2003).

Farklı kavun çeşitlerinde yaklaşık 200 aromatik bileşen tanımlanmıştır. Bu bileşenlerin önemli bir bölümünü esterler oluşturmakla birlikte, etil 2-metilpropil asetat, etil butirat ve 2-metilbütıl asetat gibi asetat türevleri, toplam uçucu profilin %37'sine sahip durumdadır (Aubert ve Bourger, 2004). Ek olarak, daha düşük miktarlarda laktonların, sülfür bileşiklerin ([metiltiyo] asetat, 2- [metiltiyo] etil asetat ve 3- [metiltiyo] propil asetat gibi), kısa zincirli alkollerin ve aldehitlerin bu karmaşık uçucu bileşen profilinde yer aldığı bildirilmiştir (Aubert and Bourger, 2004; Aubert and Pitrat, 2006;

Beaulieu and Grimm, 2001; Ibdah et al., 2006; Manrı'quez et al., 2006; Shalit et al., 2001; Yahyaoui et al., 2002).

Aroma maddeleri gıdaların üretimi esnasında ürüne ilave edilmekte veya pişirme işlemi sırasında oluşabilmektedir. Gıda maddesi henüz ağız ve/veya ağız boşluğuna alınmadan aroma molekülleri burun boşluğuna ulaşabilmektedir. Aroma bileşenleri ağız boşluğundan tükürük üretimi, çiğneme ve yutma gibi ağız hareketleri ile de burun boşluğuna iletilmektedir (Yaparel ve Elmacı 2016).

Aroma maddelerinin algılanmasında görme ve dokunma duyularımızdan ziyade tatma, koklama ve bunların kimyasal sentezi önemli rol oynamaktadır. Bu benzersiz sistem ile yakın çevredeki kimyasalların varoluşu hakkında bilgi aktarımına olanak sağlamaktadır. Tat, kimyasal bileşiklerin ağızdaki tat alma tomurcukları ile algılanmaktadır. Koku ise hem burun boşluğundan geçen uçucu bileşenlerin hem de ağız boşluğunda çiğnenen gıdalardan salgılanan bileşiklerin retronazal yoldan geçmesi esnasında algılanmaktadır. Retronazal boşluğun (sonraki bölümler) ağız boşluğu kadar olmasa da kokunun algılanmasında önemi büyüktür (Şekil 2.2). Bu karmaşık sistemin yanı sıra insan vücudunda bu işleme yardımcı olan 9000'e yakın tat alma tomurcuğu ve birkaç milyon koku reseptörü mevcuttur (Gibson 2018). Fizyolojik olarak burundan geçen havanın %15'i olfaktör bölgeden geçmektedir. Burnun arka kısmına ulaşan hava yaklaşık 25 °C ve %90 neme ulaşmakta, olfaktör bölgeye ulaşan koku molekülleri, reseptörlerin üzerindeki mukus ile temasa geçmektedir. Koku reseptörleri mukus içerisinde eriyebilen maddelerle uyarılmakta, mukus içerisine geçen maddeler bir reseptör proteinine bağlanmaktadır. Bu koku maddesi reseptörün, ki herbiri aslında birer sinir hücresidir, dış yüzeyine bağlanmakta, iç yüzeyi ise G-proteinine bağlanmaktadır. Böylece meydana gelen bir dizi reaksiyondan sonra koku nöronları yardımı ile kalbur kemiğini geçerek koku soğanına ulaşan impulslar ilgili merkeze taşınarak değerlendirmeye alınmaktadır. Koku soğancığı koku ile ilgili bölge ve kafatasını oluşturan kemiğin hemen ön bölümünde yer almaktadır. Koku reseptörlerinden gelen tüm sinyaller önce bu merkezde toplanmakta, yorumlanması için koku sinirleri ile koku korteksi, hipotalamus ve amigdalaya gönderilmektedir. Koku reseptörleri uyarılmalarının ardından çok hızlı bir şekilde koku sinyallerini iletmektedir. Bununla birlikte koku alma duyusu çok çabuk yorulmakta ve sonraki iletimler yavaşlamaktadır. Diğer bir ifade ile sürekli aynı kokuya maruz kalan reseptörler sebebi ile aynı koku bir süre sonra hissedilmezken farklı bir koku hemen hissedilmektedir (Kandemir ve Bayar-Muluk 2016).



Şekil 2.3. Aroma reseptörleri

Gıda ürünlerinin tüketimi esnasında ya da tüketiminden sonra meydana gelen aroma salınımı aroma bileşeninin özelliklerine, konsantrasyonuna ve ürünün fiziksel durumuna bağlı olarak hem termodinamik hem de kinetik parametreler ile kontrol edilebilmektedir. Bu parametreler aroma maddelerinin uçuculuğunu ve gıda ürününden havaya farklı fazlar arasında kütle transferine karşı dirençlerini belirlemektedir. Aroma salınımı açısından gıdanın bileşimi ve yapısının yanı sıra gıdaların üretimi ve tüketimi de önemli bir rol oynamaktadır (Zuidam ve Heinrich 2010).

Aroma maddeleri fiziksel özelliklerine göre çeşitlilik göstermekle birlikte genellikle katı, sıvı veya macunumsu formda olup fiziksel formu genellikle işlenecek ürüne uygunluğu veya kullanım amacına göre önem taşımaktadır. Sıvı formdaki bir üründe katı formda bulunan bir aroma bileşeni eklenemeyeceği gibi kuru toz bir ürün karışımında sıvı aroma maddesinin kullanımında teknolojik sıkıntılar yaşanabilmektedir. Aroma maddesinin saflığı, ürün prosesine uygunluğu, gıda maddelerine işlenip işlenemeyeceği, ürün içerisindeki çözünürlüğü gibi özelliklerinin yanı sıra fiziksel özellikleri de aroma maddesinin seçiminde önem taşımaktadır.

Katı aroma maddeleri kristal veya amorf yapıda bulunmakta olup ürün içerisine işlenmeden önce ince toz haline getirilerek kullanılmaktadır. Kuru ürünlerde kolay ve homojen bir şekilde karışımı sağlanabilse de (kullanıma hazır toz formdaki pudinglere ilave eklenen vanilin, çerezlik gıda tozlarında monosodyum glutamat gibi) sıvı ürünlerde kullanımı kıyma ve öğütme gibi ön işlem de gerektirdiği için oldukça zor olabilmektedir. Genellikle higroskopik yapıda olan katı formdaki aroma materyallerinin nem içeriği çok hızlı artmakta ve ambalaj materyaline bağlı olarak depolama esnasında topaklaşma problemi meydana gelebilmektedir. Kapsüllenenek depolanan ürünler dışındaki ürünlerin çoğunda aroma kaybı ve dönüşümü gerçekleşebilmekte veya nem içeriğinin artmasına bağlı olarak mikrobiyal bozulma meydana gelebilmektedir (Bayrak 2006). Aroma verme amaçlı kullanılan kabuk ve tohum gibi materyallerde yaşanan bu sıkıntılara karşın kapsüllenenek üretilen aroma maddelerinin depolama stabilitesinin yüksek olması, depolama maliyetini düşürmesi ve mikrobiyolojik açıdan güvenilir olması sebebi ile bu formdaki aromalar gıda endüstrisinde sıklıkla kullanılmaktadır. Sıvı formdaki aroma

maddelerinin proses sırasında dozajlama kolaylığı ve ıslak ürünlerde kolay disperse olması gibi özellikleri olması katı aroma maddelerine kıyasla en önemli tercih sebebi olarak gösterilmektedir. Sıvı aromalar genellikle gıdalarda kullanımına izin verilen taşıyıcılar (alkol, propilen glikol, gliserin veya su) ile istenilen aroma profilinde ve seviyesinde elde edilebilmekte ancak ürün açıldıktan sonraki raf ömrünün kısa olması kullanımını kısıtlayıcı en büyük dezavantajı olarak belirtilmektedir (Bayrak 2006; Gonçalves vd. 2018). Oleoresin ve konsantraları ile bazı meyve suyu konsantraları gibi bazı aromatik maddelerin organik çözügenler ile (aseton, hekzan), klorlanmış hidrokarbonlarla (metilen diklorür) veya süperkritik gazlarla (karbondioksit) ekstrakte edilerek, katı kısmının ayrılıp daha sonra çözügenin uzaklaştırılması ile fiziksel açıdan sıvılardan daha viskoz formda elde edilen yarı akışkan/macunumsu aromaların dozajlama zorluğu sebebi ile gıda endüstrisinde kullanımı da oldukça sınırlı olmaktadır (Bayrak 2006).

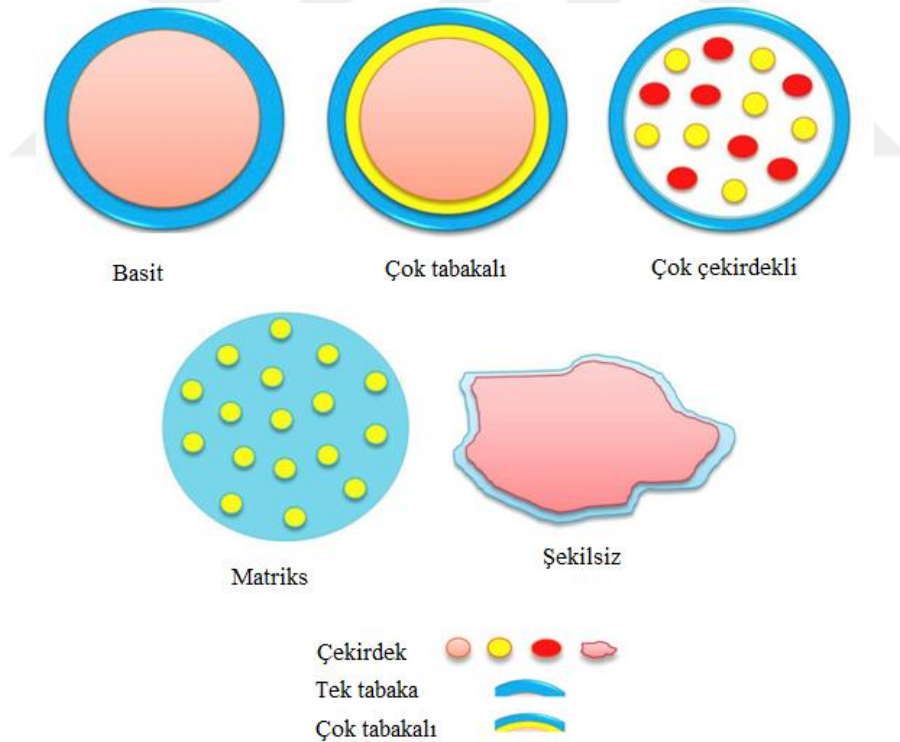
Uluslararası Standartlar Kuruluşu'na (ISO 9235:2013) göre esansiyel yağlar doğal ham maddelerden buhar distilasyon, hidro-distilasyon, kuru distilasyon ve mekanik işlemlerle, doğal ham maddeler ise bitkisel, hayvansal veya mikrobiyolojik kaynaklardan fiziksel, enzimatik veya mikrobiyolojik işlemlerle veya geleneksel yöntemlerle (ekstraksiyon, distilasyon, ısıtma veya fermentasyon) elde edilmektedir (Anonymous 2019b). Özellikle bitkiler aroma maddelerinin esas kaynağı olarak bildirilmekle birlikte aroma maddelerinin bitkilerde oldukça düşük oranlarda bulunması aroma maddelerinin saflaştırılmasını zor ve pahalı hale getirmektedir (Yılmaztekin vd. 2008). Ticari olarak yüksek talep gören aroma maddelerinin üretimi biyoteknolojik, kimyasal ve fizikokimyasal olmak üzere genel olarak üç ana başlık altında toplanmaktadır (Bogacz-Radomska 2008). Biyoteknolojik yolla aroma maddelerinin üretiminde iki yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden birincisi ucuz karbon ve azot kaynakları kullanılarak fermentasyon yöntemi ile üretimi, ikincisi ise spesifik ön bileşenlerin mikroorganizmalar veya enzimler yoluyla aroma bileşenlerine dönüşüm yöntemi olarak ifade edilmektedir. Fizikokimyasal yöntemle aroma maddelerin üretimi ise distilasyon yöntemine dayanmakta olup genellikle bitkilerin kök, yaprak, dal gibi farklı kısımları kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Ayrıca Maillard reaksiyonu sonucunda oluşan kavrulmuş fındık, ekmek, kakao ve kahve aroması da fizikokimyasal reaksiyonlar sonucunda oluşmaktadır. Kimyasal yöntem ile aroma üretimi en kolay ve ekonomik yöntem olarak tanımlanmaktadır. Kimyasal senteze dayanmakta olan bu yöntem, yöndeğişimsiz karışımların ve daha sonra da homojen izomerik formların elde edilmesi prensibine dayanmaktadır (Bogacz-Radomska 2008). Farklı yöntemlerle üretilen aroma maddelerinde esas olarak dikkat edilmesi gereken noktalar; aroma maddesinin işlenmesi sırasındaki stabilitesi, gıda içerisindeki stabilitesi, üretim sırasındaki değişimi ve gıda içerisindeki aroma maddelerinin gıdanın depolanması esnasındaki değişimi olarak bildirilmektedir. Ayrıca sıvı formdaki aroma maddelerinin buharlaşması, gıda matrisi ile reaksiyonları, oksidasyon gibi fiziksel parametreler de aroma materyallerinde dikkat edilmesi gereken noktalar olarak belirtilmektedir (Winkel 2005).

Gıdaların duyuusal özelliğini arttırmak için kullanılan aroma maddeleri gıdaların işlenmesi ve depolama sürecinde azalmakta veya başka maddelere dönüşerek etkinliğini yitirmektedir (Zuidam ve Nedovic 2010). Gıda formülasyonunda önemi oldukça yüksek olan ve çok düşük miktarlarının bile oldukça yüksek maliyeti olan bu hassas bileşenlerin depolama stabilitesinin arttırılması için farklı uygulamalar geliştirilmiştir. Bunlardan

birisi de kapsülleme işlemidir. Katı partiküller, sıvı damlacıklar veya gaz hücrelerin etrafında sürekli, ince bir kaplamanın oluşturulması işlemi olarak tanımlanabilen enkapsülasyon ve kaplama teknolojileri, kuru ve serbest akış özelliğine sahip aroma maddeleri, şifalı bitki ekstraktları, emülgatörler, asitlendiriciler, aminoasitler, renklendiriciler, yenilebilir yağlar, enzimler, mayalama ajanları, mikroorganizmalar, mineraller, tuzlar, şekerler ve vitaminlerin üretimine katkıda bulunmaktadır (Reineccius 2004; Barbosa-Canovas vd. 2005).

2.2. Enkapsülasyon

Enkapsülasyon, hassas bir maddenin veya bir karışımın, koruyucu bir kabuk veya duvar oluşturabilen başka bir maddenin veya karışımın içerisine hapsedilmesi veya tutulması olarak tanımlanmaktadır. Kaplanan materyal için çekirdek, aktif madde, iç faz veya dolgu gibi terimler kullanılmakta iken kaplama materyaline kabuk, duvar, taşıyıcı, kapsülleyici ajan, membran veya kaplama malzemesi denilmektedir. (Gibbs vd. 1999; Madene vd. 2006; Saifullah vd. 2019). Mikrokapsüller basitçe küre şeklinde olup etrafı homojen bir duvar materyali ile kaplıdır (Şekil 2.4). Mikrokapsüllerin görünüşleri, duvar materyalinin kompozisyonuna, çekirdek materyalinin fiziko-kimyasal özelliklerine ve mikrokapsülasyon tekniğine göre değişiklik göstermektedir (Güngör 2013).



Şekil 2.4. Farklı tiplerde mikrokapsüllerin morfolojileri (Güngör 2013)

Mikroenkapsülasyon tekniği ile yapılan çalışmalar basınca duyarlı karbonsuz kopya kağıdı üretilmesine yönelik gerçekleştirilen çalışmalar ile 1950'li yıllarda başlamıştır (Green ve Scheicher 1955). Son yıllarda tüketicilerin fonksiyonel gıdalara yöneliminin artması ile birlikte mikroenkapsülasyon yöntemi gıda sektörü için oldukça önem kazanmış ve bu bağlamda katı-sıvı yağlar, vitaminler, mineraller, renk bileşenleri, enzimler ve aroma bileşenleri ile ilgili çalışmalar hız kazanmıştır (Güngör 2013).

Gıda endüstrisinde mikroenkapsülasyon tekniği (Shahidi ve Han 1993);

- Kaplanan maddenin çevresel etmenlerden (ısı, ışık, oksijen, nem vb.) korunması,
- Maddenin uçuculuğunun engellenerek kaybının önlenmesi,
- Sıvı ürünleri katı forma dönüştürerek taşıma, karıştırma ve depolama kolaylıkları sağlaması,
- Ürünün hedef bölgesinde ayarlanabilir salınımının sağlanması,
- Kaplanacak maddenin tat ve kokusunun maskelenmesi,
- Kaplanan materyalin diğer bileşenler ile reaksiyona girmesinin engellenmesi
- Küçük miktarlarda kullanımı istendiğinde seyreltilebilmesi ve seyreltmenin homojen bir şekilde sağlanması gibi amaçlarla kullanılmaktadır.

Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılacak olan kaplama materyali seçimi işlemin başarısını etkileyen önemli unsur olmakla birlikte, kaplama materyali çekirdek materyalini dış etkilere karşı bariyer görevi görerek korumak, herhangi başka bir bileşenle reaksiyona girmesini engellemekle görevlidir. Bununla birlikte kaplama materyali istenilen çözgünde çözünemeli, çekirdek materyalini çok iyi kaplayarak hem ürünün işlenmesi hem de depolanması sırasında koruyabilme özelliğine sahip olmalıdır. Aynı zamanda istenilen koşullarda çekirdek materyalinin salınımını kolaylaştırırken, düşük maliyetli, tatsız ve temini kolay olmalıdır. Ancak bütün bu özelliklerin tek bir materyal ile sağlanması oldukça güç olduğu için farklı kaplama materyallerinin bir arada kullanılması önerilmektedir (Koç vd. 2010). Çizelge 2.2'de gıda saflığında ve tüketilebilir formdaki karbonhidratların (maltodekstrin, modifiye nişasta, kitozan), proteinlerin (jelatin, süt proteini, peynir altı suyu proteini) ve gamların (arabik gam, sodyum aljinat) gıda bileşenlerinin kapsülasyonundaki kullanım amaçları verilmiştir (Madene vd. 2006).

Çizelge 2.2. Aroma enkapsülasyonunda kullanılan duvar materyallerinin karakteristikleri

Duvar materyali	Kullanım amacı
Maltodekstrin (DE<20)	Kabuk oluşumu
Modifiye nişasta	Emülgatör
Arabik gam	Emülgatör ve kabuk oluşumu
Modifiye selüloz	Kabuk oluşumu
Jelatin	Emülgatör ve kabuk oluşumu
Siklodekstrin	Kapsülleyici ve emülgatör

Maltodekstrin, modifiye nişasta ve mısır şurubu gibi karbonhidratlar taşıyıcı madde veya duvar materyali olarak sıklıkla kullanılan, ucuz, yüksek konsantrasyonlarda düşük viskozite gösteren, yüksek çözünürlüğe sahip, oksidasyona duyarlı maddelerdir. Küresel ve pürüzsüz mikrokapsül oluşumunu sağlamalarının yanı sıra gıdalarda da yaygın olarak kullanılmaları sebebi ile duvar materyali olarak sıklıkla kullanılmaktadır. Ancak emülsifiye edici özelliklerinin düşük olması sebebi ile tek başlarına kullanımlarından ziyade proteinlerle birlikte kullanılmaktadır. Nişasta türevi olan maltodekstrinler genellikle buğday, patates veya mısır nişastasının enzimatik veya asit hidrolizi yoluyla elde edilmektedir. Kontrollü olan hidroliz işlemi sonunda, son üründe bulunması istenen oranlarda glukoz (dekstroz), maltoz, maltotrioz, oligosakkarit ve polisakkarit birimleri elde edilmektedir. Maltodekstrinler ile glukoz şuruplarını birbirinden ayırt etmek için indirgen gücün bir ölçüsü olan ve hidrolizat kuru maddesinde bulunan D-glukoz birimlerinin yüzde olarak ifadesi olan dekstroz eşdeğeri (DE) kullanılmaktadır. Buna göre DE değeri 20'den küçük olan nişasta hidrolizatları maltodekstrinler, DE değeri 20'den büyük olanlar ise glukoz şurupları olarak sınıflandırılmaktadır. Farklı DE'ye sahip maltodekstrinlerin çözünürlük, vizkozite gibi fizikokimyasal özellikleri de birbirinden farklı olmaktadır. Soğuk suda çözünebilen maltodekstrinlerin yüksek konsantrasyonlardaki çözeltileri düşük viskoziteye sahip olduklarından, bu bileşikler özellikle püskürterek kurutma ve kapsülleme proseslerinde taşıyıcı madde olarak yaygın şekilde tercih edilmektedir (Madene 2006; Tontul 2011).

Halkalı oligosakkaritler olan siklodekstrinler, endüstriyel olarak üretilen α -(1,4) bağlı glukopiranoz alt birimlerinden oluşmuş, kristal, suda çözünebilir, indirgen olmayan, bakteriyel enzimle modifiye edilmiş nişasta türevleridir (Szente ve Szejtli 2004). Siklodekstrinlerin gıda endüstrisinde pek çok kullanım alanı bulunmakla birlikte, özellikle aroma ve renk maddelerinin, vitaminlerin ve doymamış yağların kapsüllemesi, ayrıca gıdaların duyu ve besleyici özelliklerinin artırılması için kullanılmaktadır. Diğer kapsülleme ajanlarıyla karşılaştırıldığında β -siklodekstrinin aroma salınımını ve kalitesini daha iyi koruduğu bildirilmiştir (Singh vd. 2002, Szente ve Szejtli, 2004).

Bitki salgısı olan arabik gam suda son derece iyi çözünebilmesi ($\geq$ %50) nedeniyle diğer doğal gam maddelerinden ayrılmaktadır. Heteropolimer olan arabik gamın yapısı lineer ve dallanmış halde bulunan galaktoz, arabinoz, ramnoz ve glukuronik asit birimlerinden oluşmaktadır. Arabik gam gıdalarda özellikle aroma sabitleyici, köpük stabilizatörü, bağlayıcı, emülgatör ve stabilizatör olarak kullanılmaktadır (Burdock 2001). Düşük vizkoziteye sahip olması ve koruyucu kolloid özelliği ile arabik gam oldukça etkili bir kapsülleme yardımcı maddesidir. Arabik gam geniş bir pH aralığında pek çok farklı yağ ile stabil emülsiyonlar oluşturmaktadır. Arabik gam diğer pek çok gam maddesi, nişasta, karbonhidrat ve proteinle birlikte kullanılmasına olanak sağlayan özelliklere sahiptir.

Modifiye nişastalar, yapısına lipofilik süksinik asit eklenerek emülsifiye edici özellik kazandırılmış hidrolize nişastalardır. FDA ve AB tarafından onaylanan modifikasyon işleminde 1-oktenil süksinik anhidrit seviyesi maksimum %3 ile sınırlandırılmış olup, sulu alkali ortamda granüler nişastanın jelatinizasyon sıcaklığının altında oktenil bağlanmış süksinik asit ile türevlendirilmesi, jelatinizasyon ile nişasta esterlerine çözünürlük sağlayarak çözelti vizkozitesi düşürülmesi ve inceltme adı verilen işlemle degrade edilmesi ile üç aşamada hazırlanmaktadır (Tontul 2011). Modifiye nişastalar, yapışkanlık, bağlama, kaplama, toparlama, emülsiyon stabilizasyonu,

jelleşme, şeffaflık, nem tutma, stabilizasyon ve kıvam artırıcılık gibi özelliklerinden dolayı gıdalarda sıklıkla kullanılmaktadır (Karaoğlu ve Kotancılar 1998). Capsul, N-lock, Hicap 100 gibi değişik modifiye nişastalar aroma maddelerinin ve yağların mikroenkapsülasyonunda kullanılmak üzere geliştirilmiş olsa da yüksek maliyeti alternatif maddelere yönelime sebep olmaktadır.

Mikroenkapsülasyon işleminde kullanılan bir diğer taşıyıcı madde grubu proteinlerdir. Özellikle jelatin, peynir altı suyu proteinleri ve kazeinler; farklı kimyasal grupları, amfilik özellikleri, büyük molekül ağırlıkları, moleküler zincir esnekliği gibi özelliklerin yanı sıra çözünürlük, viskozite, emülsifikasyon ve film oluşturma gibi teknolojik özellikleri sebebi ile gıda endüstrisinde kaplama materyali olarak sıklıkla kullanılmaktadır (Madene vd. 2006). Ancak proteinlerin taşıyıcı olarak kullanılmasında pH, iyonik kuvvet ve sıcaklık gibi faktörler engel oluşturmaktadır (Shahidi ve Han 1993). Jelatin, kollajenin hidroliz ürünü olup koaservasyon metodunda yaygın olarak kullanılmaktadır. Özellikle uçucu aroma bileşenleri ile karışınca duvar oluşturma özelliği gösteren, suda çözünür bir madde olması sebebi ile jelatin ile oluşturulan kapsüller yiyeceklerde kullanılan bir duvar materyalidir.

Aljinat, kahverengi deniz algleri tarafından üretilen anyonik bir biyopolimerdir. Sahip olduğu biyoyuumluluk, biyobozunurluk, toksik olmayan, mukoz yapışma özellikleri ile jelasyon ve film oluşturma gibi özellikleri sayesinde nanokapsüllerin hazırlanmasında kullanılmaktadır. Aljinat, 1,4-glikozidik bağlarla birleştirilmiş α -L-guluronik asit (G) ve β -D mannuronik asit (M) kalıntılarının doğrusal zincirlerinden oluşan bir heteropolisakkarittir. Aljinik asit, sınırlı dayanıklılığa sahip olduğu için sodyum, potasyum, magnezyum ve kalsiyum aljinat tuzları şeklinde ticari aljinatlara dönüştürülmektedir. Sıcaklığa oldukça dayanıklı olan aljinat jellerinden, sıcaklık uygulaması ile dönüşümsüz jel oluşturma özelliği sebebi ile özellikle pastacılıkta erimeye karşı dayanıklılığı arttırmak amacıyla yararlanılmaktadır (Şener 2009). Mikrobiyal hücrelerin kapsülasyonunda yaygın olarak kullanılan aljinatlar, son yıllarda renk maddeleri, vitaminler ve aromaların kapsülasyonunda da sıklıkla kullanılmaktadır. Yapılan çalışmalar aljinat kapsüllerinin 4 °C'de uzun süreli depoda iyi bir fiziksel stabiliteye sahip olduğunu göstermiştir.

2.3. Enkapsülasyon Yöntemleri

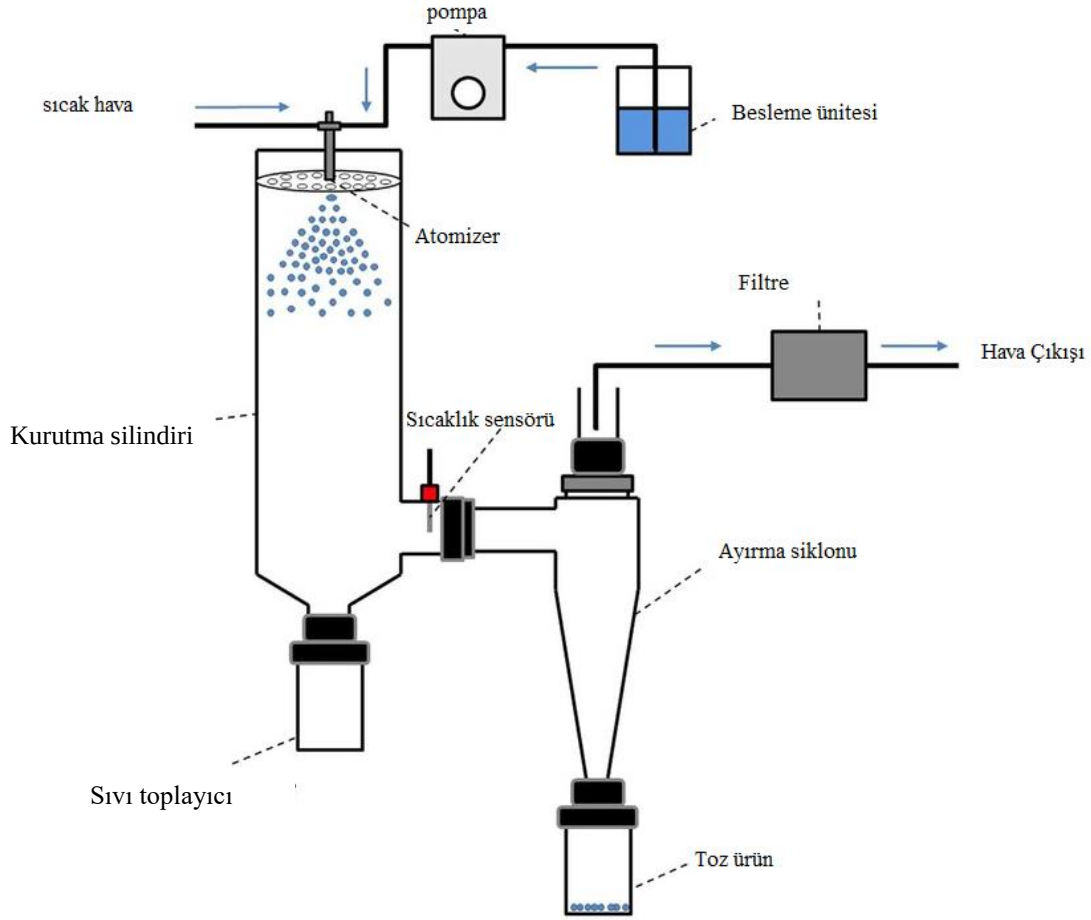
Enkapsülasyon, hassas gıda bileşenlerini korumak, aroma kayıplarını azaltmak ve lezzet maddelerinin birbiriyle istenmeyen etkileşimlere girmesini önlemek amacıyla gıda, ilaç, kozmetik gibi endüstrilerde yaygın şekilde uygulanmaktadır. Enkapsülasyon yöntemleri, püskürterek kurutma, püskürterek soğutma veya dondurma, ekstrüzyon kaplama, akışkan yatakta kaplama, lipozoma hapsedme, koaservasyon ve santrifüjlü ekstrüzyon şeklinde sınıflandırılmaktadır ve farklı yöntemlerin Çizelge 2.3'te gıda endüstrisindeki bazı kullanım amaçları verilmiştir (Madene vd. 2006).

Çizelge 2.3. Farklı enkapsülasyon yöntemlerinin gıda endüstrisinde kullanım amaçları (Madene vd. 2006)

Yöntem	Enkapsülasyon yöntemi	Elde edilen ürünün formu	Uygulama alanları
Fiziksel	Püskürtmeli kurutma	Toz	Şekerleme, süt tozu, hazır tatlılar, gıda aromaları, hazır içecekler
	Dondurarak kurutma	Toz	Gıda aromaları, hazır içecekler
	Püskürterek soğutma	Toz	Hazır yemekler, dondurma, buz
	Akışkan yatakta kurutma	Toz / granül	Hazır yemekler, şekerlemeler
	Ekstrüzyon	Toz / granül	Hızlı çözünür içecekler, çaylar, şekerlemeler
Kimyasal	Aljinat kürecikleri	Granül	Pastacılık, içecekler, probiyotik ürünler
	Koaservasyon	Macun / toz / kapsül	Sakız, diş macunu, unlu mamüller
	Lipozom tutuklama	Toz / kapsül	Şekerleme, süt tozu, hazır tatlılar, gıda aromaları, hazır içecekler

Gıda endüstrisinde aroma maddelerinin kapsülasyonunda bu teknikler içinde en yaygın olarak kullanılanı püskürterek kurutma yöntemidir. Sürekli üretim olanağı, ekipman kullanımının kolaylığı, düşük maliyet, geniş taşıyıcı madde seçimi, uçucu bileşenlerin iyi tutulması ve son ürün stabilitesi bu yöntemin en çok tercih edilme nedenleridir (Re 1998; Jimenez vd. 2004; Rodriguez-Huezo vd. 2004).

Püskürterek kurutma yöntemiyle kapsülleme işleminde ilk basamak, kapsüllenecek ürünün gerekli ise ön konsantrasyonunun hazırlanması ile kapsülleme materyalinin seçilmesidir. Daha sonra su içinde çözündürülerek hazırlanan duvar materyalinin içerisine kapsüllenecek olan materyal (aroma, renk maddesi, yağ vb) eklenerek emülsiyon oluşturulmaktadır. Emülsiyon hazırlama esnasında, homojenizasyon yoluyla partikül büyüklüğü ortalama 1 µm olan su içinde yağ emülsiyonu oluşturulmaktadır. Elde edilen emülsiyon daha sonra atomize edilerek püskürterek kurutucuya beslenmektedir. Atomizasyon işlemi hava ile atomize edilmiş sıvı parçacıkların arasındaki ısı ve kütle transferini maksimum düzeyde sağlamaktadır. Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan eş yönlü hava akımına sahip püskürtmeli kurutucularda ürünün tipi ve vizkozitesi önemli bir parametredir. Atomize edilen sıvı parçacıklar kurutulacak ürünün özelliğine bağlı olarak seçilen sıcaklıklardaki sıcak hava ile (150-220°) karşılaşarak ani bir evaporasyon oluşmakta ve toz haline gelen ürün ıslak termometre sıcaklığında (50-80 C°) kalmaktadır (Kargel 2000, Jafari 2008, Tontul 2011). Şekil 2.5’de püskürtmeli kurutucunun temel bölümleri verilmiştir (Peng vd. 2017).



Şekil 2.5. Püskürterek kurutma sistemi (Peng vd. 2017)

Püskürterek kurutmada kapsüllenecek olan aroma damlacıklarının, küresel partiküllerin katı çeperleri içinde hapsedilmesi amaçlanmaktadır. Bu işlem, asıl çözünen madde belli bir konsantrasyonun üzerinde iken, uçucu bileşiklerin partikül yüzeyine kadar yeterince hareket edemeyeceği ve atmosfere salınamayacağı teorisi üzerine kurulmuştur. Bu nedenle püskürterek kurutma esnasında su ortamdan uzaklaşırken, taşıyıcı madde yüzeyde konsantre olmakta ve yüzeyde ileri derecede aroma kaybını önlemek üzere etkili bir sızdırmazlık oluşturmaktadır (Bhandari ve Howes 1999; Zeller vd. 1999; Kargel 2000). Püskürterek kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin boyutu 0.2-5000 μm arasında değişmekte olup, kullanılan kapsülleme materyaline ve hazırlanma prosedürüne bağlı olarak mikrokapsüller çok farklı şekilde oluşabilmektedir (Krishnan vd. 2005).

Karpuz suyunun püskürtmeli kurutucuda toz haline getirildiği bir çalışmada karpuz suyu farklı oranlarda maltodekstrin ile emülsifiye edilerek farklı giriş sıcaklıklarında kurutulmuştur (Quek vd. 2007). Elde edilen karpuz tozlarında nem miktarı, çözünürlük, su aktivitesi, renk, likopen ve β -karoten miktarı analizleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda giriş sıcaklığının yükselmesi ile elde edilen toz ürünün nem ve çözünürlük değerlerinin azaldığı, su aktivitesinin ise değişmediği bildirilmiştir.

Aroma maddelerinin enkapsülasyonunda kullanılan bir diğer yöntem olan dondurarak kurutma metodu ise donmuş sıvı, yarı katı veya katı gıdalardaki suyun düşük basınç altında sublimasyonla uzaklaştırılması işlemi olarak tanımlanmaktadır (Cohen ve Yang 1995; Sadıkoğlu ve Özdemir 2003; Boss vd. 2004). Dondurarak kurutmada, oksidasyon ve diğer kimyasal yollarla üründe meydana gelebilecek bozulmalar büyük oranda engellenirken, işlemin çok düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi sonucu ürünün yapı, tekstür, görünüş ve tat-koku gibi özelliklerinde yüksek sıcaklıktan kaynaklanan olumsuzluklar önlenmektedir (Barbosa-Canovas ve Vega-Mercado 1996; Saldamlı ve Saldamlı 2004). Dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen kapsüller toz formda olmaktadır.

Dondurarak kurutma işlemi, dondurma aşaması, birinci kurutma periyodu ve ikinci kurutma periyodu olmak üzere üç safhadan meydana gelmektedir. Dondurma aşaması, işlemin ilk evresini oluşturmaktadır ve proses için çok önemlidir. Bu yöntemle kurutulacak olan madde sistemleri (jel, süspansiyon, sıvı çözeltiler veya katı gıdalar) donma sıcaklıklarının altında bir sıcaklığa kadar soğutulmaktadır. Özellikle dondurarak kurutulacak gıda akışkan bir gıda ise, o çözeltinin denge fazı diyagramındaki ötektik noktasının daha altındaki bir sıcaklığa kadar soğutulması gerekmektedir. Böylece madde kristal hale gelmektedir. Birçok durumda donma işleminin sonunda, başlangıçta sistemde bulunan suyun %65-90'ı donmuş, geri kalan %10-35 oranındaki su ise bağlı su (donmamış su) olarak bulunmaktadır. Dondurarak kurutma işlemi sırasında oluşan kurutulmuş tabakadaki gözeneklerin boyutu, gözeneklerin dağılımı ve gözeneklerin birbirleriyle olan ilişkileri dondurma işlemi sırasında oluşan buz kristallerine son derece bağlıdır. Eğer buz kristalleri küçük ve birbirleriyle olan bağları az ise kurutulmuş tabakadaki su buharının taşınımı sınırlı olmaktadır. Diğer yandan büyük ve homojen dağılmış buz kristalleri oluşursa kurutulmuş tabakadaki su buharının taşınımı daha hızlı olacaktır ve madde daha hızlı kuruyacaktır. Sonuç olarak, dondurma metodu, dondurma hızı, çözeltinin içinde bulunduğu kabın şekli ve çözeltinin içeriği dondurarak kurutma işlemi için çok önemlidir. Çünkü bunlar kurutma hızını ve kurutulmuş ürünün kalitesini direkt olarak etkilemektedir.

Birinci kurutma periyodunda, donmuş haldeki çözücü süblimasyonla uzaklaştırıldığı için kurutulacak maddenin bulunduğu sistemin (dondurarak kurutucu) basıncı donmuş çözücünün buhar basıncına yakın veya daha az olması gerekmektedir. Kurutulacak madde içerisindeki tüm donmuş tabaka kuruduğunda birinci kurutma periyodu tamamlanmış olmaktadır. İkinci kurutma periyodu, kurutulacak maddenin içinde bulunan bağlı suyu (donmamış su) uzaklaştırmayı içermekte olup, birinci kurutma periyodunun bitmesinden hemen sonra başlamakta ve desorbe olmuş bağlı su buharı kurutulmuş tabakanın gözeneklerinden taşınarak maddeden uzaklaştırılmaktadır (Barbosa-Canovas ve Vega Mercado 1996; Sadıkoğlu ve Özdemir 2003; Boss vd. 2004; Oetjen ve Haseley 2004; Egawa vd. 2005; Abdelwahed vd. 2006).

Nitekim bu yöntemle kurutulan ürünlerin kalitesine, diğer hiçbir yöntemle ulaşamadığı bildirilmektedir (Ratti 2001, Saldamlı ve Saldamlı 2004). Buradaki en önemli faktör olan yapısal sertlik, süblimasyonun meydana geldiği yüzeyin donmuş olmasından ileri gelmektedir. Dondurularak kurutulan ürünlerde iç bölgelerden yüzeye doğru madde taşınımı olmamaktadır. Ürünün boyutlarında çok fazla bir değişme olmamasından dolayı, ilk biçimi genel olarak korunmaktadır. Kurutma sırasında yüzeyler arasında herhangi bir kuvvet olmadığından, bu yöntemle yüksek derecede dağılma

kabiliyeti olan, homojen ve yüksek reaksiyon gücüne sahip toz ürünler elde edilebilmektedir. Dondurarak kurutulmuş ürünler rehidre edildikleri zaman tümüyle veya çok az bir kayıpla orijinal konumlarına dönüşebilmektedir (Sadıkoğlu ve Özdemir 2003; Oetjen ve Haseley 2004; Saldamlı ve Saldamlı 2004; Lewicki 2006).

Dondurarak kurutma yöntemi, sahip olduğu avantajlara rağmen gıdaların kurutulması için kısmen pahalı bir yöntemdir (Ratti 2001). Bunun nedeni, kurutma hızının çok düşük olması ve çok yüksek oranda enerji kullanılmasını gerektiren vakum işlemidir. Ayrıca bu yöntemle kurutulan ürünün oldukça gözenekli olması hızla nem ve oksijen bağlamasını kolaylaştırmaktadır. Bu da dondurularak kurutulmuş ürünlerin özel ambalajlarda korunmasını gerektirmektedir (Cemeroğlu ve Özkan 2004; Saldamlı ve Saldamlı 2004).

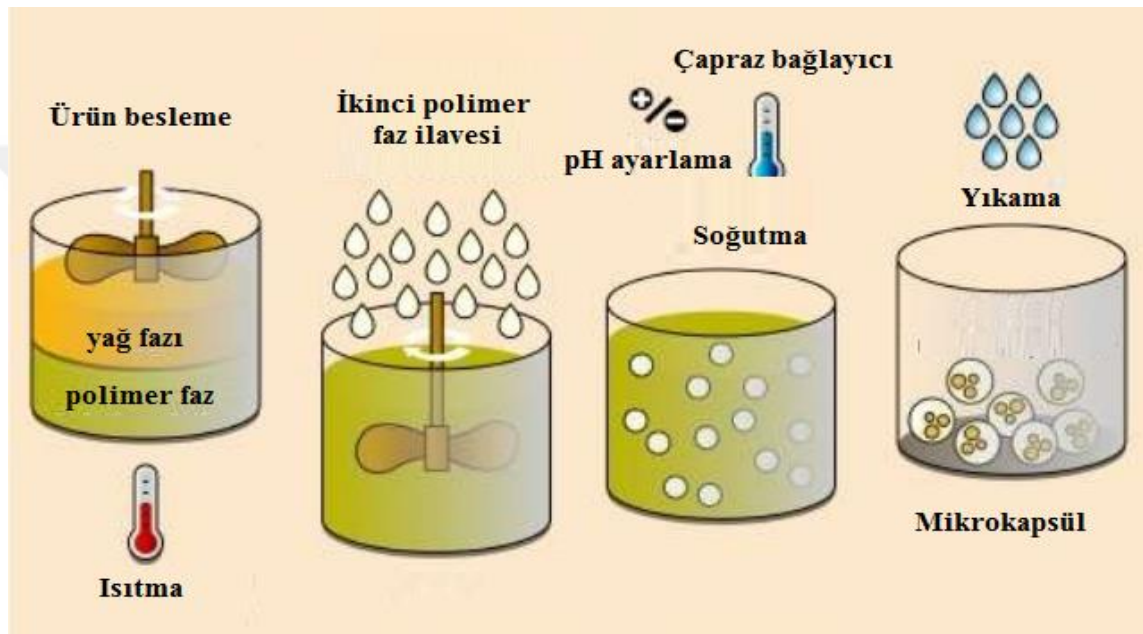
Koaservasyon, basınca duyarlı karbonsuz kopya kağıdı üretimine yönelik çalışmalar (Green ve Scheicer 1955) ile bilinen en eski kapsülasyon yöntemlerinden biri olup, temeli faz ayırımına dayanmaktadır. Polimerce zengin faz (koaservant) ve zayıf polimerik faz (koaservasyon ortam) içerisinde homojen polimer çözeltisinin kısmi olarak çözünmesi olarak tanımlanan koaservasyon yöntemi basit ve kompleks koaservasyon olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Basit koaservasyonda tek tip polimer kullanılmakta ve çözücü madde faz ayırımı için ilave edilmekte iken kompleks koaservasyonda zıt yüklü iki veya daha fazla polimer kullanılmaktadır ve gıda endüstrisinde genellikle bu metot kullanılmaktadır (Gibbs vd. 1999; Koç vd. 2010; Dias vd. 2015).

Gıda endüstrisinde aromaların, probiyotiklerin, prebiyotiklerin, antioksidanların, vitamin ve minerallerin, peptitlerin kapsüllenmesinde kullanılan koaservasyon metodu, farklı depolama şartlarında (ışık, oksijen, nem ve sıcaklık) ürünlerin raf ömrünü arttırmak, gıda prosesinde alternatif işlemlerin kullanım olanağı sağlamak, kapsüllenen ürünü maskelemek ve salınımını kontrol altına almak gibi avantajlar da sağlamaktadır (Yan ve Zhang 2014).

Kompleks koaservasyon işlemi emülsifikasyon, koaservasyon ve kabuk oluşumu ve/veya sertleşme olmak üzere üç temel adımdan oluşmaktadır. Gıda sanayinde yaygın olarak kullanılan püskürtmeli kurutma metodu ile kıyaslandığında kabuk oluşumu ve/veya sertleşme basamakları ile ilave işlem gerektirmekte olan koaservasyon yönteminde bu basamaklar işlemin uzun, karmaşık ve pahalı bir teknik olmasına sebep olmaktadır. Ancak bununla birlikte organik çözücü ya da yüksek sıcaklık gerektirmemesi, %99'luk çekirdek yükleme verimliliği, yüksek kabuk bütünlüğü gibi avantajları ile hassas ve değerli bileşenlerin korunmasında çok daha başarılı sonuçlara ulaşıldığı yapılan çalışmalarda bildirilmiştir (Yan ve Zhang 2014).

Koaservasyon, kaplama materyalinin yapısı, çekirdek materyalinin karakteristik özellikleri (molekül ağırlığı, yük yoğunluğu vb), bileşimi, toplam katı yüzdesi gibi faktörlerin yanı sıra sulu faz, basınç, sıcaklık, pH, iyonik kuvvet gibi birçok faktörden etkilenmektedir. Kapsülasyon sonucu elde edilen mikrokapsüllerin morfolojisi ve büyüklüğünü ise karıştırma ve soğutma hızı, polimer konsantrasyonları, kapsüllenen maddenin oranı, homojenizasyon işleminin etkinliği gibi parametreler etkilemektedir. Yapılan çalışmalarda genel olarak kaplanacak ürün miktarı azaldıkça mikrokapsüllerin boyutunun arttığı bildirilmiştir (Silva vd. 2011; Dordevic vd. 2014; Lopes vd. 2016)

Koaservasyon işleminin ilk aşamasında iki farklı polimer sulu bir çözelti içerisinde, genellikle proteinin jelleşme noktasının üzerindeki bir sıcaklıkta ve pH'da emülsifiye edilmekte ve daha sonra karşıt yüklü polimerler arasındaki çekici elektrostatik etkileşimin sonucunda iki farklı faz (çözünmeyen zengin polimer faz ve her iki polimerden yoksun sulu faz) oluşumu gerçekleşmektedir. Böylece polimer açısından zengin fazın jelleşme sıcaklığının altında kontrollü bir sıcaklık düşüşü ile indüklenen malzemenin damlacıkların etrafına birikmesi ile duvar oluşumu meydana gelmektedir. Son aşamada ise sert mikrokapsüller elde edebilmek amacı ile çapraz bir bağlayıcı ilave edilerek duvar materyalinin sertleşmesi sağlanmaktadır (Asbahani vd. 2015; Lopes vd. 2016). Şekil 2.6'da koaservasyon yöntemiyle mikrokapsül üretimi şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.6. Koaservasyon yöntemi (Lopes vd. 2016)

Mikrokapsüllerin üretiminde birçok polimer kullanılabilir. Eczacılık, kozmetik ve tarım ilaçları ile kıyaslandığında bu sektörler gıda endüstrisinde olduğu kadar önemli kısıtlamalara ve sıkı düzenlemelere gerek duymazken, aynı zamanda düşük fiyat marjı sebebi ile gıda endüstrisinde duvar materyallerinin seçimi genellikle zor olmaktadır. Hem gıda ürünlerinde kullanım sıklığının fazla olması hem de maliyetinin diğer materyallere göre düşük olması sebebi ile genellikle proteinler ve polisakkaritler en yaygın kullanılan duvar materyalleridir. Proteinlerin kaplama materyali olarak seçiminde maliyetin yanı sıra en önemli husus izoelektrik noktadır. Çünkü kompleks koaservasyonda itici güç, elektrostatik etkileşimdir. Proteinlerin elektriksel karakteristiklerinin, izoelektrik noktanın üstünde pozitif, izoelektrik noktada nötr, altında ise düşük olması, potansiyel yük değişiminin pH ile değişimi ile izah edilmektedir. Proteinler izoelektrik noktada nötr olmasına rağmen yüzeylerinde pozitif ve negatif yüklere sahiptir. Böylece itici ve çekici elektrostatik etkileşimleri oluşturmaktadırlar. Koaservasyon ile mikrokapsül oluşumunda duvar materyali olarak farklı proteinler (kazein, soya proteini, peynir altı suyu proteini vb) kullanılsa da en yaygın kullanıldığı bildirilen protein olan jelatin, arabik gam, agar, pektin, glukon gibi polisakkaritler ile de

çift oluşturma yanısıra yüksek emülsiyon ve jelleşme kapasitesi, çapraz bağlayıcı özellikler göstermektedir. Koaservasyon metodunda kullanılan bir diğer polimer grubu olan polisakkaritler ise tek tip monosakarit içeren homopolisakaritler ile farklı monosakarit türlerinden oluşan heterosakkaritler olarak sınıflandırılmaktadır. Polisakkaritler polimer zincirinin uzunluğuna, glikoz birimlerinin sayısına, sırasına ve bağlanma türüne göre farklılık göstermekte olup bu farklılıklar, moleküler ağırlık, dallanma derecesi, yapı, esneklik ve elektrik yükü gibi moleküler özelliklerde farklılıklara; bu farklılıklar da çözünürlük, kalınlaşma, jelleşme, su tutma kapasitesi, yüzey aktivitesi, emülsifikasyon ve sindirilebilirlik gibi fonksiyonel özelliklerin değişmesine yol açmaktadır. Koaservasyon ile mikrokapsülasyonda, proteinler gibi polisakkaritlerin de izoelektrik noktası dikkat edilmesi gereken bir husustur. Aljinat, karragenan, ksantan gam ve arabik gam gibi bazı polisakkaritler anyonik özellikte iken, kitosan katyonik özellik göstermektedir. Anyonik polisakkaritler, pKa değerlerinin altındaki pH değerlerinde nötr olma eğiliminde olmalarına rağmen, katyonik polisakkaritler, pKa değerlerinin üstündeki pH değerlerinde nötr olma eğilimi göstermektedir. Arabik gam, yüksek çözünürlük, düşük viskozite ve yüksek yüzey aktivitesi nedeniyle en çok kullanılan polisakkaritlerden biri olup, esas olarak Afrika kıtasında üretilmekte ve Acacia türlerinin ağaçlarından elde edilmektedir. Yaklaşık %2 protein içeren bir heteropolisakarit olan arabik gam, kimyasal olarak 1,6-bağlantılı galaktopiranoz birimlerinin dalları ile 1,3-bağlanmış β -D-galaktopiranoz omurgasından oluşmaktadır. Şeker birimlerinin yaklaşık %20'si karboksil grubu içerir ve içerdiği bu karboksil grupları nedeniyle pH 2.2'nin üzerinde negatif yük taşıyan zayıf bir polielektrolit olarak bildirilmektedir (Yan ve Zhang 2014).

Gıdaların enkapsülasyonunda kullanılan bir diğer metot aljinat kürecikleridir. Aljinat kürecikleri yönteminde kullanılan aljinatlar genel olarak kahverengi deniz yosunundan elde edilmekte ve yüksek biyoyumluluk, jel ve film oluşturma kapasitesi gibi özellikleri sayesinde kapsüllerin hazırlanmasında sıklıkla kullanılan bir polimerdir (Gouin 2004). Aljinat, α -L-guluronik asit ve β -D-mannuronik asidin bir araya gelmesiyle oluşmaktadır (Goh vd. 2012). Aljinik asit, aljinatların üretiminin dayanıklılığı düşük olan bir ara üründür ve genellikle sodyum, potasyum, amonyum, kalsiyum aljinat tuzları şeklinde ticari aljinatlara dönüştürülerek üretilmektedir. Na, K ve Mg tuzları suda iyi çözünmekte iken suda daha kolay çözünme özelliğine sahip olması nedeniyle CaCl_2 , aljinatın jelatinizasyonunda en sık kullanılan tuz olarak belirtilmektedir (Şener 2009; Ergin 2019). İki değerli katyonların aljinatın yapısında bulunan guluronik asit bloklarına bağlanması ile “yumurta kutusu” adı verilen yapı meydana gelmekte ve su içerisinde serbest hale gelen Ca^{+2} iyonlarının hidrojel parçacıkları oluşturmak için aljinatın guluronat birimlerine çapraz bağlanmaktadır (Leong vd. 2016; Ergin 2019).

Aljinat kürecikleri yönteminde, aljinatın kalsiyum katyonunun varlığında termal olarak stabil olan ve biyoyumluluğu yüksek boncuklar oluşturulmaktadır. Ca-aljinat tanecikleri, mikrobiyal hücrelerin, enzimlerin, hormonların, yağların, bitkisel ekstraktların ve aroma maddelerinin kapsüllemesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Ca-aljinat küreciklerinin kapsülasyon etkinliği; kapsül büyüklüğü, kapsüllerin şekli, kütle taşıma özellikleri, biyoyumluluğu, şişme kapasitesi, çözünürlük, yüzey morfolojisi ile ve mekanik ve kimyasal stabilitesi vb gibi faktörlerin etkili olduğu bildirilmekte (Lee vd. 2013) ve bu faktörler Çizelge 2.1’de özetlenmiştir.

Çizelge 2.4. Aljinat kürecikleri yöntemine etki eden faktörler (Lee vd. 2013)

İşlem parametreleri	Büyüklik	Şekil
Aljinatın molekül ağırlığı	-	+
Aljinat çözeltisinin yoğunluğu	+	+
Aljinat çözeltisinin yüzey gerilimi	++	++
Aljinat çözeltisinin viskozitesi	+	++
CaCl ₂ çözeltisinin konsantrasyonu	++	++
CaCl ₂ çözeltisinin viskozitesi	+	++
Damlama ucunun çapı	++	++
Damlama mesafesi	+	++
CaCl ₂ çözeltisinin karıştırma hızı	+	++
CaCl ₂ çözeltisinin sıcaklığı	+	+
Boncukların depolama şartları	++	+

++ Major etki, +minör etki, - etkisiz

Aljinat kürecikleri yönteminde boncuk boyutunun küçük olması difüzyon sınırlaması nedeni ile kapsülasyonun verimini ve performansını arttırmaktadır. Boncukların küreselliği ise mekanik ve kimyasal stabilite üzerine oldukça etkilidir. Küresel olmayan boncukların küresel boncuklara göre mukavemetinin az olduğu bildirilmiştir (Hamad vd. 1999; Lee vd. 2013). Gözyaşı şeklindeki (kuyruklu) ve küresel olmayan boncuklarda kırılma ve çatlama meydana gelerek kapsülün açıldığı bununla birlikte küresel boncukların eczacılık, gıda ve yem ürünleri için estetik kaliteyi de arttırdığı belirtilmektedir (Woo vd. 2007).

Aljinat damlacıkları belirli bir hacme ulaştıktan sonra damlaya uygulanan yerçekimi kuvveti ya da uygulanan dış kuvvetler etkisi ile ayrılmaktadır. Aljinat çözeltisinin fiziksel özelliklerinden ve *Ohnesorge* (*Oh*) sayısından bağımsız olarak, damlacıkların düşme mesafesinin artması ile boncukların şekilleri gözyaşı (kuyruklu), yumurta ve küresel olmak üzere üç farklı şekilde gözlenmektedir. *Ohnesorge* sayısı aşağıdaki eşitlikte (2.1) ifade edilmekte olup, η aljinat çözeltisinin viskozitesini, ρ aljinat çözeltisinin yoğunluğunu, d_d aljinat çözeltisinin damlacık boyutunu, γ aljinat çözeltisinin yüzey gerilimini ifade etmektedir.

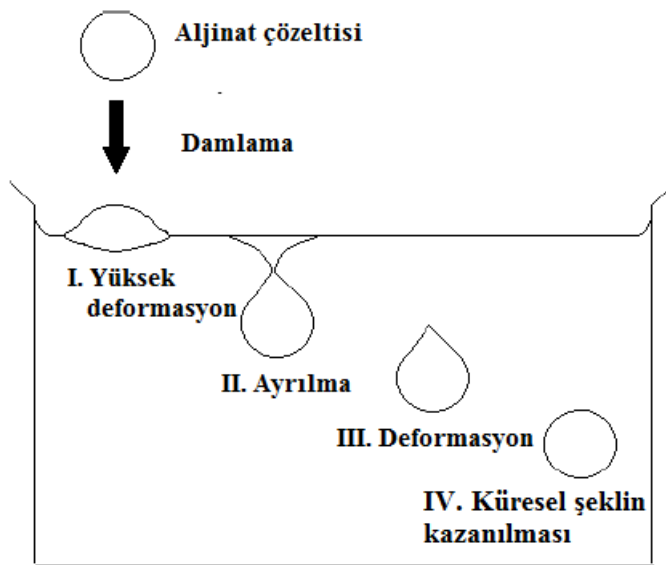
$$Oh = \eta / (\rho d_d \gamma)^{1/2} \quad (2.1)$$

Reynold sayısı (*Re*) aşağıdaki eşitlikle (2.2) ifade edilmekte olup, μ aljinat çözeltisinin damlacık hızını ifade etmektedir.

$$Re = d_d \rho \mu / \eta \quad (2.2)$$

Aljinat çözeltisinin sabit bir *Oh* sayısında akış hızı (veya *Re*) arttıkça damlacıkların ayrılma mekanizması damlamadan püskürtmeye geçtiği, yine aljinat çözeltisinin damlama ya da püskürtme şekilleri arasındaki geçiş sınırının, aljinat çözeltisinin viskozitesine (veya *Oh*) bağlı olduğu bildirilmektedir (Lee vd. 2013). Kritik *Oh* noktasının altında gözyaşı veya armut şeklindeki Ca-aljinat kürecikleri sırasıyla kısa ve uzun damlama mesafesinde oluşmaktadır. Kritik *Oh* noktasının üzerinde ise damlama mesafesinin artması ile gözyaşı, küresel ve yumurta şeklinde damlacıklar oluşmaktadır.

Genel olarak ifade edilecek olursa aljinat damlacıklarının jelasyon çözeltisine damlama noktasındaki d/dk kuvvetinin damlacığın şekli üzerinde önemli bir etkisi bulunmaktadır. Aljinat çözeltisi jelasyon banyosuna çarptığında en güçlü deformasyona uğramaktadır. Aljinat damlacığının Oh değeri kritik noktanın altında ise sadece düzleşmiş bir boncuk oluşabilmektedir. En güçlü deformasyona uğradıktan sonra jelasyon banyosunun yüzeyinde damlacığın sıvı-hava yüzeyinden ayrıldığı minimum bir kopma meydana gelmektedir. Yüzey gerilim kuvveti ve jelleşme özelliği ile damlacık daha sonra tekrar deforma olmakta ve en sonunda damlacık veya boncuk küresel şeklini yeniden kazanmaktadır. Sonuç olarak damlacık veya boncuğun küresel şeklini yeniden kazanma kabiliyeti yüzey gerilimine ve fiziksel özelliklerine bağlı olmaktadır (Lee vd. 2013). Şekil 2.7 'de aljinat çözeltisinin jelasyon banyosuna damlatıldığı andaki deformasyonu şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.7. Aljinat damlacığının jelasyon banyosu arayüzündeki etkisi ve deformasyonu

Aljinat damlacıklarının damlama mesafesinin aljinat kürecikleri üzerinde önemli bir etkisi bulunmaktadır. Genel olarak kısa damlama mesafesi kısa kuyruklu küreciklerin oluşumuna yol açarken, uzun mesafelerde elde edilen küreciklerin deformasyona uğradığı gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin ise uzun mesafelerde deformasyona uğrayan aljinat küreciklerinin jelasyon banyosunda sertleşmeden önce yeniden küresel forma dönme zamanının artması olarak bildirilmiştir. Damlama mesafesi ve aljinat çözeltisinin vizkozitesinin aljinat küreciklerinin şekli üzerine etkisi Şekil 2.8'de verilmiştir. Gözyaşı şeklinde kürecikler altta yuvarlaktır ve üst kısmı bir kuyruk ile daralmaktadır. Armut şeklinde kürecikler altta yuvarlak olup, üste doğru daralmakta ancak kuyruk oluşumu gözlenmemektedir. Yumurta şeklinde kürecikler yumurtaya benzemekte iken, asimmetrik şekilde kürecikler yatay ve dikey ekseninde küresel şekilden uzaktır. Küresel formda ise kürecikler yatay ve dikey yüzeyde kesiti bir daireye yaklaşmaktadır (Lee vd. 2013).

Damlama mesafesi, x	Aljinat çözeltisinin viskozitesi		
	$\eta < 150 \text{ cP s}$	$150 \text{ cP s} < \eta < 5000 \text{ cP s}$	$\eta > 5000 \text{ cP s}$
$x < 3 \text{ cm}$	 Gözyaşı	 Gözyaşı	 Gözyaşı
$3 \text{ cm} < x < 270 \text{ cm}$	 Armut		
	 Armut	 Küresel	 Gözyaşı
$x > 270 \text{ cm}$	 Asimetrik		
	 Asimetrik	 Yumurta	 Küresel
		 Asimetrik	 Yumurta

Şekil 2.8. Damlama mesafesinin ve aljinat çözeltisinin viskozitesinin aljinat küreciklerinin boyutu üzerine etkisi (Lee vd. 2013)

Yapılan bilimsel araştırmalar doğrultusunda aljinat kürecikleri yönteminin daha çok mikrobiyal hücrelerin enkapsülasyonunda yaygın olarak kullanıldığı gözlenmiştir. Yoğurтта ve yapay gastrointestinal koşullarda probiyotik bakterilerin canlılık düzeylerini olumlu yönde etkilediği belirtilen çalışmalar, yine aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsüle edilmiş bifidobakterilerin mayonezde canlılık oranlarının daha iyi olduğunu bildiren farklı çalışmalar literatürde mevcuttur (Khalida vd. 2000; Khalil ve Mansour 1998). Aroma maddelerinin kapsüllenmesinde ise aljinat kürecikleri ile yapılan çalışmalar oldukça sınırlı olup, D-limonen (Lević vd. 2014) ve frambuaz (Belščak-Cvitanović vd. 2011) ekstraktının enkapsülasyonun yapıldığı az sayıda çalışmaya rastlanılmıştır.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Tez kapsamında kullanılan doğal sıvı aroma maddeleri (çilek, karpuz ve muz) Aromsa Besin Aroma ve Katkı Maddeleri Sanayi Ticaret A.Ş. (Gebze, Kocaeli) firmasından 1 L'lik ambalajlarda temin edilmiştir. Aroma maddelerinin enkapsülasyon koşullarının optimize edilmesi aşamasında her bir yöntem için ayrı aromalar kullanılmış olup, bu amaçla püskürterek kurutma yönteminde çilek aroması, aljinat kürecikleri yönteminde muz aroması, koaservasyon yönteminde ise karpuz aroması denemeye alınmıştır. Her bir işlemin optimum şartları tek bir aroma kullanılarak yapılırken, çilek, karpuz ve muz aromalarının hepsi bütün yöntemlerle üretilerek depolama çalışmaları yapılmıştır. Enkapsülasyon işleminde kaplama materyali olarak kullanılan maltodekstin, Nutriose çözünür lif, Cleargum modifiye nişasta "Roquette Frères" (Lestrem, Fransa) firmasından temin edilmiştir. Enkapsülasyon işlemlerinde ve elde edilen kapsüllerde yapılan analizlerde kullanılan kimyasallar analitik saflıkta Sigma-Aldrich (Darmstadt, Almanya) veya Merck (Darmstadt, Almanya) firmalarından temin edilmiştir.

3.2. Metot

3.2.1. Püskürterek kurutma yöntemi ile aroma maddelerinin enkapsülasyonu

3.2.1.1. Emülsiyon şartlarının belirlenmesi

Püskürterek kurutma işlem şartlarının optimizasyonunda çilek aroması kullanılmıştır. Püskürterek kurutmada kullanılacak olan uygun taşıyıcı madde/aroma karışımı şartlarının belirlenmesi amacıyla taşıyıcı maddelerin (maltodekstrin, arabik gam, β -siklodekstrin, çözünülebilir lif ve modifiye nişasta) konsantrasyonu literatür araştırması doğrultusunda için 25 g kurumadde/100 mL su ve 30 g kurumadde/100 mL su olmak üzere iki farklı oranda çözelti hazırlanmıştır. Yapılan ön denemelerde bu çözeltilere kurumadde miktarının ağırlıkça %5'i, %10'u ve %15'i kadar aroma maddesi eklenmiş ve karışım oluşturma şartlarının belirlenmesi amacıyla bu karışımlar homojenizatör yardımı ile (Ultraturrax T25 Basic Staufen, Almanya) farklı devirlerde (15000-17000-19000 d/dk) 5 dakika süreyle homojenize edilmiştir. Takiben bu karışımlar 190 °C sıcaklıkta, 450-600 mL/sa besleme hızı ve 25-30 m³/sa aspirasyon hızlarında kurutulmuştur. Kurutma sonrası elde edilen toz aroma mikrokapsülleri GC-MS cihazında analiz edilmiş ve analiz sonuçları değerlendirildiğinde karışım oluşturma şartlarının aşağıdaki gibi olmasına karar verilmiştir:

- Taşıyıcı madde oranı: 25 g KM / 100 mL su
- Kuru maddenin ağırlıkça %10'u kadar aroma materyali
- İşlem şartları: 17000 d/dk hızda 5 dakika karıştırma

3.2.1.2. Püskürterek kurutma işleminin optimizasyonu

Hazırlanan karışımların enkapsülasyon işlemi mini püskürtmeli kurutucuda (Büchi Mini Spray Dryer B-290, Flawil, İsviçre) gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.1). Kurutma işlemlerinde besleme hızı, çıkış sıcaklığı ve aspirasyon hızı sabit tutularak, besleme çıkış sıcaklığı 75-80 °C ve aspirasyon hızı %70 olarak çalışmalar yapılmıştır.



Şekil 3.1. Püskürterek kurutma ünitesi

Püskürterek kurutma işlem şartları Design Expert 10 paket programı karışım desenine (combined optimal mixture design) göre belirlenmiştir. Deneme desenine göre aroma mikrokapsülleri üretiminde püskürtmeli kurutucu giriş sıcaklığı ve taşıyıcı maddelerin karışım oranlarının etkisi araştırılmıştır (Çizelge 3.1). Deneme desenindeki bağımsız değişkenler için belirlenen en düşük ve en yüksek değerler aroma maddeleri ile yapılan ön denemeler ve yapılan diğer bilimsel araştırmaların sonucunda belirlenmiştir. İşlem koşullarının optimizasyonu için cevap olarak kurutma verimi, çözünürlük ve aroma salınımı-kazanımı değerleri kullanılmıştır.

Çizelge 3.1. Karışım desenine göre belirlenen taşıyıcı madde karışım oranları (%) ve giriş sıcaklıkları (°C)

No	Giriş sıcaklığı (°C)	Maltodekstrin (%)	Arabik Gam (%)	Çözünür lif (%)	Modifiye nişasta (%)	β-Siklodekstrin (%)
1	190	0.00	0.00	0.00	25.00	1
2	190	12.75	0.00	12.25	0.00	1
3	190	0.00	12.75	12.25	0.00	1
4	170	0.00	23.70	1.30	0.00	0
5	190	0.00	0.00	12.42	12.58	0
6	130	0.00	12.55	0.00	12.45	1
7	190	0.00	0.00	0.00	25.00	0
8	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0
9	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0
10	190	12.35	12.65	0.00	0.00	1
11	150	0.00	0.00	25.00	0.00	1
12	130	0.00	25.00	0.00	0.00	1
13	130	12.30	0.00	12.70	0.00	0
14	190	25.00	0.00	0.00	0.00	1
15	130	0.00	0.00	12.51	12.49	1
16	190	12.09	0.00	0.00	12.91	1
17	170	0.00	0.00	0.00	25.00	0
18	190	12.67	12.33	0.00	0.00	0
19	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0
20	130	25.00	0.00	0.00	0.00	0

Devamı arkada

Çizelge 3.1'in devamı

No	Giriş sıcaklığı	Maltodekstrin	Arabik Gam	Çözünür lif	Modifiye nişasta	β-siklodekstrin
21	190	0.00	0.00	25.00	0.00	0
22	190	0.00	12.19	0.00	12.81	0
23	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0
24	130	0.00	0.00	0.00	25.00	1
25	170	2.50	11.29	11.21	0.00	1
26	130	12.23	0.00	0.00	12.77	1
27	190	12.31	0.00	12.69	0.00	0
28	130	0.00	12.58	0.00	12.42	0
29	130	0.00	12.45	12.55	0.00	1
30	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0
31	130	11.56	0.00	0.00	13.44	0
32	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0
33	130	0.00	0.00	12.35	12.65	0
34	150	25.00	0.00	0.00	0.00	0
35	150	3.34	15.77	2.71	3.18	1
36	190	0.00	0.00	25.00	0.00	1
37	190	0.00	0.00	12.75	12.25	1
38	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1
39	130	0.00	0.00	25.00	0.00	1
40	130	0.00	0.00	25.00	0.00	0
41	150	0.00	25.00	0.00	0.00	0
42	190	0.00	25.00	0.00	0.00	1
43	130	12.60	0.00	12.40	0.00	1
44	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0
45	170	0.00	12.63	0.00	12.37	1
46	190	0.00	25.00	0.00	0.00	0
47	190	12.81	0.00	0.00	12.19	0
48	130	25.00	0.00	0.00	0.00	1
49	190	0.00	12.34	12.66	0.00	0
50	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1
51	170	16.33	0.15	3.97	4.55	1
52	130	0.00	0.00	0.00	25.00	0
53	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0
54	130	0.00	12.59	12.41	0.00	0
55	190	0.00	12.48	0.00	12.52	1
56	190	25.00	0.00	0.00	0.00	0
57	130	0.00	25.00	0.00	0.00	0
58	150	0.00	12.25	12.75	0.00	0
59	130	13.03	11.97	0.00	0.00	0
60	130	12.32	12.68	0.00	0.00	1

Toz formda elde edilen aroma mikrokapsülleri, bekletilmeden hem toz hemde suda çözündürülerek GC-MS cihazında aroma analizi gerçekleştirilmiştir. Aroma mikrokapsülleri diğer fiziksel analizler yapılana kadar -20 °C’de muhafaza edilmiştir.

3.2.2. Dondurarak kurutma yöntemi ile aroma maddelerinin mikroenkapsülasyonu

3.2.2.1. Karışım şartlarının belirlenmesi

Dondurarak kurutma işleminde, püskürterek kurutma yönteminin optimizasyonu sonucunda elde edilen optimum karışım şartları kullanılmıştır. Bu doğrultuda arabik gam, modifiye nişasta, çözünür lif ve β -siklodekstrinden oluşan duvar materyallerine kuru maddenin %10’u kadar aroma maddesi ilave edilerek 17000 d/d hızda 5 dakika homojenizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir.

3.2.2.2. Dondurarak kurutma işlemi

Hazırlanan karışımlar 6 saat süre ile öncelikli olarak -80°C’deki dondurucuda bekletilmiş daha sonra dondurarak kurutucuda (OPERON FDU&FDB, Kore) -70 °C’deki serpantin sıcaklığı ve 40 mmHg mutlak basınçta kurutulmuştur.

3.2.3. Aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsülasyon işleminin optimizasyonu

Aroma maddelerinin aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsülasyonunda ekstrüzyon yöntemi kullanılmıştır. Aroma kapsüllerinin oluşturulması sırasında aljinat çözeltisinin damlatılması için şırınga pompası (Thermo Fisher Syringe Fusion 100, Massachusetts, ABD) ve şırınga (500 μ l, 22 G, Thermo Syringe, Massachusetts, ABD) kullanılmıştır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. Aljinat kürecikleri yöntemi ile kapsül üretimi ve optimizasyonu

Enkapsülasyonun optimizasyonunda Design Expert 10 paket programı cevap yüzey metodu (optimal custom design) kullanılmıştır. Bu yöntem ile aroma maddelerinin enkapsülasyonuna ve elde edilen kapsüllerin boyutuna farklı konsantrasyonlardaki aljinat ve kalsiyum çözeltilerinin etkileri ile, aljinat çözeltisinin damlama hızı, damlama

yüksekliği, yönü ve kalsiyum çözeltisinin karıştırma hızının etkileri tespit edilmiştir (Çizelge 3.2).

Çizelge 3.2. Cevap yüzey metoduna göre aljinat kürecikleri yöntemi optimizasyon koşulları

No	Aljinat Konsantrasyonu	CaCl ₂ Konsantrasyonu	Karıştırma hızı	Yükseklik	Akış Hızı	Akış Yönü
1	1	1	500	1	20000	Yatay
2	1.5	3	750	10	100000	Dikey
3	2	3	250	5	5000	Dikey
4	1.5	2	250	10	50000	Dikey
5	2	1	750	1	100000	Yatay
6	1.5	1	500	10	20000	Yatay
7	1	3	750	5	100000	Yatay
8	2	1	250	10	5000	Yatay
9	1.5	1	500	5	50000	Dikey
10	2	3	500	1	100000	Dikey
11	1.5	2	750	10	50000	Yatay
12	1	1	750	10	5000	Dikey
13	1.5	2	250	10	50000	Dikey
14	1	3	250	5	100000	Dikey
15	2	1	750	5	50000	Dikey
16	1	1	250	1	5000	Dikey
17	1.5	1	500	5	50000	Dikey
18	1	3	250	10	20000	Yatay
19	1.5	1	250	5	100000	Yatay
20	2	3	750	5	5000	Yatay
21	1.5	3	250	1	20000	Yatay
22	1	2	500	10	100000	Yatay
23	1.5	2	500	5	5000	Yatay
24	2	2	750	5	100000	Dikey
25	2	1	750	10	100000	Dikey
26	2	2	500	10	5000	Dikey
27	2	3	250	10	100000	Yatay
28	1.5	2	500	5	5000	Yatay
29	1	2	750	1	100000	Dikey
30	2	2	750	1	5000	Dikey
31	1	3	500	5	20000	Dikey
32	1.5	3	500	10	20000	Dikey
33	2	3	750	10	50000	Dikey
34	2	2	250	5	50000	Yatay
35	2	1	250	1	100000	Dikey
36	1.5	2	750	10	50000	Yatay
37	2	2	250	5	50000	Yatay

İşlem koşullarının optimizasyonu için cevap olarak; elde edilen kapsüllerin şekil faktörü ve küresellik değerleri ile aroma salınımı-kazanımı değerleri kullanılmıştır. Aljinat çözeltisinin konsantrasyonu yapılan literatür taraması doğrultusunda ön denemeler ile belirlenmiştir. Yapılan ön denemelerde %0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ve 3.0'lük aljinat çözeltileri hazırlanmış ve bu çözeltiler ile kapsülasyon denemeleri gerçekleştirilmiştir. Bu çözeltilerin viskoziteleri sırası ile 116.8, 380, 1020, 2268 ve 11600 cP olarak ölçülmüştür. Viskozitesi en düşük olan %0.5'lik aljinat çözeltisi ve yüksek olan %3'lük aljinat çözeltisi ile yapılan denemelerde aroma kapsüllerinin oluşmadığı gözlenmiş ve deneme deseni %1, %1.5 ve %2'lik aljinat çözeltileri ile gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla farklı konsantrasyonlarda hazırlanan aljinat çözeltilerine %10'luk aroma maddesi eklenmiş ve 15000 d/d hızda 5 dakika ultraturaks ile homojenizasyon yapılmıştır. Elde edilen homojen aljinat-aroma karışımı şırınga pompası ile manyetik karıştırıcıda balık yardımı ile karışmakta olan CaCl_2 çözeltisine (deneme deseninde belirtilen konsantrasyonlarda) damlatılmıştır. Oluşan kapsüller yarım saat daha CaCl_2 çözeltisinde bekletildikten sonra saf suya alınmış ve kapsüllerin sertleşmesi için aynı karıştırma hızında bekletilmiştir. Saf sudan süzülen kapsüller, kurutma kağıdında 10 dakika kurutulduktan sonra kapsüllerde GC-MS ile aroma analizi yapılmış ayrıca mikroskop ile kapsüllerin büyüklük ve şekilleri belirlenmiştir.

3.2.3.1. Sodyum aljinat çözeltilerinin viskozite değerlerinin belirlenmesi

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilecek kapsüllerin üretiminde sınır koşullarının belirlenebilmesi amacıyla viskozite değerleri Brookfield DV3T (ABD) viskozimetresi kullanılarak ölçülmüştür. Viskozimetre ölçümleri 25 °C'de H03 prop ile gerçekleştirilmiştir.

3.2.4. Koaservasyon metodu ile aroma maddelerinin mikroenkapsülasyonu

3.2.4.1. Karışım şartlarının belirlenmesi

Koaservasyon yöntemi ile aroma mikrokapsüllerinin oluşturulması sırasında arabik gam ve jelatin çözeltileri ayrı ayrı saf su ile çözündürülerek hazırlanmıştır. Hazırlanan polimer çözeltilerinin %10'u kadar aroma maddesi eklenerek 15000 d/d hızda 5 dakika ultraturaks yardımı ile homojen hale getirilmiştir.

3.2.4.2. Koaservasyon yönteminin optimizasyonu

Aroma maddelerinin koaservasyon yöntemi ile mikroenkapsülasyonu, de Conto vd. (2013)'nin kullandığı yöntemin modifiye edilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Mikroenkapsülasyonun optimizasyonunda Design Expert 10 paket programı cevap yüzey metodu (Box-Behnken) kullanılmıştır (Çizelge 3.3).

Koaservasyon metodunda kullanılacak olan karışımların pH'sı 4'e ayarlanarak 45°C'de, 10 dakika, 400 d/dk' da karıştırılmıştır. 10 dakika sonunda karışımın pH'sı 6.1'e ayarlanarak transglutaminaz (TG) enzimi ilave edilmiş ve sıcaklığı 15°C'ye düşürülmüştür. Elde edilen mikrokapsüller 15°C'de deneme deseninde belirtilen sürelerde bekletilmiş, süre sonunda saf su ile yıkanmış, süzölmüş ve toz forma dönüştürmek için dondurarak kurutucuda kurutulmuştur. İşlem koşullarının

optimizasyonu için cevap olarak elde edilen mikrokapsüllerin aroma salınımı-kazanımı değerleri kullanılmıştır.

Çizelge 3.3. Cevap yüzey metoduna göre koaservasyon metodu optimizasyon koşulları

No	Süre (saat)	Enzim Konsantrasyonu (UA/g)	Polimer oranı (%)
1	18	22.5	3
2	12	30	3
3	18	15	1
4	24	15	3
5	24	30	3
6	18	22.5	3
7	24	22.5	5
8	18	22.5	3
9	18	22.5	3
10	24	22.5	1
11	18	30	1
12	12	22.5	1
13	18	15	5
14	12	15	3
15	12	22.5	5
16	18	30	5

3.2.5. Aroma kapsüllerinin depolanması

Her yöntemin optimum şartlarında enkapsüle edilmiş olan çilek, karpuz ve muz aroması kapsülleri 4 ve 25°C’lerde 2 ay süre ile depolanmış ve depolamanın 0., 15., 30. ve 60. günlerinde püskürterek kurutma, dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleri ile elde edilen örneklerde aroma salınımı/kazanımı, partikül boyutu, yığın yoğunluğu, nem miktarı ve su aktivitesi analizleri; aljnat kürecikleri yöntemi ile elde edilen örneklerde ise aroma analizi yapılmıştır. Kontrol olarak hiçbir işlem uygulanmamış olan sıvı çilek, karpuz ve muz aromaları da depolanarak örneklerde depolama süresi boyunca aroma analizleri yapılmıştır. Örnekler amber renkli, vidalı GC-MS viallerinde depolanmıştır.

3.2.6. Aroma kapsüllerinde yapılan analizler

3.2.6.1. Nem ve su aktivitesi

Elde edilen mikrokapsüllerin nem miktarı, hızlı nem tayini cihazı ile (Kern, DBS-60, Almanya) belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin su aktivitesi (a_w) değeri ise su aktivitesi tayin cihazı (AquaLab, 4TE, ABD) ile oda sıcaklığında ($25 \pm 1^\circ\text{C}$) ölçülmüştür.

3.2.6.2. Mikroenkapsülasyon verimi

Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aromalarının verim değerleri, son ürün miktarının beslenen karışımdaki kuru madde miktarına oranlanarak hesaplanmıştır (Eşitlik 3.1)

$$MV = \frac{\dot{U}M}{KM} * 100 \quad (3.1)$$

MV: Mikroenkapsülasyon verimi (%)

ÜM: Ürün miktarı (g)

KM: Karışımdaki kurumadde miktarı (g)

3.2.6.3. Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu

Aroma mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu 10 mL'lik ölçülü silindire içerisinde hava boşluğu kalmayacak şekilde, herhangi bir basınç uygulamaksızın doldurulup 2 g tartıldıktan sonra kütle/hacim oranından hesaplanmıştır (Bhandari vd. 1992; Koç 2015). Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ise 2 g toz örneğin tartıldığı silindirik kabın 20 defa (toz ürünlerin arasında oluşan boşlukların kaybolması için) manuel olarak sert bir zemine vurulup sıkıştırıldıktan sonraki hacim okunarak yine kütle/hacim oranından hesaplanmıştır (Beristan vd. 2001). Yığın yoğunluğu (ρ_b) ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (ρ_t) sonuçları kg/m^3 olarak verilmiştir

3.2.6.4. Toz aroma mikrokapsüllerinin parçacık boyutu dağılımı

Aroma mikrokapsüllerinin parçacık boyutu analizleri lazer ışığı kırınım prensibi ile çalışan parçacık boyut analiz cihazının sıvı modülü (Malvern, Mastersize 2000, wet dispersion unit, Birleşik Krallık) kullanılarak yapılmıştır. Ölçümler için yaklaşık 0.5-1 g mikrokapsül, çözgen olarak ise propanol kullanılmıştır. Sonuçlar $D_{[4,3]}$ [yüzey ağırlıklı ortalama (YAO)], $D_{[3,2]}$ [hacim ağırlıklı ortalama (HAO)], D_{10} , D_{50} ve D_{90} değerleri üzerinden verilmiştir.

3.2.6.5. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen aroma kapsüllerinin boyutlarının ve morfolojik özelliklerinin belirlenmesi

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen aroma kapsüllerinin boyut ve morfolojisinin belirlenmesinde stereo-mikroskop (Stemi 2000-C, Zeiss, Almanya) ve AxioCamERc5 kamera (Stemi 2000-C, Zeiss, Göttingen, Germany) kullanılmıştır. Kapsüllerin boyut ölçümleri Zeiss (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Almanya) programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edile aljinat küreciklerin şekillerinin tanımlanmasında, küreselliğe ne kadar yakın olduğunun tanımlanabilmesi için şekil faktörü (SF) ve küresellik değeri (KD) verileri hesaplanmıştır. Şekil faktörünün hesaplanmasında Eşitlik 3.2, küreselliğin hesaplanmasında ise Eşitlik 3.3 kullanılmıştır (Lee vd. 2013).

$$SF = \frac{4\pi A}{p^2} \quad (3.2)$$

$$KD = \frac{D_{max} - D_{min}}{D_{max} + D_{min}} \quad (3.3)$$

A=Alan

P= çevre

D_{max}=Merkezden geçen maksimum çap (mm)

D_{min}=Merkezden geçen minumum çap (mm)

3.2.6.6. Toz aroma mikrokapsüllerinin çözünürlük analizi

Toz aroma mikrokapsüllerinin çözünürlük analizinde Cano-Chauca vd. (2005)'nin uyguladığı yöntem modifiye edilmiştir. Bu doğrultuda 0.50±0.001g örnek tartılarak üzerine 50 mL su ilave edilmiş ve 5 dakika 600 d/dk'de manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Süre sonunda elde edilen çözelti tüplere alınarak 3000 g'de 5 dakika santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrası üstte kalan fazdan 25 mL darası alınan petrilere aktarılarak 70 °C'de sabit tartıma gelene kadar bekletilmiş ve çözünürlük (%) ağırlık farkından hesaplanmıştır.

3.2.7. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi

Optimum şartlar kullanılarak üretilen aroma kapsüllerinin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi amacı ile SEM analizi yapılmıştır. Analizler Akdeniz Üniversitesi Tıp Fakültesi Elektron Mikroskop Görüntü Analiz Ünitesinde gerçekleştirilmiştir. Örnekler, 10 nm Au/Pd tabakasıyla kaplandıktan sonra Zeiss LEO 1430 model SEM (Almanya) cihazında görüntülenmiştir. Toz kapsüllerin analizleri doğrudan tartılarak gerçekleştirilmişken, aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüller hem sıcak hava da hem de dondurarak kurutucuda kurutulduktan sonra analizler gerçekleştirilmiştir.

3.2.8. Mikrokapsüllerin diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi

Kapsüllerin termal özellikleri DSC cihazı (Perkin Elmer DSC 6000) kullanılarak Akdeniz Üniversitesi Gıda Güvenliği ve Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir. Toz örnekler doğrudan aliminyum kaplar içerisine tartılırken, aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen mikrokapsüller sıcak havada kurutulduktan sonra aliminyum kaplar içerisine tartılmış ve hermetik olarak kapatılmıştır. Analiz 20-250°C sıcakları arasında 10 °C/dk sıcaklık artış hızında yapılmıştır.

3.2.9. Mikrokapsüllerde aroma analizi

Aroma mikrokapsüllerinin analizine GC-MS (QP2010-Plus, Shimadzu, Kyoto, Japonya) cihazı kullanılarak başlanmıştır. Ancak cihazın arızalanıp kullanılamaz hale gelmesi üzerine analizlere GC-MS (QP2010-Ultra, Shimadzu, Kyoto, Japonya) cihazıyla devam edilmiştir. Aynı doğrultuda aroma mikrokapsüllerinin GC-MS'e enjeksiyonunda SPME yöntemi AOC-5000Auto Sampler ünitesi (Shimadzu, Kyoto, Japonya) ile uygulanmış, otomatik örnekleyicinin bozulması sebebi ile analizlere HS metodu ile manuel olarak devam edilmiştir. Cihazın değişmesi üzerine de analizler SPME metodu AOC-5000Auto Sampler -Plus ünitesi (Shimadzu, Kyoto, Japonya) ile yapılmıştır. Analizler için amber renkli 20 mL'lik viallere 0.1 g aroma mikrokapsülleri tartılmıştır. Mikrokapsüllerin aroma salınımını belirlemek için analizler hem toz örneklerde (mikrokapsüllerin aromaları salıp salmadığının belirlenmesi amacı ile) hem de toz örneklerin uygun çözücülerde çözündürülerek mikrokapsül içerisindeki aromaların ne kadar korunduğu ve çözüldükten aromaları salıp salmadığının belirlenmesi amacı ile) aroma analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler sonucunda elde edilen veriler üzerinde

cevap olarak toz örnekte aromalar üzerine etkili olan aroma aktif bileşenlerin %alan cinsinden değeri ile çözünmüş örnekte aromadan sorumlu bileşenlerin %alan cinsinden değeri ile aromaların aroma aktif bileşenlerin alan cinsinden değerleri incelenmiştir.

Örneklerin uçucu bileşenlerinin tanımlanmasında tutunma indeksleri (Kovats'Index) C₇-C₂₄ alkan standardının her metotta ayrı şartlarda yürütülmesi ile cihaz yazılımı (GC-MS solution 5.60) kullanılmıştır. Uçucu aroma bileşenlerinin tanımlanmasında ayrıca kütle spektrumlarının cihaz yazılımında bulunan Wiley 10 ve NIST 02 kütüphaneleriyle alıkonma indeksleri bilimsel araştırma verileri ile karşılaştırılarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.9.1. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin SPME/GC-MS ile aroma analizi

Çilek aroması içeren mikrokapsüllerin uçucu bileşenleri GC-MS (QP2010-Plus, Shimadzu, Kyoto, Japonya) kullanılarak 100µ PDMS fiber ile SPME metoduna göre yapılmıştır. SPME ve GC-MS'te kullanılan analiz koşulları Çizelge 3.4'te verilmiştir.

Çizelge 3.4. Çilek aromasında kullanılan SPME/GC-MS'deki analiz koşulları

SPME koşulları	İnkübasyon sıcaklığı	40 °C
	Ekstraksiyon süresi	15dak
	Karıştırıcı hızı	250 d/dk (5 s açık, 2 s kapalı)
	Desorpsiyon süresi	10 dak
GC-MS koşulları	Kolon	TRB5-MS (30 m x 0.25 mm x 0.25 µm)
	Fırın sıcaklık programı	40 °C'de 5 d bekleme, 4 °C/dk artışla 100 °C'ye yükselme ve bu sıcaklıkta 3 dk bekleme, 10 °C/dk artışla 200 °C'ye yükselme ve bu sıcaklıkta 3 dk bekleme
	Dedektör sıcaklığı	275 °C
	Taşıyıcı gaz	He (1.78 mL/dk)
	Enjeksiyon sıcaklığı	200°C
	İyon kaynağı sıcaklığı	200°C
	Enjeksiyon modu	Split (20)
	İyonlaştırıcı kaynak	El, uyarılma (excitation) enerjisi 70 eV
	Kütle aralığı	m/z= 30-500
	Tarama hızı	1000 kütle/s

Püskürterek kurutma metodu ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin değerlendirilmesinde mikrokapsüllerin toz formunda ve su içerisinde çözünmüş formda çilekte yer alan ve çileğe tatlı, meyvemsi, taze, dutumsu, kırmızı meyvemsi hoş kokular veren ve literatürde de çilek aromasının başlıca bileşenleri olarak bildirilen bileşenler ile yine literatürde çileğin aroma aktif bileşenleri olarak tanımlanan başlıca bileşenlerin alan cinsinden sonuçları kullanılmıştır. Çilek aromasının değerlendirilmesinde kullanılan bileşenler ve bileşenlerin literatürde yapılan tanımlamaları Çizelge 3.5'te verilmiştir (Forney vd. 2000; Jeti vd. 2007; Galmarini vd. 2011; Pizzoni vd. 2015; Anonim).

Çizelge 3.5. Literatürde çilek aromasında tanımlanan aroma bileşenleri

Bileşen	Aroma tanımlaması
1-Hekzanol	Meyvemsi, tatlı, yeşilimsi kokul
2-Hekzanol	Meyvemsi, tatlı, muz,
2-Hekzen-1-ol, asetat	Meyvemsi, elma, armut, ekşi
3-Hekzen-1-ol	Tatlı yeşil, hafif meyveli
3-Hekzen-1-ol, asetat	Meyvemsi, muz, elma, armut, tropik
Etil bütanat*	Meyveli, çilek, elma kayısı, muz erik
Etil 2-metilbütanat*	Meyveli, taze, meyve, üzüm, ananas, çilek
Etil 3-metilbütanat*	mango ve kiraz notaları
Etil hekzanoat*	Tatlı, meyveli, keskin, ananas, çilek, elma
1-Butanol, 3-metil-, asetat*	yeşili portakal
Etil pentanoat*	Tatlı, meyveli, ananas, çilek, yağlı ve yeşil
Hekzil asetat*	muzlu bir nüans
Limonen	Tatlı, çilek, muz, olgun meyve
İzoamil izovalerat*	Meyveli, çilek, tatlı, ananas ve tropikal
Hekzanal propilen glikol asetal	meyveler
2-Propenoik asit, 3-fenil-, metil ester*	Meyveli, yeşil, elma, muz, tatlı
İzobütirik asit	Turunçgil, portakal, taze, tatlı
Benzil benzoat	Tatlı, meyveli, muz, çilek
	Tatlı, meyveli, mumsu, yeşil, ananas
	Tatlı çilek, kiraz
	Tereyağı; çilek
	Balzemik, meyveli, pudralı nüanslar

*Çilek aromasının literatürde belirtilen ve optimizasyonda kullanılan aroma aktif bileşenleri

3.2.9.2. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz mikrokapsüllerinin HS/GC-MS ile aroma analizi

Muz aroması içeren mikrokapsüllerin uçucu bileşenlerinin analizinde GC-MS (QP2010-Plus, Shimadzu, Kyoto, Japonya) kullanılmış, analiz tepe boşluğu (Headspace-HS) metodu ile yapılmıştır. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin GC-MS ile aroma analizlerinin gerçekleşmesi sırasında analizler hem mikrokapsüllerde hem de mikrokapsüllerin açma çözeltisi içerisinde çözündürülmesinden sonra gerçekleştirilmiştir. Aljinat kürecikleri ile elde edilen mikrokapsüllerin açılması için 0.5 g mikrokapsüle, 5 mL sodyum sitrat çözeltisi (50 mM) ilave edilmiş ve 30 dakika 40°C’de bekletilmiş, daha sonra gaz tutucu GC-MS şırıngası (Hamilton, Bonaduz, İsviçre) ile viallerin tepe boşluğundan 5 mL gaz çekilmiş, manuel enjeksiyon ile şırıngadaki gazın 1 mL’si cihaza verilmiştir. GC-MS’te kullanılan analiz koşulları Çizelge 3.6’da verilmiştir.

Çizelge 3.6. Muz aromasında kullanılan HS/GC-MS'teki analiz koşulları

GC-MS koşulları	Kolon	TRB5-MS (30 m x 0.25 mm x 0.25 µm)
	Fırın sıcaklık programı	35 °C'de 5 dk bekleme, 3 °C/dk artışla 80 °C'ye yükselme, 6 °C/dk artışla 230 °C'ye yükselme ve bu sıcaklıkta 5 dk bekleme
	Dedektör sıcaklığı	275 °C
	Taşıyıcı gaz	He (1.85 mL/dk)
	Enjeksiyon sıcaklığı	250°C
	İyon kaynağı sıcaklığı	240°C
	Enjeksiyon miktarı	1000 µL (Head Space)
	Enjeksiyon modu	Split (50)
	İyonlaştırıcı kaynak	El, uyarılma (excitation) enerjisi 70 eV
	Kütle aralığı	m/z= 30-500
	Tarama hızı	1000 kütle/s

Aljinat kürecikleri metodu ile elde edilen muz aromalarının değerlendirilmesinde mikrokapsüllerin açma çözeltisinde bekletildikten sonra muzda yer alan, muza özgü aromalardan sorumlu ve literatürde de muz aromasının başlıca bileşenleri olarak bildirilen bileşenlerin alan cinsinden sonuçları kullanılmıştır. Ayrıca literatürde “muz yağı” olarak bildirilen ve muz aromasında en baskın bileşen olan izoamil asetat, bağımsız değişkenlerin değerlendirilmesinde yine cevap olarak kullanılmıştır. Muz aromasının değerlendirilmesinde kullanılan bileşenler ve bileşenlerin literatürde yapılan tanımlamaları Çizelge 3.7’de verilmiştir (Miranda vd. 2001, Jordan vd. 2001, Mui vd. 2002, Wang vd. 2007, Anonim).

Çizelge 3.7. Muz aromasında literatürde tanımlanan aroma aktif bileşenler

Bileşen	Aroma tanımlaması
Etil bütirat	Meyveli, çilek, elma kayısı, muz, erik,
İzoamil asetat*	Tatlı, meyvemsi, muza özgü
1-Hekzen-3-ol	Muz, çilek, rom
2-Hekzen-1-ol	Elma, armut, muz, şeftali, çilek.
3-Hekzen-1-ol, asetat	Meyvemsi, muz, elma, armut, tropik
2-Metilbütıl asetat	Meyvemsi, tatlı, muz, olgun, tropikal
İzoamil propanoat	Meyvemsi, tatlı, muz, ananas, tropikal
Hekzil asetat	Meyveli, yeşil, elma, muz, tatlı
İzoamil bütirat	Meyvemsi, tatlı, muz, tropikal, kavun, tutti frutti
İzoamil izovalerat	Tatlı, meyveli, muz, çilek

3.2.9.3. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin SPME/GC-MS ile aroma analizi

Karpuz aroması içeren mikrokapsüllerin uçucu bileşenleri GC-MS (QP2010-Ultra, Shimadzu, Kyoto, Japonya) kullanılarak 100µ PDMS fiber ile SPME metoduna göre AOC-5000Auto Sampler -Plus ünitesi (Shimadzu, Kyoto, Japonya) ile gerçekleştirilmiştir. SPME ve GC-MS'te kullanılan analiz koşulları Çizelge 3.6'da verilmiştir.

Çizelge 3.8. Karpuz aromasında kullanılan SPME/GC-MS'teki analiz koşulları

SPME koşulları	İnkübasyon sıcaklığı	40 °C
	Ekstraksiyon süresi	15 dak
	Karıştırıcı hızı	250 d/dk (5 s açık, 2 s kapalı)
	Desorpsiyon süresi	5 dak
GC-MS koşulları	Kolon	TRB5-MS (30 m x 0.25 mm x 0.25 µm) 35 °C'de 3 dk bekleme, 3 °C/dk artışla 180 °C'ye yükselme, 5 °C/dk artışla 240 °C'ye yükselme ve bu sıcaklıkta 2 dk bekleme
	Fırın sıcaklık programı	
	Dedektör sıcaklığı	250 °C
	Taşıyıcı gaz	He (1.89 mL/dk)
	Enjeksiyon sıcaklığı	240°C
	İyon kaynağı sıcaklığı	240°C
	Enjeksiyon modu	Split (20)
	İyonlaştırıcı kaynak	El, uyarılma (excitation) enerjisi 70 eV
	Kütle aralığı	m/z= 30-500
	Tarama hızı	1000 kütle/s

Koaservasyon metodu ile elde edilen karpuz aromalarının değerlendirilmesinde mikrokapsüller saf su içerisinde çözündürüldükten sonra karpuzda yer alan, karpuz özgül aromalardan sorumlu ve literatürde de karpuz aromasının başlıca bileşenleri olarak bildirilen bileşenlerin alan cinsinden sonuçları kullanılmıştır. Karpuz aromasının değerlendirilmesinde kullanılan bileşenler ve bileşenlerin literatürde yapılan tanımlamaları Çizelge 3.9'da verilmiştir (Miranda vd. 2001; Jordan vd. 2001; Mui vd. 2002; Wang vd. 2007; Anonim).

Çizelge 3.9. Karpuz aromasında literatürde tanımlanan aroma aktif bileşenler

Bileşen	Aroma tanımlaması
cis-3-hekzenyl asetat*	Taze, yeşil, tatlı, kavun, meyveli, elma, armut
5-Heptenal, 2,6-dimetil- (melon heptenal)	Meyvemsi, yeşil, tatlı, kavun, karpuz, çiçek
*	
Z-6-Nonenal*	Güçlü, taze, kavun, karpuz, narenciye, salatalık,
E-6-nonenal*	Güçlü, taze, kavun, karpuz, narenciye, salatalık,
6-Nonen-1-ol, asetat*	Kavun, yeşil, tropikal, armut, kivi
Etil bütirat	Meyveli, çilek, elma kayısı, muz, erik,
2-Hekzen-1-ol	Elma, armut, muz, şeftali, çilek.
3-fenil-2-propen-1-yl asetat	Tatlı, hafif balzamik, hafif meyveli, çiçek
1-Hekzil asetat	Yeşil, meyveli, tatlı, taze elma, armut

*Karpuz aromasının literatürde belirtilen ve optimizasyonda kullanılan aroma aktif bileşenleri

3.2.10. Model gıda üretimi ve duyuşal analiz

Farklı yöntemlerle (püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, koaservasyon ve aljinat kürecikleri) optimum koşullarda üretilen aroma kapsülleri model gıdalar içerisinde denenerek panelistlerin beğenisine sunulmuştur. Model gıda olarak günlük hayatta sıklıkla tüketilen kek ve çikolata seçilmiştir. Bu amaçla hiçbir işlem uygulanmamış sıvı aromalar ile dört farklı yöntem ile elde edilmiş aroma mikrokapsülleri ile aynı formülasyonlarda hazırlanan kek ve çikolata örnekleri panelistlere sunularak Şekil 3.3'teki beğeni skalasını doldurmaları istenmiştir.

Tarih					
Değerlendirilen Örnek	Kek / Çikolata				
Duyuşal Özellik	Örnek Kodları				
Görünüm/Renk					
Tekstür (doku)					
Koku/Aroma					
Tat					
Çiğnenebilirlik					
Genel Beğeni					
Hissettiğiniz aromayı nasıl tanımlarsınız? Şiddetini nasıl değerlendirirsiniz?					

Şekil 3.3. Model gıdaların duyuşal analizinde kullanılan beğeni skalası

Panelistlere beğeni skalasının yanı sıra, model gıdaların puanlanmasında yardımcı olması açısından temel duyuşal özelliklerin tanımlamasının olduğu form da sunulmuştur (Şekil 3.4).

Temel Duyusal Özellikler	Puan	Değerlendirilen özelliğin tanımı
Görünüm (renk, parlaklık, yüzey)	5	Pürüzsüz, parlak yüzey; kusursuz renk dağılımı, homojen ve düzgün çikolata yapısı
	4	Pürüzsüz parlak yüzeyden çok hafif azalma; iyi renk dağılımı, homojen ve düzgün çikolata yapısı
	3	Yetersiz parlak yüzey; bozuk renk dağılımı, hava kabarcıkları (az sayıda); önemsiz ambalaj hasarı
	2	Pürüzlü ve/veya mat yüzey; yüzeyde hafif beyazlıklar (şeker ya da yağ çiçeklenmesi); çok sayıda hava kabarcıkları, ambalaj hasarı
	1	Tamamen pürüzlü ve/veya mat yüzey; yüzeyde gri- beyaz lekelerin fazla görülmesi; homojen ve düzgün olmayan renk, ambalaj hasarı
Tekstür (Doku) (yapı, sıklık)	5	İdeal sertlik ve gevreklikte
	4	Sertlik ve gevreklikte azalma; yumuşak yapı
	3	Sertlik ve gevreklik uygunsuz; daha yumuşak yapı
	2	Sertlik ve gevreklik çok az; çok yumuşak yapı
	1	Sertlik ve gevreklik yok; gevşek yapı
Çiğneme ve Diğer Tekstürel Özellikler	5	Çok iyi çiğneme; ağızda homojen eriyen yumuşak yapı, yayılabilir kıvam
	4	Çiğnenebilirlikte azalma; ağızda daha yavaş erime ve yayılabilme
	3	Orta düzeyde çiğnenebilirlik; zayıf kumsu taneli yapı düşük yayılabilme
	2	Zor çiğnenebilirlik; ağızda çok yavaş erime, kumsu, taneli yapı; yapışkanlık
	1	Çok yavaş erime; çok kumsuluk, yapışkanlık
Koku	5	Güçlü aroma, kendine özgü, aromatik (kakao, süt vb.);
	4	Orta düzey aroma, kendine özgü, aromatik
	3	Zayıf aroma
	2	Uygun olmayan aroma; ekşimsi
	1	Yabancı koku; ekşi, küflü
Tat (damak tadı)	5	Kendine özgü tipik çikolata lezzetinde ve tatlılığında
	4	Çikolata lezzet ve tadında azalma
	3	Lezzet ve tat çok az
	2	Belirgin yabancı lezzet oluşumu
	1	Kabul edilemez derecede rahatsız edici yabancı lezzet, bozulmuş tat
Genel Değerlendirme	5	Çok iyi
	4	İyi
	3	Orta
	2	Kötü
	1	Çok kötü
Hissettiğiniz aromayı nasıl tanımlarsınız? Şiddetini nasıl değerlendirirsiniz?	5	Çok şiddetli
	4	Şiddetli
	3	Orta şiddetli
	2	Çok az
	1	Yok

Şekil 3.4. Model gıdaların temel duyuşal özelliklerin tanımlanmasında kullanılan skalalar

3.2.11. İstatistiksel Analizler

Gıda sektöründe yoğun olarak kullanılan muz, çilek ve karpuz aromaların püskürterek kurutma, aljinat kürecikleri ve koaservasyon yöntemleri ile mikrokapsülasyonunda her metodun optimum koşullarının belirlenebilmesi için Design-Expert paket programı kullanılmıştır. Elde edilen veriler, Design-Expert paket programı (Stat-Ease Inc., Version 10, Minneapolis, ABD) dahilinde ANOVA analizi ile değerlendirilmiştir.

Ayrıca depolama analizleri sonucunda elde edilen sonuçların ortalamaları varyans analizine tabi tutularak, önemli bulunan farklılıklar Duncan çoklu karşılaştırma Testi ile ortaya koyulmuştur. Varyans analizi ve Duncan çoklu karşılaştırma Testi SAS Institute (Cary, NC, ABD) tarafından hazırlanan “The SAS system for Windows V7” isimli istatistiksel yazılım programı kullanılarak yapılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Çilek Aroması Mikrokapsüllerinin Üretiminde Püskürterek Kurutma Yöntemi Şartlarının Optimizasyonu

Tez kapsamında enkapsülasyon yöntemlerinden püskürterek kurutma, aljinat kürecikleri ve koaservasyon işlemlerinin optimizasyon çalışmaları yapılmış, her bir yöntem için farklı aromalar kullanılmıştır. Bu amaçla püskürterek kurutma yönteminin optimizasyonunda çilek, aljinat kürecikleri yönteminin optimizasyonunda muz ve koaservasyon yönteminin optimizasyonunda ise karpuz aromaları denemeye alınmıştır.

Püskürterek kurutma yöntemi ile çilek aromasının mikrokapsülasyonunun optimizasyonunda farklı taşıyıcı materyallerin [Maltodekstrin (MD), Arabik gam (AG), Çözünür lif (CL), Modifiye nişasta (MN) ve β -siklodekstrin (β -SD)] oranı ve kurutma havası giriş sıcaklığının etkisi araştırılmıştır. Optimizasyonda mikrokapsülasyon verimi ve elde edilen ürünlerin çözünürlük değerleri kullanılan cevaplardan ikisini oluşturmuştur. Bu cevaplar dışında tezin en önemli amacını oluşturan aroma kazanımının ve salınımının belirlenmesi için ise hem doğrudan toz formda (mikrokapsüllerin aromaları salıp salmadığının belirlenmesi amacı ile) hem de toz formdaki örnekler su içerisinde çözündürülerek (mikrokapsüllerin aromaları ne kadar koruduğu ve su içerisinde çözündükten sonra aromaları salıp salmadığının belirlenmesi amacı ile) aroma analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar (alan) cevap olarak değerlendirilmeye alınmıştır. Optimizasyonda en uyumlu bulunan modelin regresyon eşitlikleri karışım desenine (combined optimal mixture design) göre belirlenmiştir. Modellerin istatistiki önem düzeyi %95 güven aralığında F-değeri ($p < 0.05$) ile belirlenmiş ve modelin değerlendirmesinde model uyumsuzluğu, saf hata, varyasyon katsayısı (CV), tahmini hataların karelerinin toplamı (PRESS), regresyon katsayısı (R^2), düzeltilmiş regresyon katsayısı (R^2_{dzt}), tahmini belirleme katsayısı ($Pred-R^2$) ve yeterli kesinlik parametreleri kullanılmıştır.

Deneyisel verideki model tarafından açıklanabilen varyasyonun toplam varyasyona oranı regresyon katsayısı (R^2) olarak tanımlanmakta ve modele yeni terimlerin eklenmesi ile bu terimler istatistiksel olarak önemsiz olsa bile R^2 'yi her zaman arttırmaktadır. Bu sebeple düzeltilmiş regresyon katsayısı (R^2_{dzt})'nın modele yeni terimler eklenmesinde kullanılması önerilmektedir. R^2_{dzt} ve R^2 değerlerinin birbirlerine yakın olması modellerin istatistiksel olarak önemsiz terimleri içermediğini göstermektedir. Varyasyon katsayısı deneyisel verilerdeki kalıntı varyasyonun ortalamaya bağlı bir ölçüsü olup, büyük varyasyon katsayısı değerleri, verilerin ortalamadan çok fazla saptıklarını; küçük varyasyon katsayısı değerleri ise verilerin hemen hemen ortalamayla aynı değere sahip olduğunu göstermektedir (Lazić 2004). Kalıntılar, rasgele hata teriminin davranışını yansıttığı için bu varsayımların test edilmesinde ve modelin uygunluğunun belirlenmesinde önemli rol oynamaktadırlar. $Pred-R^2$, PRESS ve yeterli kesinlik değerleri ise modelin daha sonra yapılacak uygulamalarda bir tahminleme modeli olarak kullanılabilmesi için önemli olup elde edilen bu değerler de tez kapsamındaki ANOVA sonuçlarına ait çizelgelerde verilmiştir. Yeterli kesinlik değerlerinin 4'den büyük olması, PRESS değeri ile R^2_{dzt} ve $Pred-R^2$ değerlerinin birbirine yakın olması (aradaki fark < 0.2), seçilen modelin tahminleme açısından uygun olduğunu göstermektedir. Diğer taraftan yanıt yüzey yönteminde gerçek yanıt fonksiyonu optimum nokta etrafında önemli bir eğrilik göstermektedir. Lineer olmayan modellerde bu eğrilğin tahminlenmesi ve uygun

bir model seçildikten sonra ise modelde optimum noktanın araştırılması için genellikle ikinci dereceden polinomiyal modeller kullanılmaktadır. Bu veriler dışında ANOVA çizelgelerinde cevaplar üzerine bağımsız değişkenlerin etkilerini gösteren kalıntı hata, deneysel dizaynın merkez noktasında yapılan gözlemlerin tekrarlanmasıyla saf deneysel hata ve model uygunsuzluğu (lack of fit) sonuçlarına da yer verilmiştir. Nitekim en uygun modelin, matematiksel formunun uygunsuzluğu (lack of fit) için önemsiz ve regresyon modeli için önemli olması gerektiği bildirilmektedir (Myers ve Montgomery, 1995; Güngör 2013).

4.1.1. Aroma kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilmiş olan toz mikrokapsüllerin aroma kazanımları örneklerin su içerisinde çözündürülmesi sonucunda GC-MS ile analiz edilerek belirlenmiştir. Belirtilen şekilde analiz edilen çilek mikrokapsüllerinde toplam 36 adet aroma bileşeni tespit edilmiş olmasına rağmen, aroma kazanımına göre işlem şartlarının optimizasyonunda cevap olarak bu bileşenlerden 1-hekzanol, 2-hekzanol, 2-hekzen-1-ol asetat, 3-hekzen-1-ol, 3-hekzen-1-ol asetat, etil bütanat, etil 2-metilbütanat, etil 3-metilbütanat, etil hekzanoat, 1-bütanol, 3-metil-asetat, etil pentanoat, hekzil asetat, limonen, hekzil asetat, izoamil izovalerat, hekzanal propilen glikol asetal, 2-propenoik asit, 3-fenil-, metil ester, izobütirik asit, benzil benzoatın alanları kullanılmıştır. Bu amaçla bu bileşenlerin kullanılmasında konu ile ilgili yayınlanmış olan makalelerden yararlanılmış ve bu bileşenlerin belirlendiği ürünlerde tatlı, meyvemsi ve hoşça giden aromadan sorumlu oldukları belirtilmiştir (Forney vd. 2000; Jeti vd. 2007; Galmarini vd. 2011; Pizzoni vd. 2015). Deneme desenine göre üretilen çilek mikrokapsüllerinin yukarıda bahsedilen bileşenlere ait alan sonuçları Çizelge 4.1’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde en yüksek aroma kazanımına ait alanın (300.13×10^5) 14 nolu (190°C , %25 MD ve %1 β -SD) deneme desenine göre üretilen örneklerde; en düşük aroma kazanımına ait alanın (48.46×10^5) ise 57 nolu deneme desenine (130°C , %25 AG) göre üretilen toz çilek aroması mikrokapsüllerinde elde edildiği görülmektedir.

Çizelge 4.1. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma kazanımı değerleri (alan)

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Alan (10 ⁵)
1	190	0.00	0.00	0.00	25.00	1	238.14
2	190	12.75	0.00	12.25	0.00	1	225.38
3	190	0.00	12.75	12.25	0.00	1	285.08
4	170	0.00	23.70	1.30	0.00	0	205.99
5	190	0.00	0.00	12.42	12.58	0	219.98
6	130	0.00	12.55	0.00	12.45	1	190.96
7	190	0.00	0.00	0.00	25.00	0	273.72
8	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	306.43
9	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	262.32
10	190	12.35	12.65	0.00	0.00	1	269.02
11	150	0.00	0.00	25.00	0.00	1	200.20
12	130	0.00	25.00	0.00	0.00	1	217.95
13	130	12.30	0.00	12.70	0.00	0	299.18
14	190	25.00	0.00	0.00	0.00	1	300.13
15	130	0.00	0.00	12.51	12.49	1	240.43
16	190	12.09	0.00	0.00	12.91	1	209.19
17	170	0.00	0.00	0.00	25.00	0	160.13
18	190	12.67	12.33	0.00	0.00	0	136.53
19	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	139.88
20	130	25.00	0.00	0.00	0.00	0	110.26
21	190	0.00	0.00	25.00	0.00	0	171.10
22	190	0.00	12.19	0.00	12.81	0	76.45
23	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	109.36
24	130	0.00	0.00	0.00	25.00	1	116.64
25	170	2.50	11.29	11.21	0.00	1	70.40
26	130	12.23	0.00	0.00	12.77	1	125.61
27	190	12.31	0.00	12.69	0.00	0	61.34
28	130	0.00	12.58	0.00	12.42	0	133.22
29	130	0.00	12.45	12.55	0.00	1	170.32
30	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	57.70
31	130	11.56	0.00	0.00	13.44	0	188.38
32	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	165.28
33	130	0.00	0.00	12.35	12.65	0	158.24
34	150	25.00	0.00	0.00	0.00	0	92.51
35	150	3.34	15.77	2.71	3.18	1	137.81
36	190	0.00	0.00	25.00	0.00	1	114.89
37	190	0.00	0.00	12.75	12.25	1	83.00
38	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	98.04

Devamı arkada

Çizelge 4.1'in devamı

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Alan (10 ⁵)
39	130	0.00	0.00	25.00	0.00	1	128.02
40	130	0.00	0.00	25.00	0.00	0	104.86
41	150	0.00	25.00	0.00	0.00	0	148.32
42	190	0.00	25.00	0.00	0.00	1	86.41
43	130	12.60	0.00	12.40	0.00	1	118.22
44	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	147.92
45	170	0.00	12.63	0.00	12.37	1	161.37
46	190	0.00	25.00	0.00	0.00	0	130.26
47	190	12.81	0.00	0.00	12.19	0	94.01
48	130	25.00	0.00	0.00	0.00	1	149.46
49	190	0.00	12.34	12.66	0.00	0	144.11
50	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	140.44
51	170	16.33	0.15	3.97	4.55	1	98.98
52	130	0.00	0.00	0.00	25.00	0	117.70
53	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	149.42
54	130	0.00	12.59	12.41	0.00	0	162.60
55	190	0.00	12.48	0.00	12.52	1	97.81
56	190	25.00	0.00	0.00	0.00	0	101.25
57	130	0.00	25.00	0.00	0.00	0	48.46
58	150	0.00	12.25	12.75	0.00	0	55.82
59	130	13.03	11.97	0.00	0.00	0	114.53
60	130	12.32	12.68	0.00	0.00	1	113.20

MD: Maltodekstrin, AG: Arabik gam, CL: Çözünür lif, MN: Modifiye nişasta, β-SD: β-siklodekstrin

Çizelge 4.2'de püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin aroma kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu verilmiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.9979 ve 0.9774; model uyumsuzluğu değeri ise 0.8201 olarak bulunmuştur. Çilek mikrokapsüllerinin aroma kazanımını veren ve regresyon analizi sonucunda elde edilen formül Eşitlik 4.1'de verilmiştir.

$$\begin{aligned}
 \text{Aroma maddelerinin kazanımı (alan)} = & +8.263 \times 10^6 A + 2.697 \times 10^5 C - 1.713 \times 10^7 AC - \\
 & 1.611 \times 10^7 AD - 8.277 \times 10^6 AE - 8.277 \times 10^6 AF + 1.410 \times 10^6 BD - 31329.32 BF - 4.158 \times \\
 & 10^5 CD - 4.073 \times 10^5 CE - 44082.23 CF - 39503.54 DF + 1.633 \times 10^7 ABF + 2.069 \times 10^7 ACE \\
 & + 1.616 \times 10^7 ACF + 1.552 \times 10^7 ADE + 1.650 \times 10^7 ADF + 8.219 E \times 10^6 AEF + 1.697 \times \\
 & 10^6 BCE + 3.562 \times 10^6 BDE - 1.201 \times 10^5 BEF + 2.384 \times 10^5 CDE + 3.691 \times 10^5 CDF - 6.770 \times \\
 & 10^5 CE^2 + 76410.15 DE^2 + 1.556 \times 10^7 ABEF - 1.872 \times 10^7 ACEF - 1.490 \times 10^7 ADEF + 1.520 \times \\
 & 10^7 ABE^2 + 3.565 \times 10^6 ACE^2 + 1.606 \times 10^6 BCE^2 + 1.879 \times 10^6 BDE^2 + 7.080 \times 10^5 CDE^2
 \end{aligned}
 \tag{4.1}$$

Çizelge 4.2. Mikrokapsüllerin aroma kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsüllerin aroma kazanımı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel değerler

Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	49	8.214 x10 ¹¹	0.0002**
Doğrusal Karışım	3	3.855 x10 ¹⁰	0.0008**
AB	1	1.215 x10 ⁹	0.1189
AC	1	2.969 x10 ⁹	0.0323*
AD	1	2.806 x10 ⁹	0.0355*
AE	1	2.820 x10 ⁹	0.0352*
AF	1	2.821 x10 ⁹	0.0352*
BC	1	1.681 x10 ⁹	0.0780
BD	1	9.381 x10 ¹⁰	< 0.0001**
BE	1	3.129 x10 ⁸	0.3839
BF	1	2.973 x10 ⁹	0.0322*
CD	1	1.039 x10 ¹⁰	0.0027**
CE	1	6.988 x10 ¹⁰	< 0.0001**
CF	1	3.774 x10 ⁹	0.0212*
DE	1	4.992 x10 ⁸	0.2821
DF	1	3.725 x10 ⁹	0.0217*
ABE	1	3.177 x10 ⁸	0.3806
ABF	1	2.825 x10 ⁹	0.0351*
ACE	1	4.187 x10 ⁹	0.0175*
ACF	1	2.528 x10 ⁹	0.0422*
ADE	1	2.996 x10 ⁹	0.0318*
ADF	1	2.899 x10 ⁹	0.0336*
AEF	1	2.777 x10 ⁹	0.0362*
BCE	1	5.349 x10 ⁹	0.0109*
BCF	1	1.971 x10 ⁷	0.8203
BDE	1	7.333 x10 ¹⁰	< 0.0001**
BDF	1	1.065 x10 ⁹	0.1387
BEF	1	2.071 x10 ¹⁰	0.0006**
CDE	1	3.645 x10 ⁹	0.0225*
CDF	1	2.061 x10 ¹⁰	0.0006**
CEF	1	2.180 x10 ⁹	0.0533
DEF	1	1.956 x10 ⁸	0.4847
AE ²	1	7.465 x10 ⁸	0.2006
BE ²	1	1.378 x10 ⁹	0.1017
CE ²	1	1.213 x10 ¹¹	< 0.0001**
DE ²	1	2.626 x10 ⁹	0.0397*
ABEF	1	2.630 x10 ⁹	0.0396*

Devamı arkada

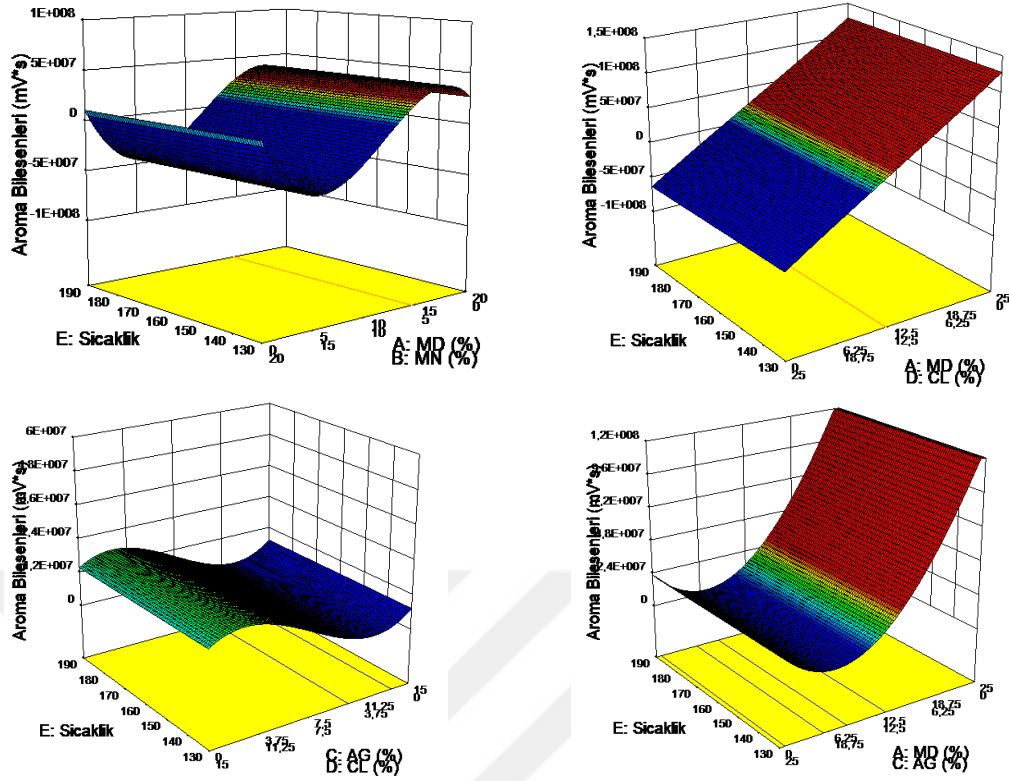
Çizelge 4.2'nin devamı

Varyasyon Kaynakları			SD	Kareler toplamı		<i>p</i> değeri
ACEF			1	3.165 x10 ⁹		0.0289*
ADEF			1	2.749 x10 ⁹		0.0368*
BCEF			1	1.565 x10 ⁸		0.5298
BDEF			1	1.436 x10 ⁹		0.0964
CDEF			1	1.123 x10 ⁹		0.1305
ABE ²			1	2.024 x10 ¹⁰		0.0006**
ACE ²			1	1.571 x10 ¹⁰		0.0011**
ADE ²			1	4.812 x10 ⁸		0.2900
BCE ²			1	2.207 x10 ¹⁰		0.0005**
BDE ²			1	2.232 x10 ¹⁰		0.0005**
CDE ²			1	1.284 x10 ¹⁰		0.0017**
Kalıntı			5	1.719 x10 ⁹		
Model uyumsuzluğu			1	2.496 x10 ⁷		0.8201
Saf hata			4	1.694 x100 ⁹		
Toplam			54	8.231 x10 ¹¹		
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9979	0.9774	N/A	72.38	N/A	39.387

*p <0.05 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, **p <0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli

A: MD, B: MN, C: AG, D: CL, E: Sıcaklık, F: β-SD

İşlem değişkenlerinin çilek mikrokapsüllerinin aroma kazanımı üzerindeki etkilerinin gözlemlenebilmesi için elde edilen modeller kullanılarak yanıt yüzey grafikleri oluşturulmuş ve bu grafikler Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Bu grafiklerin oluşturulabilmesi için işlem değişkenlerinden herhangi biri deneysel tasarımın merkez noktasında sabit tutulmuş ve diğer iki değişkenin sonsuz sayıdaki kombinasyonları çıkarılmıştır. Şekil 4.1 incelendiğinde sabit kurutma giriş sıcaklıkları değerlerinde MD'nin MN, CL ve AG ile karışımları ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinde aroma kazanımının yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 4.1. Karışım deseniindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve ürün besleme sıcaklığının aroma bileşenlerinin kazanımı (alan) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları

Pellicer vd. (2018) tarafından yapılan ve çilek aromasının püskürterek kurutulması sırasındaki aroma kazanımı üzerine farklı taşıyıcı maddelerin etkisini konu alan çalışmada, maltodekstrin, arabik gam, modifiye nişasta (Hi-Cap), ksantan gam ve siklodekstrin taşıyıcıları ile çilek aromaları 180 °C’de püskürterek kurutulmuş ve elde edilen mikrokapsüllerde aroma analizleri yapılmıştır. Çalışma sonucunda MN ile elde edilen mikrokapsüllerin aroma bileşenlerinin AG ile üretilen mikrokapsüllere göre daha iyi korunduğu, en iyi aroma kazanımının MD/MN karışımı kullanılarak elde edilen örneklerde olduğu bildirilmiştir. Yapılan bu tez sonucunda da karışımda MD içeren çilek aroması mikrokapsüllerinde aromanın en iyi şekilde kazanımının sağlandığı, en düşük aroma kazanımı değerinin ise AG içeren formülasyon kullanılarak elde edildiği görülmüştür.

Çilek püresinin farklı yöntemlerle (püskürterek, dondurarak, tambur, kırınım pencereli kurutma) kurutulduğu bir çalışmada (Abonyi vd. 2002), püskürterek kurutma işlemi püre içerisine taşıyıcı materyal olarak DE değeri 10 olan %70 oranında MD kullanılarak 190 °C’de gerçekleştirilmiş, elde edilen örneklerde önemli aroma bileşenlerinin metil bütanat, etil hekzanoat, metil bütanat, metil hekzanoat olduğu; başlangıçta sırasıyla alan değerleri 10^5 , 1833.3, 3684.4 ve 331.0 olan bu bileşenlerin püskürterek kurutma sonrasında alan değerlerinin 15.100’e, 233.3’e, 407.8’e ve 29.93’e azaldığı rapor edilmiştir. Ayrıca araştırmacılar püskürterek kurutma sonrasında ürünlerde aroma bileşenlerinin azaldığını ancak elde edilen son ürününün kayıplara rağmen aroma açısından yine de kabul edilebilir düzeyde olduğunu bildirmişlerdir.

Aroma esterlerinin (etil propionat, etil bütirat, etil valerat, etil kaproat, ve metil antranilat) AG ile püskürterek kurutulduğu bir çalışmada ise hava giriş sıcaklığının artması ile aroma korunumunun arttığı, ancak diğer taraftan atomizer boyutunun da mikrokapsüllerin yapısını doğrudan etkilediği için aroma korunumunda atomizer boyutunun da önemli olduğu belirtilmiştir. Çalışmada ayrıca katı madde konsantrasyonunun püskürterek kurutma işlemi uçucu aroma bileşenlerinin kurutma sonrası miktarını önemli şekilde etkilediği vurgulanmıştır. Araştırmacılar uçucu aroma bileşenlerinin püskürterek kurutma işleminde sırasındaki kayıplarının sadece sıcak havayla olan etkileşimden değil, aynı zamanda atomizasyon esnasındaki damlacık oluşumundan da kaynaklandığını belirtmişlerdir (Rosenberg vd. 1990). Aynı doğrultuda Menting ve Hoogstad (1967) uçucu aroma bileşenlerinin kurutmanın birinci aşamasında kabuk oluşumu gerçekleşene kadar kaybının yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Brooks vd. (1965) tarafından “seçici difüzyon” olarak adlandırılan teoride de uçucu maddelerin difüzyon katsayılarının kurutma esnasında su konsantrasyonunun azalması ile azaldığı belirtilmiştir. Bu teoriye göre uçucu aroma moleküllerinin molekül ağırlığının suyun molekül ağırlığından düşük olması sebebi ile uçucu moleküllerin difüzyon katsayısındaki azalış suyun difüzyon katsayısındaki azalıştan daha belirgindir. Böylece kabuk oluşumundan sonra uçucu bileşenlerin difüzyonu oldukça düşük olmakta, diğer bir ifade ile kurutma esnasında oluşan kabuk etkili şekilde seçici bir zar haline gelmektedir. Rosenberg vd. (1990) yaptıkları çalışma sonucunda da çözünebilir katı madde konsantrasyonunun arttırılması ile püskürterek kurutma işlemi ile elde edilen kapsülün etrafındaki kabuk oluşum süresinin kısaldığını ve buna bağlı olarak uçucu bileşenlerin kaybının azaldığını bildirmişlerdir.

4.1.2. Aroma aktif madde kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinde 4.1.1 başlığı altında tartışılan genel aroma kazanımının yanında çileğe özgü olduğu bildirilen 9 farklı aroma bileşenlerinin (etil bütanat, etil 2-metilbütanat, etil 3-metilbütanat, etil hekzanoat, 1-butanol 3-metil-asetat, etil pentanoat, hekzilasetat, izoamil izovalerat ve 2-propenoik asit 3-fenil- metil ester) kazanımı da işlem şartlarının optimizasyonunda cevap olarak kullanılmıştır. Deneme desenine göre elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin toplam alanlarına ait değerleri Çizelge 4.3’te verilmiştir. Çizelge incelendiğinde örneklerin aroma bileşenlerine ait alan değerlerinin 24.07×10^5 - 195.09×10^5 arasında değiştiği, en düşük değer 130 °C’de, %25 AG kullanılarak elde edilen ürünlerde, en yüksek değer ise 170 °C’de %0.15 MD, %9.58 AG, %4.15 ÇL ve %11.12 MN kullanılarak elde edilen ürünlerde olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.3. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanım değerleri (alan)

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Alan (10 ⁵)
1	190	0.00	0.00	0.00	25.00	1	147.22
2	190	12.75	0.00	12.25	0.00	1	95.03
3	190	0.00	12.75	12.25	0.00	1	175.15
4	170	0.00	23.70	1.30	0.00	0	95.94
5	190	0.00	0.00	12.42	12.58	0	145.15
6	130	0.00	12.55	0.00	12.45	1	102.89
7	190	0.00	0.00	0.00	25.00	0	178.26
8	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	195.09
9	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	159.93
10	190	12.35	12.65	0.00	0.00	1	163.32
11	150	0.00	0.00	25.00	0.00	1	115.46
12	130	0.00	25.00	0.00	0.00	1	114.22
13	130	12.30	0.00	12.70	0.00	0	183.14
14	190	25.00	0.00	0.00	0.00	1	163.61
15	130	0.00	0.00	12.51	12.49	1	149.26
16	190	12.09	0.00	0.00	12.91	1	119.80
17	170	0.00	0.00	0.00	25.00	0	93.72
18	190	12.67	12.33	0.00	0.00	0	75.08
19	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	89.09
20	130	25.00	0.00	0.00	0.00	0	68.99
21	190	0.00	0.00	25.00	0.00	0	116.73
22	190	0.00	12.19	0.00	12.81	0	41.76
23	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	67.08
24	130	0.00	0.00	0.00	25.00	1	78.53
25	170	2.50	11.29	11.21	0.00	1	35.56
26	130	12.23	0.00	0.00	12.77	1	81.12
27	190	12.31	0.00	12.69	0.00	0	35.40
28	130	0.00	12.58	0.00	12.42	0	82.52
29	130	0.00	12.45	12.55	0.00	1	117.20
30	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	33.23
31	130	11.56	0.00	0.00	13.44	0	126.94
32	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	103.57
33	130	0.00	0.00	12.35	12.65	0	106.58
34	150	25.00	0.00	0.00	0.00	0	59.35
35	150	3.34	15.77	2.71	3.18	1	87.36
36	190	0.00	0.00	25.00	0.00	1	71.07
37	190	0.00	0.00	12.75	12.25	1	48.87
38	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	63.32

Devamı arkada

Çizelge 4.3'ün devamı

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Alan (10 ⁵)
39	130	0.00	0.00	25.00	0.00	1	74.65
40	130	0.00	0.00	25.00	0.00	0	65.98
41	150	0.00	25.00	0.00	0.00	0	99.27
42	190	0.00	25.00	0.00	0.00	1	46.49
43	130	12.60	0.00	12.40	0.00	1	72.16
44	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	97.20
45	170	0.00	12.63	0.00	12.37	1	101.24
46	190	0.00	25.00	0.00	0.00	0	86.52
47	190	12.81	0.00	0.00	12.19	0	60.87
48	130	25.00	0.00	0.00	0.00	1	95.73
49	190	0.00	12.34	12.66	0.00	0	96.62
50	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	90.02
51	170	16.33	0.15	3.97	4.55	1	51.87
52	130	0.00	0.00	0.00	25.00	0	77.92
53	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	101.71
54	130	0.00	12.59	12.41	0.00	0	64.57
55	190	0.00	12.48	0.00	12.52	1	61.54
56	190	25.00	0.00	0.00	0.00	0	68.91
57	130	0.00	25.00	0.00	0.00	0	24.07
58	150	0.00	12.25	12.75	0.00	0	29.44
59	130	13.03	11.97	0.00	0.00	0	78.51
60	130	12.32	12.68	0.00	0.00	1	74.97

MD: Maltodekstrin, AG: Arabik gam, CL: Çözünür lif, MN: Modifiye nişasta, β-SD: β-Siklodekstrin

Püskürtmeli kurutucu işleminde uygulanan bağımsız değişkenlerin mikroenkapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin alan değerleri üzerine etkisi varyans analizi (ANOVA) kullanılarak değerlendirilmiş, işlem değişkenlerinin %95 güven seviyesinde etkilerini gösteren ANOVA tablosu Çizelge 4.4'te verilmiştir. Çizelgede verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, aroma aktif bileşenleri değerlerinin model ile uyumlu olduğu ($p<0.01$), model uyumsuzluğunun hiçbir parametre üzerinde istatistiki açıdan önemli olmadığı görülmüştür. Model denkleminin yeterli kesinlik değeri 8.158 olarak belirlenmiş ve değerin 4'ün üzerinde olması model denkleminin yeterli olduğunu göstermiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.7778 ve 0.5479 olarak tespit edilmiştir. Aroma aktif bileşenlerinin kazanımının alan değerleri üzerine MD, MN, AG, ÇL ve kurutma giriş sıcaklığı değişkenleri ile MD x AG interaksiyonlarının önemli seviyede ($p<0.01$) etkili olduğu görülmüştür. Aroma aktif bileşenleri alan değerleri için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları kullanılarak kuadratik model eşitliği elde edilmiştir (Eşitlik 4.2).

$$\text{Aroma kazanımı} = 8.417 \times 10^7 A + 9.861 \times 10^7 B + 1.303 \times 10^7 C + 6.174 \times 10^7 D + 1.719 \times 10^7 AC \quad (4.2)$$

Çizelge 4.4. Mikrokapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin kazanımı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

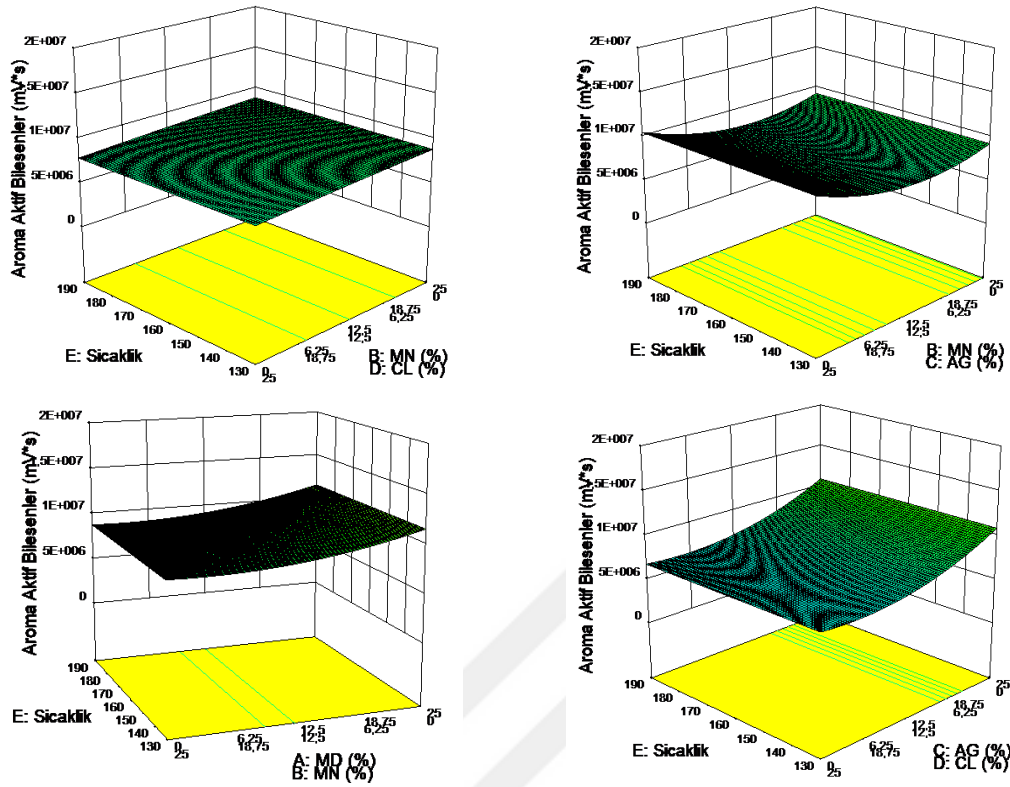
Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	9	2.729 x10 ¹⁴	0.0001**
Doğrusal Karışım	3	1.474 x10 ¹⁴	0.0002**
AB	1	4.878 x10 ¹²	0.3643
AC	1	4.308 x10 ¹³	0.0095**
AD	1	1.934 x10 ¹³	0.0752
BC	1	2.324 x10 ¹³	0.0521
BD	1	2.456 x10 ¹⁰	0.9484
CD	1	1.772 x10 ¹³	0.0881
Kalıntı	39	2.257 x10 ¹⁴	
Model uyumsuzluğu	36	2.214 x10 ¹⁴	0.1300
Saf hata	3	4.371 x10 ¹²	
Toplam	48	4.987 x10 ¹⁴	

Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV % PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.7778	0.5479	0.3249	10.71 2566.66	8.158

**p <0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli. A: MD, B: MN, C: AG, D: CL, E: Sıcaklık, F: β-SD

Merkez noktasındaki eşit oranda taşıyıcı materyal karışımı ve sabit β-SD (%1) için, ürün besleme sıcaklığı ve taşıyıcı materyallerin aroma aktif bileşenlerinin kazanımına bağlı değişimini veren yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Sıcaklık artışına bağlı olarak aroma bileşenlerinin kazanımının arttığı belirgin bir şekilde görülmektedir. Elde edilen bu bulguyu destekler nitelikte Rosenberg vd. (1990) tarafından bazı aroma bileşenlerinin püskürtülerek kurutulmasını konu alan çalışma sonucunda aroma kazanımının kurutma sıcaklığının artmasıyla arttığı bildirilmiştir.

Çilek aromasının püskürtülerek kurutulduğu bir çalışmada, bezelye proteini izolatu ile elde edilen emülsiyon hava giriş sıcaklığı 180 °C, çıkış sıcaklığı 90 °C olacak şekilde kurutulmuş ve örneklerde etil asetat, etil asetat, etil hekzanoat bileşenleri izlenmiştir. Araştırma sonuçları kurutma sonrasında aroma bileşenlerinin bağlı alan değerlerinin %28-40 arasında değiştiğini göstermiştir (Gharsallaoui, 2012).



Şekil 4.2. Karışım deseniindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve kurutma giriş sıcaklığının aroma aktif bileşenlerin kazanımı (alan) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları

4.1.3. Mikrokapsüllerin aroma salınımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Çilek aromasının püskürterek kurutma yöntemiyle optimizasyonunda farklı oranlardaki taşıyıcı maddelerin ve kurutma giriş sıcaklığının mikrokapsüllerden aroma salınımı üzerine etkisi GC-MS ile SPME yöntemi ile belirlenmiş ve elde edilen mikrokapsüllerin toz formundan aroma bileşenlerinin salınımına ait alan değerleri Çizelge 4.5'te verilmiştir. Çizelge 4.5 incelendiğinde bazı deneme desenine göre elde edilen mikrokapsüllerde aroma salınımının hiç gerçekleşmediği, 48 (336.26×10^4) ve 57 (250.47×10^4) nolu deneme desenine göre elde edilen mikrokapsüllerde ise salınımın yüksek oranda olduğu görülmektedir. Her iki üretim de 130°C 'de gerçekleştirilirken, denemelerden birinde taşıyıcı madde olarak %25 AG, diğerinde ise %25 MD ve %1 β -SD karışımı kullanılmıştır. Elde edilen sonuçları destekler nitelikte; bundan önceki toplam ve aroma aktif bileşenlerinin kazanımlarının tartışıldığı bölümlerde de en düşük aroma kazanımının %25 AG kullanılarak 130°C 'de kurutma sonrası elde edilen çilek mikrokapsüllerinde olduğu belirtilmişti.

Çizelge 4.5. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen toz çilek mikrokapsüllerinin aroma salınımı değerleri (alan)

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Alan (10 ⁴)
1	190	0.00	0.00	0.00	25.00	1	11.00
2	190	12.75	0.00	12.25	0.00	1	0.00
3	190	0.00	12.75	12.25	0.00	1	0.00
4	170	0.00	23.70	1.30	0.00	0	0.00
5	190	0.00	0.00	12.42	12.58	0	15.71
6	130	0.00	12.55	0.00	12.45	1	0.00
7	190	0.00	0.00	0.00	25.00	0	0.00
8	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	7.31
9	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	1.97
10	190	12.35	12.65	0.00	0.00	1	0.00
11	150	0.00	0.00	25.00	0.00	1	0.00
12	130	0.00	25.00	0.00	0.00	1	0.00
13	130	12.30	0.00	12.70	0.00	0	0.00
14	190	25.00	0.00	0.00	0.00	1	0.00
15	130	0.00	0.00	12.51	12.49	1	0.00
16	190	12.09	0.00	0.00	12.91	1	0.00
17	170	0.00	0.00	0.00	25.00	0	0.00
18	190	12.67	12.33	0.00	0.00	0	0.00
19	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	17.74
20	130	25.00	0.00	0.00	0.00	0	0.00
21	190	0.00	0.00	25.00	0.00	0	9.03
22	190	0.00	12.19	0.00	12.81	0	0.00
23	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	0.00
24	130	0.00	0.00	0.00	25.00	1	0.00
25	170	2.50	11.29	11.21	0.00	1	4.91
26	130	12.23	0.00	0.00	12.77	1	0.00
27	190	12.31	0.00	12.69	0.00	0	0.00
28	130	0.00	12.58	0.00	12.42	0	0.00
29	130	0.00	12.45	12.55	0.00	1	3.80
30	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	0.00
31	130	11.56	0.00	0.00	13.44	0	0.00
32	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	0.00
33	130	0.00	0.00	12.35	12.65	0	0.00
34	150	25.00	0.00	0.00	0.00	0	0.00
35	150	3.34	15.77	2.71	3.18	1	0.00
36	190	0.00	0.00	25.00	0.00	1	0.00
37	190	0.00	0.00	12.75	12.25	1	0.00
38	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	0.00

Devamı arkada

Çizelge 4.5'in devamı

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Alan (10 ⁵)
39	130	0.00	0.00	25.00	0.00	1	0.00
40	130	0.00	0.00	25.00	0.00	0	3.39
41	150	0.00	25.00	0.00	0.00	0	0.00
42	190	0.00	25.00	0.00	0.00	1	7.46
43	130	12.60	0.00	12.40	0.00	1	11.79
44	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	38.20
45	170	0.00	12.63	0.00	12.37	1	10.70
46	190	0.00	25.00	0.00	0.00	0	69.32
47	190	12.81	0.00	0.00	12.19	0	1.88
48	130	25.00	0.00	0.00	0.00	1	336.26
49	190	0.00	12.34	12.66	0.00	0	35.95
50	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	3.37
51	170	16.33	0.15	3.97	4.55	1	0.00
52	130	0.00	0.00	0.00	25.00	0	0.00
53	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	23.30
54	130	0.00	12.59	12.41	0.00	0	0.00
55	190	0.00	12.48	0.00	12.52	1	4.74
56	190	25.00	0.00	0.00	0.00	0	9.74
57	130	0.00	25.00	0.00	0.00	0	250.47
58	150	0.00	12.25	12.75	0.00	0	0.00
59	130	13.03	11.97	0.00	0.00	0	25.04
60	130	12.32	12.68	0.00	0.00	1	2.05

MD: Maltodekstrin, AG: Arabik gam, CL: Çözünür lif, MN: Modifiye nişasta, β-SD: β-Siklodekstrin

Püskürterek kurutmada besleme giriş sıcaklığı ve kullanılan taşıyıcıların elde edilen mikrokapsüllerin aroma salınımı üzerindeki etkisine ait ANOVA analiz sonuçları Çizelge 4.6'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma salınımının model ile uyumlu olduğu ($p < 0.01$) ve model uyumsuzluğunun hiçbir parametre üzerinde istatistiki açıdan önemli olmadığı görülmüştür. Model denkleminin yeterli kesinliğinin göstergesi olan yeterli kesinlik değerinin 4'ün üzerinde olması gerektiği bildirilmektedir (Myers and Montgomery 1995). Nitekim tez kapsamında elde edilen toz çilek mikrokapsüllerinin aroma salınımının alan değerleri için bu değer 39.378 olarak belirlenmiş olup, model denkleminin aroma salınımını ifade etmede uygun olduğu görülmüştür. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.9979 ve 0.9774 olarak tespit edilmiş olup, söz konusu değerlerin 1'e yakın olması sonuç denklemlerin deneysel verileri temsil etmede başarılı olduğu anlamını taşımaktadır.

Test edilen değişkenlerin toz örneklerden aroma salınımı değerleri üzerindeki etkileri incelendiğinde MN x AG, AG x ÇL, MD x MN x AG, MD x AG x ÇL, MN x AG x ÇL, MD x MN (MD-MN), MN x ÇL (MN-ÇL) ve AG x ÇL (AG-ÇL) interaksiyonlarının $p < 0.01$ seviyesinde etkili olduğu görülmüştür. Mikrokapsüllerin

aroma salınımı değerlerine istatistiki açıdan önemli olan varyasyon kaynakları kullanılarak oluşturulan eşitlik aşağıda verilmiştir (Eşitlik 4.3).

$$\begin{aligned} \text{Aroma salınımı (alan)} = & +8.263 \times 10^6 A + 2.697 \times 10^5 C - 1.713 \times 10^7 AC - 1.611 \times 10^7 AD \\ & - 8.277 \times 10^6 AE - 8.277 \times 10^6 AF + 1.410 \times 10^6 BD - 31329.32 BF - 4.158 \times 10^5 CD - \\ & 4.073 \times 10^5 CE - 44082.23 CF - 39503.54 DF + 1.633 \times 10^7 ABF + 2.069 \times 10^7 ACE + 1.616 \times 10^7 ACF \\ & + 1.552 \times 10^7 ADE + 1.650 \times 10^7 ADF + 8.219 \times 10^6 AEF + 1.697 \times 10^6 BCE + 3.562 \times 10^6 BDE \\ & - 1.201 \times 10^5 BEF + 2.384 \times 10^5 CDE + 3.691 \times 10^5 CDF - 6.770 \times 10^5 CE^2 \\ & + 76410.15 DE^2 - 1.556 \times 10^7 ABEF - 1.872 \times 10^7 ACEF - 1.490 \times 10^7 ADEF - 1.520 \times 10^7 ABE^2 \\ & + 3.565 \times 10^6 ACE^2 + 1.606 \times 10^6 BCE^2 + 1.879 \times 10^6 BDE^2 + 7.080 \times 10^5 CDE^2 \quad (4.3) \end{aligned}$$

Çizelge 4.6. Mikrokapsüllerin aroma salınımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsüllerin aroma salınımı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

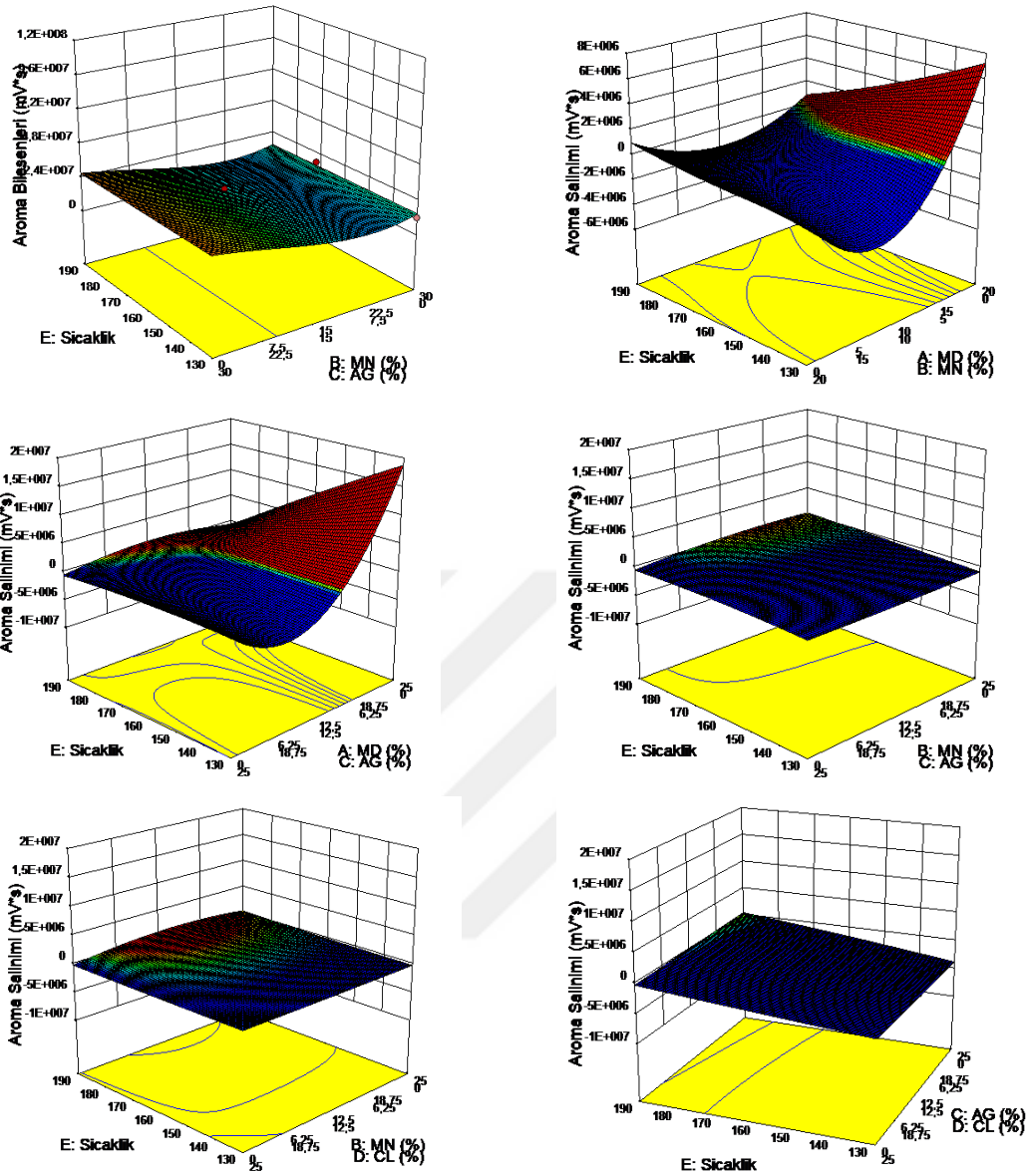
Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	19	1.307×10^{15}	$< 0.0001^{**}$
Doğrusal Karışım	3	2.772×10^{14}	0.0002^{**}
AB	1	1.113×10^{11}	0.9157
AC	1	3.449×10^{13}	0.0709
AD	1	4.107×10^{13}	0.0500^*
BC	1	8.818×10^{13}	0.0057^{**}
BD	1	3.064×10^{12}	0.5799
CD	1	1.139×10^{14}	0.0020^{**}
ABC	1	9.202×10^{13}	0.0048^{**}
ABD	1	1.945×10^{13}	0.1694
ACD	1	8.497×10^{13}	0.0065^{**}
BCD	1	1.733×10^{14}	0.0003^{**}
AB(A-B)	1	3.018×10^{14}	$< 0.0001^{**}$
AC(A-C)	1	9.011×10^{12}	0.3451
AD(A-D)	1	1.511×10^{12}	0.6970
BC(B-C)	1	9.514×10^{11}	0.7573
BD(B-D)	1	1.323×10^{14}	0.0010^{**}
CD(C-D)	1	1.074×10^{14}	0.0026^{**}
Kalıntı	27	2.635×10^{14}	
Model uyumsuzluğu	25	2.416×10^{14}	0.6615
Saf hata	2	2.187×10^{13}	
Toplam	46	1.571×10^{15}	

Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9979	0.9774	N-A	32.78	N-A	39.378

*p < 0.05 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, **p < 0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli

A: MD, B: MN, C: AG, D: CL, E: Sıcaklık, F: β-SD

İşlem değişkenlerinin çilek mikrokapsüllerinin aroma salınımı üzerindeki etkilerinin gözlemlenebilmesi için elde edilen modeller kullanılarak yanıt yüzey grafikleri oluşturulmuş ve elde edilen grafikler Şekil 4.3'te gösterilmiştir. Bu grafiklerin oluşturulabilmesi için işlem değişkenlerinden herhangi biri deneysel tasarımın merkez noktasında sabit tutulmuş, diğer iki değişkenin sonsuz sayıdaki kombinasyonları çıkarılmıştır. Şekiller incelendiğinde MD'nin AG ve MN ile ayrı ayrı birlikte kullanılması yani interaksiyonu durumunda AG ve MN miktarının artması ile aroma salınımının arttığı görülmektedir. Aroma bileşenlerinin farklı taşıyıcılar ile (arabik gam, modifiye nişasta, peynir altı suyu ve soya proteini izolatları) püskürterek kurutulduğu bir çalışmada 200 °C hava giriş sıcaklığında ve 100 °C hava çıkış sıcaklığındaki işlem koşullarında farklı oranlardaki taşıyıcıların aroma bileşenleri üzerine etkileri araştırılmış ve çalışma sonucuna göre taşıyıcı materyallerin oranının artması ile aroma bileşenlerinin daha iyi korunduğu belirlenmiştir. Ayrıca çalışmada taşıyıcı materyallerden arabik gam ve modifiye nişastanın aroma mikrokapsüllerini diğer taşıyıcı materyallere nazaran koruyamadığı, peynir altı suyu ve soya proteini izolatlarının ise kurutma esnasında uçucu bileşenleri daha iyi korumasına rağmen depolama sırasında aroma bileşenleri kayıplarının çok yüksek olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 4.3. Karışım deseniindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve ürün besleme sıcaklığının aroma salınımı üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları

4.1.4. Mikrokapsüllerin üretiminde püskürterek kurutma veriminin modelin yanıtı olarak incelenmesi

Püskürterek kurutma üzerine yapılan etken maddelerin enkapsülasyonu işlemlerinde, stabil kapsüllerin üretiminin önemli olmasının yanında daha da önemli olan bir diğer husus da kurutma işleminin ne kadar verimlilikte gerçekleştirildiğidir. Yapılan çalışmalar sonucunda laboratuvar ölçekli püskürtmeli kurutucuda kurutma işleminin verimlilik açısından başarılı olarak sayılabilmesi için ürün verimliliğinin en az %50 olması gerektiği belirtilmiştir (Bhandari vd. 1997; Vidovic vd. 2014). Bu bağlamda tez kapsamında deneme desenine göre elde edilen mikrokapsüllerin kurutma verimliliği değerleri de cevap olarak değerlendirilmiş ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.7’de

verilmiştir. Çizelge incelendiğinde püskürterek kurutma ile elde edilen örneklerin verimlilik değerlerinin %44.04 ile %86.61 arasında değiştiği; en yüksek verimlilik değerinin 170 °C’de, %23.70 arabik gam ve %1.30 çözünür lif kullanılarak üretilen örneklerde; en düşük verimliliğin ise 130 °C’de, %12.60 maltodekstrin, %12.40 çözünür lif kullanılarak üretilen örneklerde belirlendiği görülmektedir. Deneme desenine göre elde edilen ürünlerin verimlilik değerleri değerlendirildiğinde yalnızca dört adet deneme desenine (21, 32, 43 ve 50 nolu desenler) göre üretilen ürünlerin verimlilik değerlerinin %50’nin altında olduğu, test edilen parametreler açısından genel olarak çilek mikrokapsülasyonda püskürterek kurutma işleminin başarılı bir şekilde uygulanabileceği söylenebilir.

Çizelge 4.7. Deneme desenine göre üretilen mikrokapsüllerin verimlilik sonuçları (%)

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Verimlilik (%)
1	190	0.00	0.00	0.00	25.00	1	75.28±4.24
2	190	12.75	0.00	12.25	0.00	1	77.57±6.62
3	190	0.00	12.75	12.25	0.00	1	74.15±3.68
4	170	0.00	23.70	1.30	0.00	0	86.61±3.90
5	190	0.00	0.00	12.42	12.58	0	80.96±6.45
6	130	0.00	12.55	0.00	12.45	1	66.96±3.98
7	190	0.00	0.00	0.00	25.00	0	67.43±1.40
8	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	64.33±4.88
9	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	70.88±2.39
10	190	12.35	12.65	0.00	0.00	1	64.00±4.20
11	150	0.00	0.00	25.00	0.00	1	65.14±4.38
12	130	0.00	25.00	0.00	0.00	1	66.86±1.52
13	130	12.30	0.00	12.70	0.00	0	64.00±6.77
14	190	25.00	0.00	0.00	0.00	1	60.00±4.40
15	130	0.00	0.00	12.51	12.49	1	58.43±4.70
16	190	12.09	0.00	0.00	12.91	1	65.33±6.63
17	170	0.00	0.00	0.00	25.00	0	56.36±5.97
18	190	12.67	12.33	0.00	0.00	0	78.74±4.79
19	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	53.28±2.17
20	130	25.00	0.00	0.00	0.00	0	61.93±2.07
21	190	0.00	0.00	25.00	0.00	0	49.53±4.80
22	190	0.00	12.19	0.00	12.81	0	80.07±5.86
23	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	73.87±0.19
24	130	0.00	0.00	0.00	25.00	1	72.47±3.49
25	170	2.50	11.29	11.21	0.00	1	73.76±5.79
26	130	12.23	0.00	0.00	12.77	1	81.24±5.76
27	190	12.31	0.00	12.69	0.00	0	64.49±2.08
28	130	0.00	12.58	0.00	12.42	0	75.68±4.75
29	130	0.00	12.45	12.55	0.00	1	57.49±1.60
30	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	66.89±5.23
31	130	11.56	0.00	0.00	13.44	0	51.32±1.87

Çizelge 4.7'nin devamı

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Verimlilik (%)
32	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	47.12±2.47
33	130	0.00	0.00	12.35	12.65	0	50.00±1.92
34	150	25.00	0.00	0.00	0.00	0	59.49±2.78
35	150	3.34	15.77	2.71	3.18	1	62.23±3.17
36	190	0.00	0.00	25.00	0.00	1	65.89±3.48
37	190	0.00	0.00	12.75	12.25	1	51.98±3.51
38	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	52.45±2.14
39	130	0.00	0.00	25.00	0.00	1	54.80±6.20
40	130	0.00	0.00	25.00	0.00	0	83.38±4.89
41	150	0.00	25.00	0.00	0.00	0	52.26±3.97
42	190	0.00	25.00	0.00	0.00	1	71.60±1.30
43	130	12.60	0.00	12.40	0.00	1	44.04±2.89
44	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	63.82±1.40
45	170	0.00	12.63	0.00	12.37	1	60.07±2.46
46	190	0.00	25.00	0.00	0.00	0	50.00±0.15
47	190	12.81	0.00	0.00	12.19	0	64.85±5.45
48	130	25.00	0.00	0.00	0.00	1	69.73±5.64
49	190	0.00	12.34	12.66	0.00	0	53.95±5.35
50	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	48.58±2.83
51	170	16.33	0.15	3.97	4.55	1	71.66±1.18
52	130	0.00	0.00	0.00	25.00	0	73.89±4.36
53	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	55.84±0.79
54	130	0.00	12.59	12.41	0.00	0	53.69±3.97
55	190	0.00	12.48	0.00	12.52	1	76.47±1.09
56	190	25.00	0.00	0.00	0.00	0	79.80±6.51
57	130	0.00	25.00	0.00	0.00	0	69.75±0.41
58	150	0.00	12.25	12.75	0.00	0	83.73±2.10
59	130	13.03	11.97	0.00	0.00	0	69.74±0.15
60	130	12.32	12.68	0.00	0.00	1	80.86±5.34

MD: Maltodekstrin, AG: Arabik gam, CL: Çözünür lif, MN: Modifiye nişasta, β-SD: β-siklodekstrin

Püskürtmeli kurutucu işleminde uygulanan bağımsız değişkenlerin aroma mikrokapsüllerinin kurutma verimliliği üzerine etkisi varyans analizi kullanılarak değerlendirilmiş, işlem değişkenlerinin %95 güven seviyesinde etkilerini gösteren ANOVA tablosu Çizelge 4.8'de verilmiştir. Çizelgede verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, kurutma verimliliğinin model ile uyumlu olduğu ($p<0.05$), model uyumsuzluğunun hiçbir parametre üzerinde istatistiki açıdan önemli olmadığı görülmüştür. Model denkleminin yeterli kesinlik değeri verimlilik için 7.526 olarak belirlenmiş ve değerin 4'ün üzerinde olması model denkleminin yeterli olduğunu göstermiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.912 ve 0.626 olarak tespit edilmiştir. Söz konusu değerlerin 1'e yakın olması sonuç denklemlerin

deneysel verileri temsil etmede başarılı olduğu anlamını taşımaktadır. Kurutma verimliliği değerleri üzerine MD, MN, AG, ÇL ve kurutma giriş sıcaklığı değişkenleri ile MD x AG, MD x ÇL, AG x ÇL, AG x Sıcaklık, AG x β -SD, MD x MN x β -SD, MD x AG x β -SD, MD x ÇL x Sıcaklık, MN x AG x Sıcaklık, MN x AG x β -SD, MN x Sıcaklık x β -SD, AG x ÇL x Sıcaklık, AG x Sıcaklık x β -SD, ÇL x Sıcaklık x β -SD, MD x MN x Sıcaklık x β -SD, MD x AG x Sıcaklık x β -SD, AG x ÇL x Sıcaklık x β -SD interaksiyonlarının önemli seviyede etkili olduğu görülmüştür. Kurutma verimliliği için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları kullanılarak aşağıda verilen ikinci dereceden polinomial model eşitliği elde edilmiştir (Eşitlik 4.4).

$$\text{Verimlik değeri (\%)} = -206.86AC - 82.20AD - 193.54CD - 299.73CE + 94.76CF - 35.46ABF + 523.53ACE - 76.04ADE + 730.79BCE - 398.93BCF + 13.21BEF + 586.41CDE - 310.85CEF + 8.32 DEF - 154.02ABEF + 639.58 ACEF + 617.64 CDEF$$

(4.4)

Çizelge 4.8. Püskürterek kurutma verimliliği üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve mikrokapsül verimi için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	39	5304.46	0.0173*
Doğrusal Karışım	3	536.39	0.0304*
AB	1	101.80	0.1486
AC	1	255.49	0.0308*
AD	1	500.25	0.0051**
AE	1	0.014	0.9856
AF	1	98.12	0.1555
BC	1	0.82	0.8920
BD	1	14.07	0.5765
BE	1	45.94	0.3201
BF	1	5.18	0.7338
CD	1	230.79	0.0384*
CE	1	277.93	0.0254*
CF	1	245.93	0.0335*
DE	1	200.99	0.0508
DF	1	12.69	0.5957
ABE	1	48.64	0.3069
ABF	1	316.54	0.0185*
ACE	1	224.51	0.0407*
ACF	1	76.04	0.2069
ADE	1	229.03	0.0391*
ADF	1	17.27	0.5368
AEF	1	193.43	0.0547

Çizelge 4.8'in devamı

Varyasyon Kaynakları			SD	Kareler toplamı		<i>p</i> değeri
BCE			1	388.92		0.0107*
BCF			1	556.31		0.0036**
BDE			1	3.38		0.7832
BDF			1	62.80		0.2486
BEF			1	341.66		0.0152*
CDE			1	263.87		0.0287*
CDF			1	184.84		0.0596
CEF			1	298.92		0.0214*
DEF			1	253.74		0.0313*
ABEF			1	917.73		0.0006**
ACEF			1	335.07		0.0160*
ADEF			1	148.10		0.0872
BCEF			1	94.71		0.1623
BDEF			1	20.03		0.5065
CDEF			1	292.72		0.0225*
Kalıntı			12	512.49		
Model uyumsuzluğu			11	501.77		0.3626
Saf hata			1	10.72		
Toplam			51	5816.94		
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.912	0.626	N/A	9.91	N/A	7.526

*, $p < 0.05$ seviyesinde istatistiki açıdan önemli; **, $p < 0.01$ seviyesinde istatistiki açıdan önemli
A: MD, B: MN, C: AG, D: CL, E: Sıcaklık F: β -SD

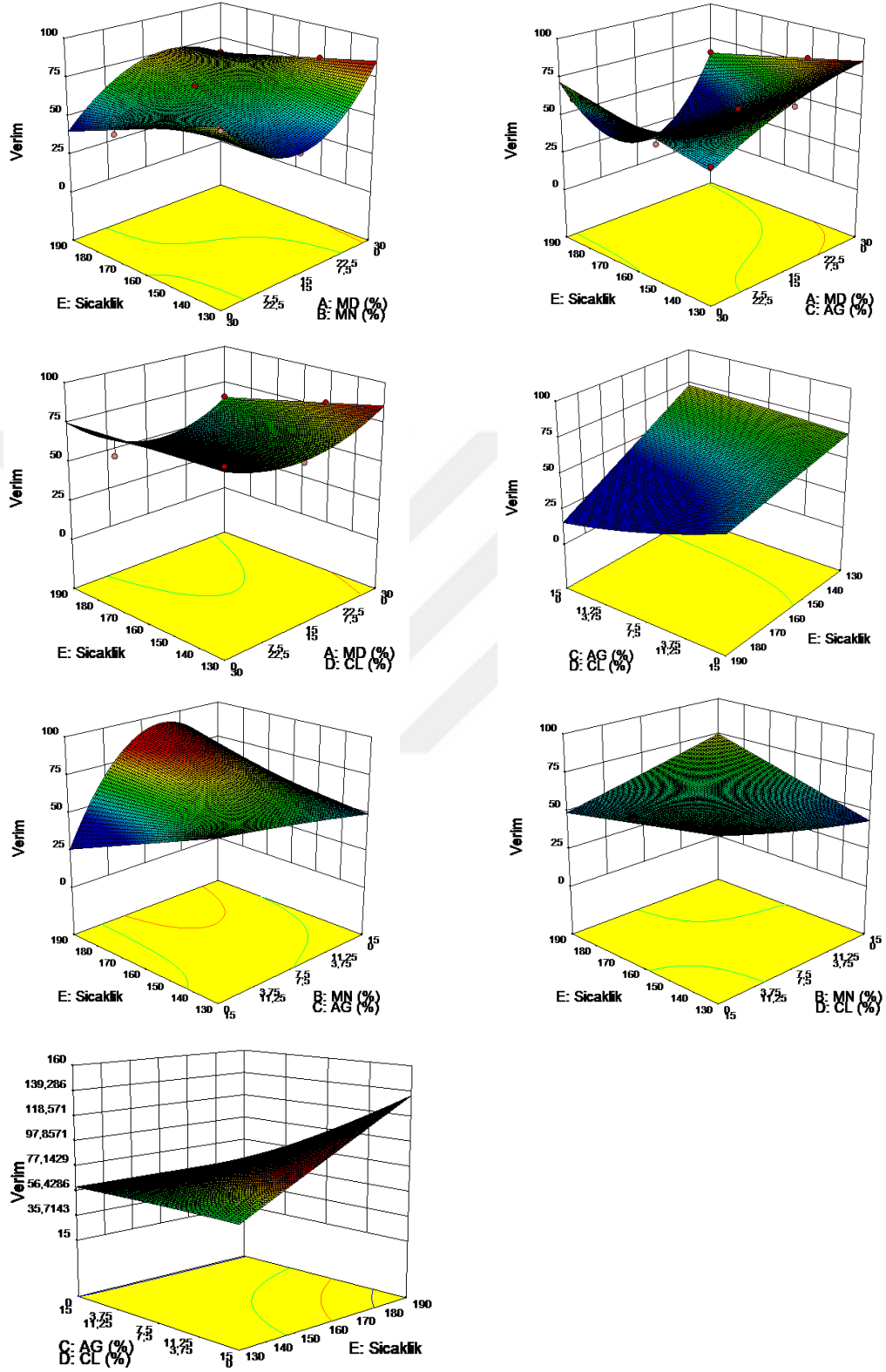
İşlem değişkenlerinin kurutma verimliliği değerleri üzerindeki etkilerinin gözlemlenebilmesi için elde edilen modeller kullanılarak oluşturulan yanıt yüzey grafikleri ve eş yükselti eğrileri Şekil 4.4'te verilmiştir. Şekiller incelendiğinde karışım içerisindeki MD oranının artmasıyla kurutma verimi değerlerinin arttığı, MN'nin ise ayrı olmak üzere AG ve ÇL ile kullanıldıkları karışımlarda daha yüksek kurutma verimi değerlerine ulaşıldığı görülmektedir. Vidovic vd. (2014) tarafından zahter olarak bilinen bitkinin uçucu bileşenlerinin püskürterek kurutma yöntemiyle kurutulmasını konu alan bir çalışma sonucunda MD oranının artmasıyla kurutma veriminin arttığı ve verimli (>%50) sayılabilecek bir kurutma için en az %10 oranında MD kullanılması gerektiği belirtilmiş, %30 ve %50 gibi daha yüksek oranlarda kullanılması durumunda ise duyuşal açıdan aranan aromanın tam olarak hissedilemediği bildirilmiştir.

Püskürterek kurutma sırasında kurutma verimliliğini etkileyen en önemli unsur kurutulacak karışımın içeriğindeki bileşenlerin camısı geçiş sıcaklığına bağlı olarak meydana gelen yapışma problemidir. Bu problemi engellemek için kurutulacak

materyallerin içerisine camsı geçiş sıcaklığını arttıracak taşıyıcı materyallerin kullanımı yaygın bir uygulamadır. Bu amaçla kullanılan MD, AG ve MD'nin yanı sıra protein bazlı taşıyıcıların düşük oranlarda kullanımı ile verimin arttırılabileceği vurgulanmıştır (Tontul ve Topuz 2017).

Çilek aromasının püskürterek kurutulduğu bir çalışmada (Pellicer vd. 2018) taşıyıcı materyal olarak MD, Hi-Cap ve MN kullanıldığı durumda kurutma verimliliğinin %44.4 ile %57.3; arasında değiştiği ifade edilmiştir. Aynı çalışmada püskürterek kurutma işlem sıcaklığının artması ile verimliliğin arttığı, hava hızının verimlilik üzerinde etkisinin çok az olduğu belirtilmiştir.

İşlem değişkenlerinin çilek mikrokapsüllerinin kurutma verimliliği üzerindeki etkilerinin gözlemlenebilmesi için elde edilen modeller kullanılarak yanıt yüzey grafikleri oluşturulmuş ve elde edilen grafikler Şekil 4.4'te gösterilmiştir. Bu grafiklerin oluşturulabilmesi için işlem değişkenlerinden herhangi biri deneysel tasarımın merkez noktasında sabit tutulmuş, diğer iki değişkenin sonsuz sayıdaki kombinasyonları çıkarılmıştır. Yanıt yüzey grafikleri incelendiğinde hava kurutma sıcaklığının artması ile kurutma veriminin arttığı gözlenmektedir. Taşıyıcı materyallerin kurutma verimine etkisi incelendiğinde ise, MD'nin MN veya AG ile interaksiyonunda MD oranının artması ile; MD'nin CL ve AG ile interaksiyonunda CL oranının artması ile; CL'nin MN ile interaksiyonunda ise MN oranının artması ile kurutma verimliliğini arttırdığı söylenebilir.



Şekil 4.4. Karışım deseniindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve giriş sıcaklığının kurutma verimi (%) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları

4.1.5. Mikrokapsüllerin çözünürlük değerlerinin modelin yanıtı olarak incelenmesi

Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen örneklerin kullanımı sırasındaki homojen olarak dağılımlarının sağlanmasında çözünürlük değerlerinin önemli olduğu düşünülmektedir. Bu nedenle mikrokapsüllerin aroma kazanımları, salınımı ve kurutma verimliliği yanında çözünürlük değerleri de cevap olarak değerlendirilmiştir. Optimizasyonda kullanılan deneme desenine göre üretilen örneklerin çözünürlük değerleri Çizelge 4.9’da verilmiştir. Çizelgeden de görüldüğü üzere elde edilen örneklerin çözünürlük değerlerinin %88.57-99.97 arasında değiştiği, hemen hemen tüm deneme desenlerine göre elde edilen çilek mikrokapsüllerinin sudaki çözünürlüklerinin %90’ın üzerinde olduğu sonucuna ulaşılmıştır. En düşük %90k çözünürlük değerinin 190°C’de %25 çözünür lif kullanılarak elde edilen örneklerin sahip olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.9. Mikrokapsüllerin çözünürlük değerleri (%)

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Çözünürlük (%)
1	190	0.00	0.00	0.00	25.00	1	99.09±0.99
2	190	12.75	0.00	12.25	0.00	1	99.71±0.66
3	190	0.00	12.75	12.25	0.00	1	98.65±0.99
4	170	0.00	23.70	1.30	0.00	0	99.07±0.51
5	190	0.00	0.00	12.42	12.58	0	97.24±0.91
6	130	0.00	12.55	0.00	12.45	1	96.57±2.67
7	190	0.00	0.00	0.00	25.00	0	97.91±0.12
8	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	93.75±0.45
9	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	99.28±0.34
10	190	12.35	12.65	0.00	0.00	1	96.09±1.75
11	150	0.00	0.00	25.00	0.00	1	99.58±0.02
12	130	0.00	25.00	0.00	0.00	1	97.13±0.98
13	130	12.30	0.00	12.70	0.00	0	95.26±0.10
14	190	25.00	0.00	0.00	0.00	1	98.91±0.49
15	130	0.00	0.00	12.51	12.49	1	98.12±0.45
16	190	12.09	0.00	0.00	12.91	1	99.90±0.02
17	170	0.00	0.00	0.00	25.00	0	98.62±0.72
18	190	12.67	12.33	0.00	0.00	0	99.47±0.92
19	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	95.11±0.57
20	130	25.00	0.00	0.00	0.00	0	99.97±0.97
21	190	0.00	0.00	25.00	0.00	0	88.57±2.46
22	190	0.00	12.19	0.00	12.81	0	98.72±0.33
23	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	99.86±0.17
24	130	0.00	0.00	0.00	25.00	1	99.97±0.50
25	170	2.50	11.29	11.21	0.00	1	96.90±0.01
26	130	12.23	0.00	0.00	12.77	1	99.97±0.87
27	190	12.31	0.00	12.69	0.00	0	98.13±0.11
28	130	0.00	12.58	0.00	12.42	0	99.39±0.70
29	130	0.00	12.45	12.55	0.00	1	98.47±0.72
30	150	15.84	0.00	0.00	9.16	0	97.76±0.82
31	130	11.56	0.00	0.00	13.44	0	99.68±0.31
32	170	12.44	12.56	0.00	0.00	0	98.13±0.88

Çizelge 4.9'un devamı

No	Giriş sıcaklığı (°C)	MD (%)	AG (%)	CL (%)	MN (%)	β-SD (%)	Çözünürlük (%)
33	130	0.00	0.00	12.35	12.65	0	99.48±0.33
34	150	25.00	0.00	0.00	0.00	0	98.30±0.97
35	150	3.34	15.77	2.71	3.18	1	97.00±2.75
36	190	0.00	0.00	25.00	0.00	1	97.05±0.99
37	190	0.00	0.00	12.75	12.25	1	99.00±0.93
38	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	99.00±0.79
39	130	0.00	0.00	25.00	0.00	1	95.08±0.59
40	130	0.00	0.00	25.00	0.00	0	96.96±0.10
41	150	0.00	25.00	0.00	0.00	0	92.14±0.95
42	190	0.00	25.00	0.00	0.00	1	96.24±0.79
43	130	12.60	0.00	12.40	0.00	1	95.71±0.68
44	170	0.15	9.58	4.15	11.12	0	95.76±0.66
45	170	0.00	12.63	0.00	12.37	1	97.49±0.78
46	190	0.00	25.00	0.00	0.00	0	94.10±0.42
47	190	12.81	0.00	0.00	12.19	0	95.27±0.44
48	130	25.00	0.00	0.00	0.00	1	97.52±0.97
49	190	0.00	12.34	12.66	0.00	0	94.31±1.17
50	170	0.00	0.00	12.52	12.48	1	97.68±0.31
51	170	16.33	0.15	3.97	4.55	1	97.85±0.65
52	130	0.00	0.00	0.00	25.00	0	99.72±0.02
53	170	12.25	0.00	12.75	0.00	0	89.34±0.92
54	130	0.00	12.59	12.41	0.00	0	94.15±1.05
55	190	0.00	12.48	0.00	12.52	1	97.96±0.38
56	190	25.00	0.00	0.00	0.00	0	95.98±0.74
57	130	0.00	25.00	0.00	0.00	0	99.02±0.51
58	150	0.00	12.25	12.75	0.00	0	95.06±1.25
59	130	13.03	11.97	0.00	0.00	0	88.91±3.75
60	130	12.32	12.68	0.00	0.00	1	99.34±0.58

MD: Maltodekstrin, AG: Arabik gam, CL: Çözünür lif, MD: Modifiye nişasta, β-SD: β-Siklodekstrin

Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinde bir diğer yanıt olarak kullanılan çözünürlük analiz sonuçlarına ait ANOVA analiz sonuçları Çizelge 4.10'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde çözünürlük sonuçlarının model ile istatistiki açıdan önemli seviyede ($p<0.01$) uyumlu olduğu, model uyumsuzluğunun ise önemsiz olduğu belirlenmiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve R^2_{djl} değerleri sırasıyla 0.8863 ve 0.7764 olarak hesaplanmıştır. ANOVA sonuçlarına göre MD x MN, MN x ÇL, MN x β-SD, MD x MN x β-SD, MN x AG x β-SD, MN x ÇL x β-SD interaksiyonlarının oldukça önemli seviyede ($p<0.01$) etkili olduğu görülmüştür. Çözünürlük için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları kullanılarak kuadratik model eşitliği elde edilmiştir (Eşitlik 4.5).

$$\text{Çözünürlük (\%)} = +12.81AB + 15.16BD + 8.99BF - 16.33ABF - 14.77BCF - 14.99BDF \quad (4.5)$$

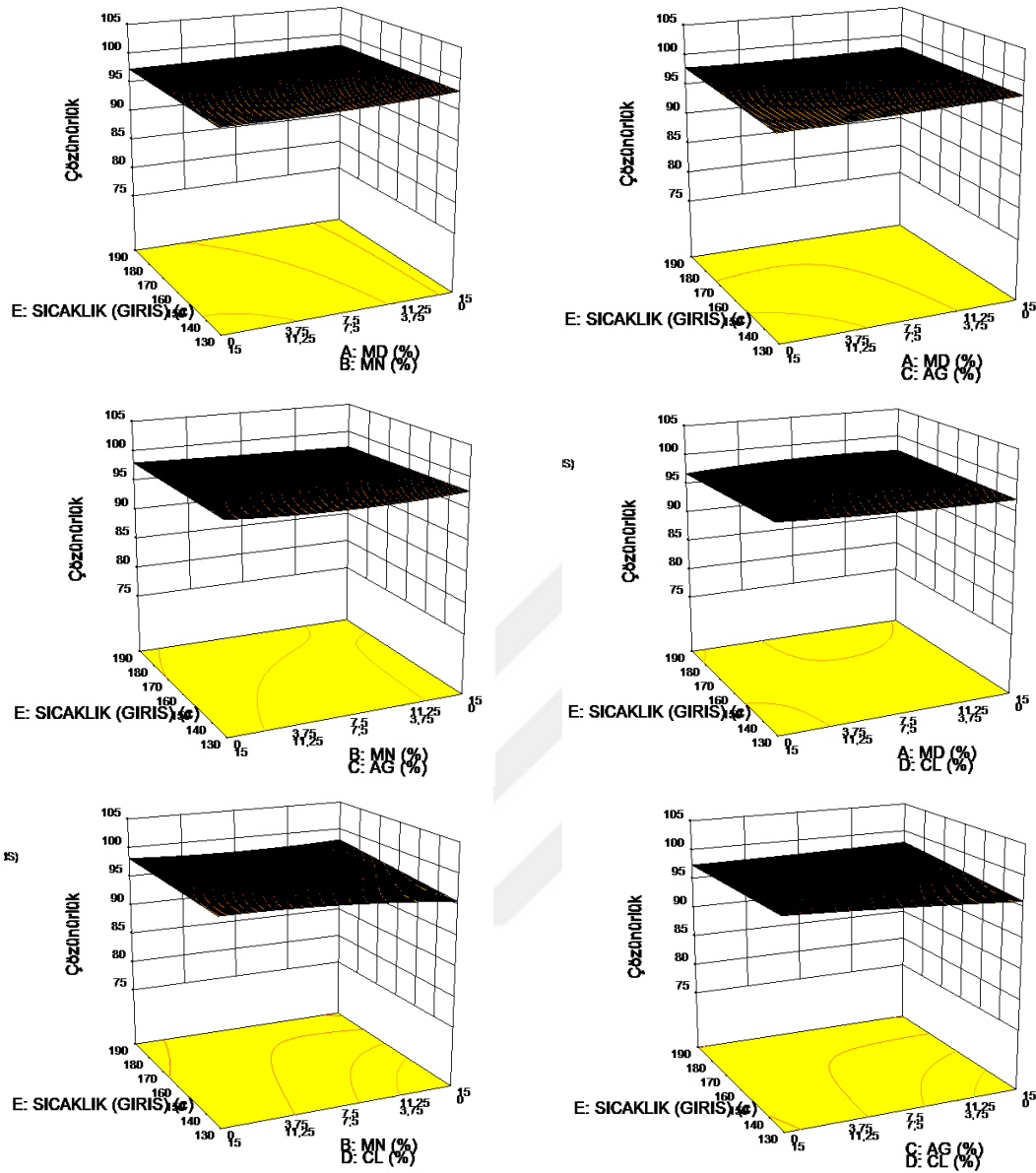
Çizelge 4.10. Mikrokapsüllerin çözünürlük değerlerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve çözünürlük oranı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistikler

Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri			
Model	29	956.20	< 0.0001**			
Doğrusal Karışım	3	336.46	< 0.0001**			
AB	1	34.94	0.0065**			
AC	1	3.22	0.3816			
AD	1	0.26	0.8012			
AE	1	3.99	0.3310			
AF	1	1.36	0.5680			
BC	1	12.70	0.0882			
BD	1	45.48	0.0023**			
BE	1	3.27	0.3784			
BF	1	436.55	< 0.0001**			
CD	1	0.032	0.9302			
CE	1	3.30	0.3758			
CF	1	1.27	0.5812			
DE	1	0.17	0.8403			
DF	1	4.30	0.3134			
ABE	1	0.48	0.7355			
ABF	1	52.55	0.0012**			
ACE	1	0.36	0.7701			
ACF	1	0.76	0.6698			
ADE	1	3.26	0.3794			
ADF	1	2.29	0.4603			
BCE	1	2.06	0.4836			
BCF	1	44.02	0.0026**			
BDE	1	7.67	0.1809			
BDF	1	53.25	0.0011**			
CDE	1	0.33	0.7793			
CDF	1	0.087	0.8852			
Kalıntı	30	122.69				
Model uyumsuzluğu	25	107.93	0.3600			
Saf hata	5	14.76				
Toplam	59	1078.89				
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.8863	0.7764	0.4638	2.09	578.48	15.007

**p < 0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, A: MD, B: MN, C: AG, D: CL, E: Sıcaklık F: β-SD

Çözünürlük toz formdaki bir ürünün sulu çözelti içerisindeki davranışını değerlendirebilmek için önemli kriterlerden biri olarak bildirilmekte ve tozun su içerisinde çözelti veya süspansiyon oluşturma kabiliyetini göstermektedir. Püskürterek kurutma ile elde edilen toz mikrokapsüllerin gıdalarda katkı maddesi olarak kullanılması durumunda yüksek çözünürlük arzu edilmekte olup, toz ürünün nem içeriğinin ve parçacık boyutunun çözünürlüğü etkilediği bildirilmektedir (Zuidam ve Nedovic 2010). Ayrıca literatürde taşıyıcı materyal kullanım oranının artması ile çözünürlüğün kısmen azaldığı, MD ve AG gibi karbonhidrat bazlı taşıyıcı maddelerin kullanılması durumunda çözünürlüğün arttığı, jelatin veya soya proteini izolatu gibi protein bazlı taşıyıcı maddelerin kullanılması durumunda çözünürlüğün azaldığı belirtilmektedir (Tontul ve Topuz 2017). Püskürterek kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerde çözünürlüğü etkileyen diğer parametreler ise son ürünün nem içeriği ile doğrudan ilişkili olan ürün besleme hızı, atomizasyon boyutu, hava giriş ve çıkış sıcaklıkları olup, kurutma verimini de etkileyen bu parametrelerden ürün besleme hızının artması, atomizasyon hızının ve hava giriş sıcaklığını ise azalması çözünürlüğü düşürmektedir (Ortega-Rivas 2006).

Eşit orandaki kaplama materyali karışımı ve sıcaklık bağımsız değişkeni ile oluşturulan yanıt yüzey grafikleri Şekil 4.5'te gösterilmiştir. Şekiller incelendiğinde püskürterek kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin taşıyıcı materyallerinin oranının değişmesi ile çözünürlüğün çok fazla değişmediği, MD'nin MN interaksiyonunda MN oranının artması ile çözünürlüğün kısmen azaldığı, MD'nin AG ile interaksiyonunda sıcaklığın azalması ile çözünürlük oranının kısmen arttığı, MD'nin CL ile interaksiyonunda ise sıcaklığın artması ile çözünürlük oranının arttığı anlaşılmaktadır.



Şekil 4.5. Karışım deseniindeki taşıyıcı maddelerin oranının ve kurutma giriş sıcaklığının çözünürlük değerleri (%) üzerine etkisinin yüzey fonksiyonları

4.2. Aljinat Kürecikleri Yöntemi ile Elde Edilen Muz Aroması Kapsüllerinin Optimizasyonu

Aljinat kürecikleri yöntemi ile aroma enkapsülasyonunun optimizasyonunda muz aroması üzerinde çalışılmış, işlemin bağımsız değişkenleri olarak aljinat konsantrasyonu, CaCl_2 konsantrasyonu, aljinat damlacıklarının damlama yüksekliği ile damlama yönü ve CaCl_2 çözeltisinin karıştırılma hızı seçilmiştir. Optimizasyon denemelerinin cevabı olarak ise aroma kazanımları ile depolama aşamasında salınımı etkilemesi açısından küreciklerin şekli/küreselliği kullanılmıştır. Yapılan ön denemeler sonucunda bağımsız değişkenlerin aralıkları belirlenmiş ve cevap yüzey metoduna göre deneme deseni oluşturulmuştur. Aroma analizleri aljinat küreciklerinin açma çözeltisinde ($0.15 \mu\text{M}$ sodyum sitrat) bekletilmesinden sonra gerçekleştirilmiş olup, aroma analizlerinde aroma

aktifler olarak tanımlanan muzun aromasından sorumlu bileşenler ile muz aromasında baskın olan ve “muz yağı” olarak da bilinen izoamil asetat bileşeninin alan değerleri kullanılmıştır.

Optimizasyon çalışmasında yer alan bağımsız değişkenlerin her bir yanıtı arasındaki ilişki regresyon analizi yapılarak oluşturulmuştur. Bunun için modellere her bir değişkenin öncelikle lineer etki terimleri, daha sonra kuadratik ve interaksiyon etki terimleri sırası ile toplu halde eklenmiş ve R^2 ile model uygunsuzluğu testi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca modellerin F ve p değerlerinin de istatistiksel olarak önemsiz çıkması halinde bu değişkenler model denkleminde çıkarılmıştır.

4.2.1. Aroma aktif madde kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin (etil bütirat, izoamil asetat, 1-hekzen-3-ol, 2-hekzen-1-ol, 3-hekzen-1-ol, asetat, 2-metilbütıl asetat, izoamil propanoat, hekzil asetat, izoamil bütirat ve izoamil izovalerat) toplam alan değerleri Çizelge 4.11’de verilmiştir. Örneklerin aroma aktif bileşenlerinin kazanımına ait alan değerleri 109.66-951.07 arasında belirlenmiş olup, en yüksek aroma kazanımı değeri %1.5 aljinat ve %3 CaCl_2 konsantrasyonu, 500 d/dk karıştırma hızı, 10 cm yükseklik, 20 mL/dk akış hızı ve akış yönünün dikey olduğu şartlarda elde edilen örneklerde; en düşük aroma kazanımı ise %2 aljinat ve %1 CaCl_2 konsantrasyonu, 250 d/dk karıştırma hızı, 1 cm yükseklik, 100 mL/dk akış hızı ve akış yönünün dikey olduğu şartlarda elde edilen kapsüllerde elde edilmiştir.

Çizelge 4.11. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanımı değerleri (alan)

No	Aljinat konsantrasyonu	CaCl_2 konsantrasyonu	Karıştırma hızı (d/dk)	Yükseklik (cm)	Akış hızı (mL/dk)	Akış yönü	Alan
1	1	1	500	1	20	Yatay	508.00
2	1.5	3	750	10	100	Dikey	932.51
3	2	3	250	5	5	Dikey	651.32
4	1.5	2	250	10	50	Dikey	472.34
5	2	1	750	1	100	Yatay	405.35
6	1.5	1	500	10	20	Yatay	488.85
7	1	3	750	5	100	Yatay	237.80
8	2	1	250	10	5	Yatay	306.50
9	1.5	1	500	5	50	Dikey	455.71
10	2	3	500	1	100	Dikey	541.22
11	1.5	2	750	10	50	Yatay	645.44
12	1	1	750	10	5	Dikey	306.05
13	1.5	2	250	10	50	Dikey	346.70
14	1	3	250	5	100	Dikey	604.25
15	2	1	750	5	50	Dikey	555.88
16	1	1	250	1	5	Dikey	382.76
17	1.5	1	500	5	50	Dikey	415.28
18	1	3	250	10	20	Yatay	353.15

Devamı arkada

Çizelge 4.11'in devamı

No	Aljinat konsantrasyonu	CaCl ₂ konsantrasyonu	Karıştırma hızı (d/dk)	Yükseklik (cm)	Akış hızı (mL/dk)	Akış yönü	Alan
19	1.5	1	250	5	100	Yatay	606.38
20	2	3	750	5	5	Yatay	494.15
21	1.5	3	250	1	20	Yatay	319.64
22	1	2	500	10	100	Yatay	275.01
23	1.5	2	500	5	5	Yatay	614.47
24	2	2	750	5	100	Dikey	311.02
25	2	1	750	10	100	Dikey	123.70
26	2	2	500	10	5	Dikey	364.85
27	2	3	250	10	100	Yatay	580.15
28	1.5	2	500	5	5	Yatay	447.20
29	1	2	750	1	100	Dikey	426.34
30	2	2	750	1	5	Dikey	370.80
31	1	3	500	5	20	Dikey	576.37
32	1.5	3	500	10	20	Dikey	951.07
33	2	3	750	10	50	Dikey	403.43
34	2	2	250	5	50	Yatay	700.59
35	2	1	250	1	100	Dikey	109.66
36	1.5	2	750	10	50	Yatay	387.73
37	2	2	250	5	50	Yatay	465.90

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin kazanımına ait ANOVA sonuçlarının yer aldığı Çizelge 4.12 incelendiğinde sonuçların model ile istatistiki açıdan önemli seviyede ($p < 0.01$) uyumlu olduğu, model uyumsuzluğunun ise önemsiz olduğu belirlenmiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{\text{döl}}$ değerleri sırasıyla 0.930 ve 0.797 olarak hesaplanmıştır. ANOVA sonuçlarına göre aljinat konsantrasyonu, damlama yüksekliği, damlama yönü, aljinat konsantrasyonu x damlama yönü, kalsiyum konsantrasyonu x karıştırma hızı, kalsiyum konsantrasyonu x damlama yüksekliği, kalsiyum konsantrasyonu x damlama yönü ve damlama hızı x damlama yönü interaksiyonlarının önemli seviyede etkili olduğu görülmüştür. Aroma kazanımı için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları kullanılarak 2FI model eşitliği elde edilmiştir (Eşitlik 4.6).

$$\text{Alan} = +1.211 \times 10^7 A - 9.074 \times 10^6 D - 1.030 \times 10^7 F - 1.795 \times 10^7 AF - 1.728 \times 10^7 BC + 1.639 \times 10^7 BD + 1.524 \times 10^7 BF - 1.127 \times 10^7 EF \quad (4.6)$$

Çizelge 4.12. Aljinat kürecikleri ile elde edilen muz kapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanım değerlerine (alan) bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve alan değerleri için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

Varyasyon Kaynakları			SD	Kareler toplamı		p değeri
Model			21	8.127 x10 ¹⁵		0.0427*
A			1	1.547 x10 ¹⁵		0.0070**
B			1	1.850 x10 ¹⁴		0.2891
C			1	5.281 x10 ¹⁴		0.0846
D			1	8.756 x10 ¹⁴		0.0318*
E			1	1.960 x10 ¹⁴		0.2759
F			1	1.353 x10 ¹⁵		0.0105*
AB			1	5.543 x10 ¹¹		0.9527
AC			1	4.983 x10 ¹⁴		0.0929
AD			1	3.898 x10 ¹⁴		0.1327
AE			1	3.774 x10 ¹²		0.8770
AF			1	2.831 x10 ¹⁵		0.0008**
BC			1	2.122 x10 ¹⁵		0.0025**
BD			1	1.544 x10 ¹⁵		0.0071**
BE			1	2.379 x10 ¹²		0.9022
BF			1	3.334 x10 ¹⁵		0.0004**
CD			1	7.487 x10 ¹³		0.4945
CE			1	5.307 x10 ¹⁴		0.0839
CF			1	6.717 x10 ¹⁴		0.0552
DE			1	5.469 x10 ¹⁴		0.0798
DF			1	6.590 x10 ¹⁴		0.0573
EF			1	1.022 x10 ¹⁵		0.0221*
Kalıntı			12	1.969 x10 ¹⁵		
Model uyumsuzluğu			8	1.410 x10 ¹⁵		0.3196
Saf hata			4	5.591 x10 ¹⁴		
Toplam			33	1.010 x10 ¹⁶		
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
2FI	0.9301	0.7968	-0.3504	26.87	2.990 x10 ¹⁶	7.078

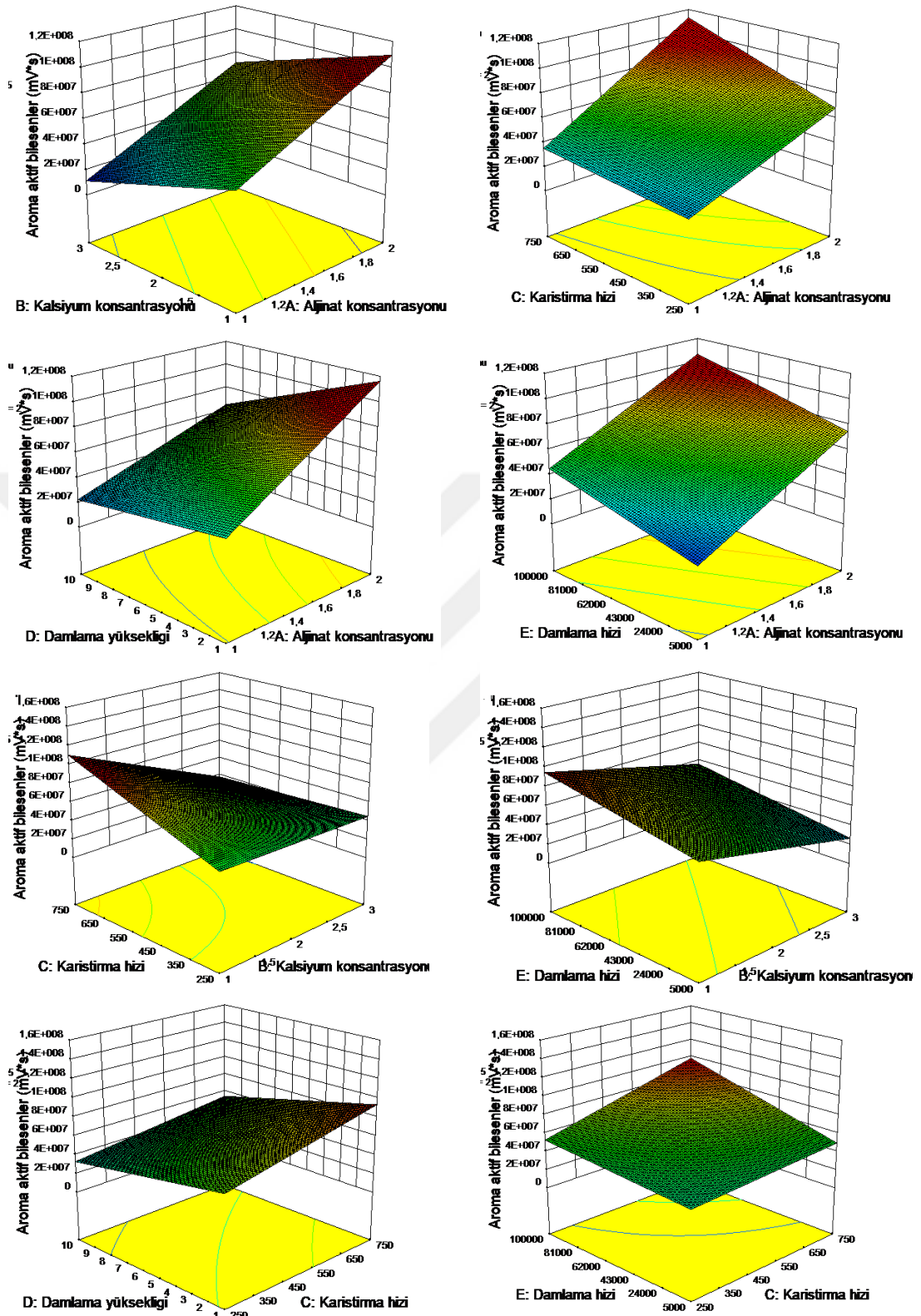
*p < 0.05 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, **p < 0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli

A-Aljinat Konsantrasyonu, B-Kalsiyum Konsantrasyonu, C-Karıştırma hızı, D-Damlama yüksekliği, E-Damlama hızı, F- Damlama yönü

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin kazanım değerlerine bağımsız değişkenlerin etkisinin daha net görülebilmesi için oluşturulan yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri Şekil 4.6'da gösterilmiştir. Şekiller incelendiğinde işlem şartlarında aljinat konsantrasyonu artırılıp, kalsiyum konsantrasyonu ve/veya damlama yüksekliği azaldıkça aroma bileşenlerinin kazanımının

arttığı görülmektedir. Aljinat konsantrasyonu ile karıştırma hızı ve/veya damlama hızının interaksyonlarında ise bağımsız değişkenlerin artması ile aroma bileşenlerinin kazanımının da arttığı anlaşılmaktadır. Kalsiyum konsantrasyonunun damlama hızı ve/veya karıştırma hızı ile interaksyonları incelendiğinde ise kalsiyum konsantrasyonunun azaldığı ve diğer bağımsız değişkenin artması ile aroma bileşenlerinin kazanımının arttığı görülmektedir. Kalsiyum çözeltisinin karıştırma hızının artması ve aljinat küreciklerinin damlama yüksekliğinin azalması durumunda ise yine aroma bileşenlerinin kazanımının arttığı belirlenmiştir.

Aroma bileşenlerinin özellikle ısı işlemler esnasında uçuculuğunu ve/veya hareketliliğini azaltan bir ortam oluşturmak için aljinat kürecikleri yönteminde aromanın aljinat içerisine hapsedilerek kütle transferine karşı direnç oluşturacağı ve aroma kapsülleme de başarılı bir yöntem olabileceği belirtilmiştir (De Roos 2003). Aljinat kürecikleri yöntemi ile aroma mikroenkapsülasyonunu konu alan az sayıda çalışmaya rastlanılmış olup, ulaşılabilen çalışmalarda da daha çok mikrokapsüllerin morfolojik özellikleri incelendiği görülmüştür (Lević vd. 2011). D-limonenin aljinat kürecikleri ile enkapsülasyonunun yapıldığı bir çalışmada farklı konsantrasyonlarda D-limonen ve aljinat çözeltisi ile elde edilen küreciklerin viskozite, iletkenlik ve morfolojik özellikleri incelenmiş olup, çalışma sonucunda aljinat konsantrasyonunun artması ile küreciklerin boyutunun arttığı buna bağlı olarak aroma bileşen miktarının arttığı bildirilmiştir (Lević vd. 2015). Esansiyel nane yağının aljinat kürecikleri ve koaservasyon yöntemi ile mikroenkapsülendiği bir çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin morfolojik özellikleri incelenmiştir. Ayrıca aynı çalışmada duyu analizin gerçekleştirilmesi için model gıda olarak dondurma seçilmiş olup analiz sonucunda aljinat kürecikleri ile üretilen nane mikrokapsülleri içeren dondurmaların daha çok beğenildiği ve nane esansiyel yağının mikroenkapsülasyonunda aljinat kürecikleri yönteminin umut verici bir teknik olarak kullanılabileceği belirtilmiştir (Yılmaztekin vd. 2019). De Roos (2003), daha önce yayımlanmış olduğu bir çalışmaya yaptığı atıfta (De Roos 1999) üretimi sırasında ısı işlem uygulanan krakerlerde sıvı aromalarda %55-60 oranında kayıp belirlerken, aljinat kürecikleri ile enkapsülennmiş aromalardaki kaybın yaklaşık %30 olduğunu vurgulamışlardır. Biyoaktif bileşenlerin kapsülennmesinde de kullanılan aljinat kürecikleri yöntemi ile yapılan birçok çalışma mevcuttur. Bu çalışmalarda da aljinat kürecikleri yönteminin mikrokapsülasyon etkinliğinde başarılı olduğu belirtilmektedir. Kekik suyunun kapsülendiği bir çalışmada enkapsülasyon etkinliği %50 ile %80 arasında olduğu belirtilmiştir (Stojanovic vd. 2011). Yapılan bir diğer çalışmada ise gallik asitin aljinat kürecikleri yöntemi ile mikrokapsülasyonu araştırılmış, çalışma sonucunda aljinat kürecikleri yöntemi ile gallik asitin stabilitesinin daha iyi koruduğu ve aljinat kürecikleri yönteminin suda çözünen fenolik bileşenler içinde umut verici bir kapsülasyon yöntemi olabileceği bildirilmiştir (Li vd. 2016)



Şekil 4.6. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerin alan değerleri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri

4.2.2. İzoamil asetat bileşeni kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Literatürde konu ile ilgili yapılan çalışmalarda muz aromasının en önemli bileşeninin izoamil asetat olduğu bildirilmiş ve bu nedenle aroma aktif bileşenlerinin yanında izoamil asetatın alan değeri (alan) de optimizasyonda cevap olarak değerlendirilmiştir. Deneme desenlerine göre elde edilen örneklerin izoamil asetat değerleri (alan) Çizelge 4.13’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde değerlerin 7.51-325.92 arasında değiştiği, en düşük değer %2 aljinat ve %1 CaCl₂ konsantrasyonu, 750 d/dk karıştırma hızı, 100 mL/dk akış hızı, 10 cm yükseklik ve akış yönünün dikey olduğu şartlarda elde edilen örneklerde; en yüksek aroma kazanımı değerinin ise %1.5 aljinat ve %3 CaCl₂ konsantrasyonu, 750 d/dk karıştırma hızı, 100 mL/dk akış hızı, 10 cm yükseklik ve akış yönünün dikey olduğu şartlarda elde edilen örneklerde olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.13. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin izoamil asetat bileşeni değerleri (alan)

No	Aljinat konsantrasyonu	CaCl ₂ konsantrasyonu	Karıştırma hızı (d/dk)	Yükseklik	Akış hızı (mL/dk)	Akış yönü	Alan
1	1	1	500	1	20	Yatay	115.73
2	1.5	3	750	10	100	Dikey	325.92
3	2	3	250	5	5	Dikey	230.14
4	1.5	2	250	10	50	Dikey	141.23
5	2	1	750	1	100	Yatay	115.55
6	1.5	1	500	10	20	Yatay	136.22
7	1	3	750	5	100	Yatay	187.76
8	2	1	250	10	5	Yatay	91.22
9	1.5	1	500	5	50	Dikey	113.01
10	2	3	500	1	100	Dikey	91.26
11	1.5	2	750	10	50	Yatay	167.99
12	1	1	750	10	5	Dikey	29.60
13	1.5	2	250	10	50	Dikey	107.21
14	1	3	250	5	100	Dikey	114.91
15	2	1	750	5	50	Dikey	122.91
16	1	1	250	1	5	Dikey	47.86
17	1.5	1	500	5	50	Dikey	134.31
18	1	3	250	10	20	Yatay	72.86
19	1.5	1	250	5	100	Yatay	190.70
20	2	3	750	5	5	Yatay	112.02
21	1.5	3	250	1	20	Yatay	71.68
22	1	2	500	10	100	Yatay	91.47
23	1.5	2	500	5	5	Yatay	239.66
24	2	2	750	5	100	Dikey	45.08
25	2	1	750	10	100	Dikey	7.51
26	2	2	500	10	5	Dikey	44.08
27	2	3	250	10	100	Yatay	295.36
28	1.5	2	500	5	5	Yatay	82.42
29	1	2	750	1	100	Dikey	187.56

Çizelge 4.13'ün devamı

No	Aljinat konsantrasyonu	CaCl ₂ konsantrasyonu	Karıştırma hızı (d/dk)	Yükseklik	Akış hızı (mL/dk)	Akış yönü	Alan
30	2	2	750	1	5	Dikey	78.30
31	1	3	500	5	20	Dikey	225.36
32	1.5	3	500	10	20	Dikey	321.97
33	2	3	750	10	50	Dikey	98.16
34	2	2	250	5	50	Yatay	195.83
35	2	1	250	1	100	Dikey	18.87
36	1.5	2	750	10	50	Yatay	99.14
37	2	2	250	5	50	Yatay	169.69

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin izoamil asetat kazanımına ait ANOVA sonuçlarının yer aldığı Çizelge 4.14 incelendiğinde sonuçların model ile istatistiki açıdan önemli seviyede ($p < 0.01$) uyumlu olduğu, model uyumsuzluğunun ise önemsiz olduğu belirlenmiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırasıyla 0.961 ve 0.846 olarak hesaplanmıştır. ANOVA sonuçlarına göre kalsiyum konsantrasyonu, karıştırma hızı ile aljinat konsantrasyonu x karıştırma hızı, karıştırma hızı x damlama yüksekliği, aljinat konsantrasyonu², kalsiyum konsantrasyonu² ve damlama yüksekliği² interaksiyonlarının önemli seviyede etkili olduğu görülmüştür. İzoamil asetat için istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları kullanılarak kuadratik model eşitliği elde edilmiştir (Eşitlik 4.7).

$$\text{Alan (İzoamil asetat)} = +4.793 \times 10^6 B + 6.737 \times 10^6 C + 3.43E - 1.196 \times 10^7 AC - 6.248 \times 10^6 CD - 7.259 \times 10^6 A^2 + 5.570 \times 10^6 B^2 - 4.772 \times 10^6 D^2 \quad (4.7)$$

Çizelge 4.14. Aljinat kürecikleri ile elde edilen muz kapsüllerinin izoamil asetat bileşeni alanı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve izoamil asetat bileşeninin alanı için model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	26	2.032×10^{15}	0.0239*
A	1	4.219×10^{13}	0.1943
B	1	2.981×10^{14}	0.0047**
C	1	2.363×10^{14}	0.0089**
D	1	7.221×10^{13}	0.0997
E	1	4.626×10^{13}	0.1760
F	1	1.606×10^{13}	0.4093
AB	1	5.250×10^{13}	0.1521
AC	1	3.593×10^{14}	0.0027**
AD	1	7.340×10^{12}	0.5729
AE	1	2.183×10^{13}	0.3393
AF	1	5.670×10^{12}	0.6195
BC	1	1.168×10^{14}	0.0444*
BD	1	1.087×10^{14}	0.0509

Devamı arkada

Çizelge 4.14'ün devamı

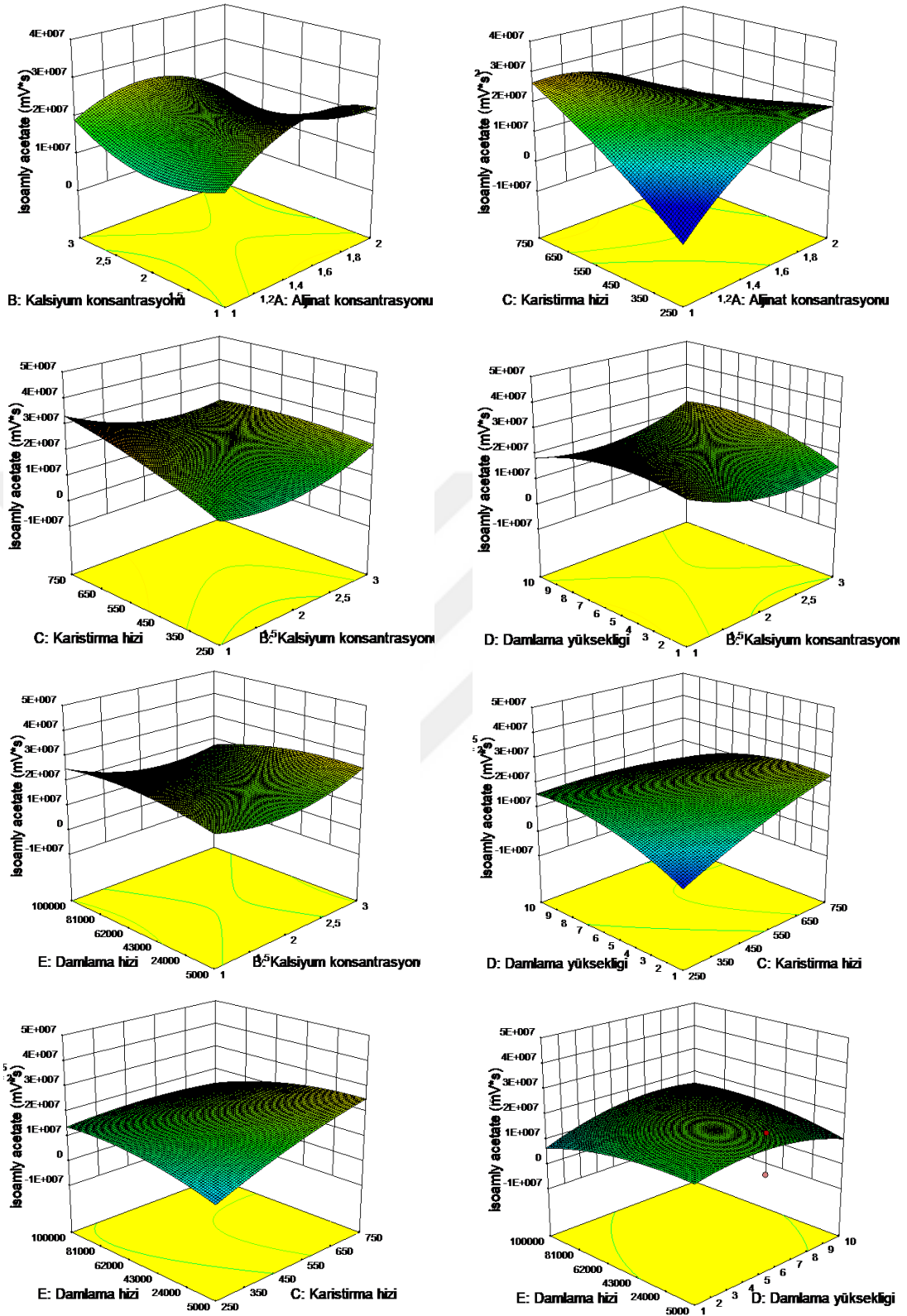
Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
BE	1	5.958 x10 ¹³	0.1299
BF	1	3.010 x10 ¹⁴	0.0046**
CD	1	1.748 x10 ¹⁴	0.0189*
CE	1	7.577 x10 ¹³	0.0929
CF	1	6.824 x10 ¹³	0.1081
DE	1	8.952 x10 ¹³	0.0714
DF	1	2.375 x10 ¹³	0.3201
EF	1	5.023 x10 ¹³	0.1603
A ²	1	2.447 x10 ¹⁴	0.0082**
B ²	1	1.661 x10 ¹⁴	0.0213*
C ²	1	1.375 x10 ¹³	0.4439
D ²	1	1.292 x10 ¹⁴	0.0365*
E ²	1	3.285 x10 ¹³	0.2471
Kalıntı	9	1.930 x10 ¹⁴	
Model uyumsuzluğu	5	3.420 x10 ¹³	0.8861
Saf hata	4	1.588 x10 ¹⁴	
Toplam	35	2.225 x10 ¹⁵	

Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9605	0.8462	-0.6721	16.42	7.142 x10 ¹⁵	13.621

*p <0.05 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, **p <0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli

A-Aljinat Konsantrasyonu, B-Kalsiyum Konsantrasyonu, C-Karıştırma hızı, D-Damlama yüksekliği, E-Damlama hızı, F- Damlama yönü

Şekil 4.7'de izoamil asetat bileşenine etki eden bağımsız değişkenlerin yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri gösterilmiştir. İzohips eğrileri incelendiğinde aljinat konsantrasyonu ve kalsiyum çözeltisinin karışma hızının azalması ile izoamil asetat bileşeninin alanının da istatistiksel olarak azaldığı görülmektedir. Kalsiyum çözeltisinin karışma hızının, damlama yüksekliği ile interaksyonu model üzerinde negatif etki gösterirken, aljinat çözeltisinin damlama hızının damlama yüksekliği ile interaksyonu ise model üzerinde pozitif etki göstermektedir. Ayrıca yine yanıt yüzey grafiklerinden aljinat konsantrasyonu ile damlama hızının azalması ile de bağımsız değişkenin hızı istatistiksel olarak önemli olarak çıkmaya da azalış göstermekte olduğu görülmektedir.



Şekil 4.7. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin izoamil asetat bileşeninin alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri

4.2.3. Aljinat kapsüllerinin morfolojik özelliklerinin modelin yanıtı olarak incelenmesi

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz mikrokapsüllerinin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için şekil faktörü (SF) ve küresellik değerleri (KD) hesaplanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.15’de verilmiştir. Elde edilen aljinat kapsüllerinin küreselliğe ne kadar yakın olduğunu gösteren (SF) değeri, 1’e ne kadar yakınsa kapsüllerin o kadar mükemmel bir küresellik gösterdiğini ifade etmektedir. Aljinat küreciklerinde kuyruk oluşumu söz konusu olduğunda ise SF değeri sıfıra yaklaşmaktadır. SF değeri genellikle küresel ve elips şeklindeki partiküllerin tanımlanmasında kullanılmaktadır. KD ise bir kürenin en uzun ve en kısa çaplarının oranı ile mükemmel bir kürenin değerini sıfır olarak kabul etmekte iken bu değer 1’e yaklaştıkça kürenin şeklinin uzadığını ifade etmektedir. KD daha çok gözyaşı ve armut şeklindeki partiküller için kullanılmakta olup, $KD < 0.05$ partiküllerin küresel olduğu kabul edilmektedir (Lee vd. 2013). Küresellik değeri en düşük yüzey/hacim oranının sağlanmasında önem arz etmektedir. Nitekim Morales vd. (2017) ve Piornor vd. (2017) yüzey alanının difüzyon hızını etkili bir rol oynadığını, küreselliğin sıfıra yakınlığının bir birim hacim başına daha az yüzey alanını ifade ettiğini böylece difüzyonun azaldığını bildirmişlerdir. Tüm bu bilgiler doğrultusunda SF değeri 1’e yakın, KD değeri ise sıfıra yakın olan kapsüllerden aroma salınımının daha yavaş gerçekleşeceği sonucuna ulaşılmaktadır. Bu bakımdan bu değerler aljinat kürecikleri yöntemi ile muz aromasının enkapsülasyonunda cevap olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.15 incelendiğinde aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen muz kapsüllerinin SF değerlerinin 0.330-1.000 arasında; küresellik değerlerinin ise 0.009-0.527 arasında değiştiği görülmektedir. SF değeri en düşük (0.330) olan 10 numaralı desene göre elde edilen muz aroması kapsüllerinin KD (0.527) de en yüksek bulunmuştur.

Çizelge 4.15. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin morfolojik özelliklerini veren şekil faktörü ve küresellik değerleri

No	Aljinat konsantrasyonu	CaCl ₂ konsantrasyonu	Karıştırma hızı	Yükseklik	Akış hızı	Akış yönü	*SF	*KD
1	1	1	500	1	20	Yatay	0.862	0.227
2	1.5	3	750	10	100	Dikey	1.000	0.013
3	2	3	250	5	5	Dikey	1.000	0.012
4	1.5	2	250	10	50	Dikey	0.999	0.009
5	2	1	750	1	100	Yatay	0.488	0.358
6	1.5	1	500	10	20	Yatay	0.996	0.010
7	1	3	750	5	100	Yatay	0.987	0.038
8	2	1	250	10	5	Yatay	0.990	0.013
9	1.5	1	500	5	50	Dikey	0.974	0.047
10	2	3	500	1	100	Dikey	0.330	0.527
11	1.5	2	750	10	50	Yatay	1.000	0.010
12	1	1	750	10	5	Dikey	0.998	0.039
13	1.5	2	250	10	50	Dikey	0.999	0.021
14	1	3	250	5	100	Dikey	1.000	0.020
15	2	1	750	5	50	Dikey	0.999	0.022

Çizelge 4.15'in devamı

No	Aljinat konsantrasyonu	CaCl ₂ konsantrasyonu	Karıştırma hızı	Yükseklik	Akış hızı	Akış yönü	*SF	*KD
16	1	1	250	1	5	Dikey	0.933	0.061
17	1.5	1	500	5	50	Dikey	1.000	0.012
18	1	3	250	10	20	Yatay	0.975	0.017
19	1.5	1	250	5	100	Yatay	0.999	0.007
20	2	3	750	5	5	Yatay	0.887	0.109
21	1.5	3	250	1	20	Yatay	0.953	0.037
22	1	2	500	10	100	Yatay	0.928	0.031
23	1.5	2	500	5	5	Yatay	1.000	0.014
24	2	2	750	5	100	Dikey	0.762	0.231
25	2	1	750	10	100	Dikey	0.892	0.106
26	2	2	500	10	5	Dikey	1.000	0.011
27	2	3	250	10	100	Yatay	0.999	0.010
28	1.5	2	500	5	5	Yatay	0.999	0.016
29	1	2	750	1	100	Dikey	0.958	0.035
30	2	2	750	1	5	Dikey	0.958	0.040
31	1	3	500	5	20	Dikey	0.984	0.022
32	1.5	3	500	10	20	Dikey	1.000	0.024
33	2	3	750	10	50	Dikey	0.936	0.058
34	2	2	250	5	50	Yatay	0.807	0.137
35	2	1	250	1	100	Dikey	0.403	0.492
36	1.5	2	750	10	50	Yatay	0.953	0.036
37	2	2	250	5	50	Yatay	0.832	0.121

*SF: Şekil faktörü değeri, *KD: Küresellik değeri

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilmiş olan muz kapsüllerinin bağımlı değişkenleri olan şekil faktörü ve küresellik değerlerine ait ANOVA analiz sonuçları Çizelge 4.16'da verilmiştir. ANOVA analiz sonuçlarına göre hem şekil faktörü hem de küresellik değerleri için model uyumsuzluğu önemsiz ($p>0.05$), model ise önemli ($p<0.05$) olarak bulunmuştur.

Muz kapsüllerinin bağımlı değişkenleri olan şekil faktörü ve küresellik değerlerinin her ikisine de etki eden bağımsız değişkenler aljinat konsantrasyonu, damlama yüksekliği, damlama hızı ile, aljinat konsantrasyonunun damlama hızı interaksyonu ve karıştırma hızının kalsiyum konsantrasyonu, damlama yüksekliği ve yönünün interaksyonlarıdır. Şekil faktöründe istatistiksel olarak önemli ($p<0.05$) çıkan etkilerin hepsi küresellik değerinde de önemli ($p<0.05$) bulunmuştur. Küresellik değerinde istatistiksel olarak önemsiz çıkan etkiler ise aljinat konsantrasyonunun kalsiyum konsantrasyonu ve karıştırma hızı ile kalsiyum konsantrasyonunun damlama hızı ve yüksekliği ile olan etkileridir. Morfolojik değerlerin analiz edildiği ANOVA tablosu incelendiğinde aljinat konsantrasyonunun, damlama yüksekliği ile hızının ve aljinat çözeltisi ile damlama hızının aljinat küreciklerinin şeklinde oldukça önemli etkileri olduğu görülmektedir ($p<0.01$).

Çizelge 4.16. Aljinat kürecikleri ile elde edilen muz kapsüllerinin şekil faktörü ve küresellik değerleri üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

Varyasyon Kaynakları	SF			KD		
	SD	Kareler toplamı	p değeri	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	26	0.96	< 0.0001**	26	0.36	< 0.0001**
A	1	0.063	< 0.0001**	1	0.024	< 0.0001**
B	1	1.162 x10 ³	0.2869	1	6.158 x10 ⁴	0.0071**
C	1	1.248 x10 ³	0.2711	1	9.751 x10 ⁴	0.0021**
D	1	0.036	0.0002**	1	0.010	< 0.0001**
E	1	0.077	< 0.0001**	1	0.021	< 0.0001**
F	1	1.598 x10 ³	0.2177	1	2.817 x10 ⁴	0.0386*
AB	1	1.139 x10 ³	0.2914	1	6.736 x10 ⁵	0.2541
AC	1	6.565 x10 ⁵	0.7931	1	2.938 x10 ⁵	0.4390
AD	1	2.764 x10 ³	0.1165	1	0.019	< 0.0001**
AE	1	0.030	0.0004**	1	0.013	< 0.0001**
AF	1	2.195 x10 ⁴	0.6333	1	9.444 x10 ⁴	0.0023**
BC	1	6.977 x10 ³	0.0234*	1	0.012	< 0.0001**
BD	1	2.350 x10 ⁴	0.6218	1	3.260 x10 ⁸	0.9790
BE	1	6.621 x10 ⁵	0.7922	1	6.755 x10 ⁵	0.2535
BF	1	1.483 x10 ⁵	0.9006	1	2.695 x10 ⁴	0.0419*
CD	1	4.772 x10 ³	0.0495*	1	3.733 x10 ³	< 0.0001**
CE	1	5.022 x10 ⁴	0.4747	1	1.561 x10 ³	0.0006**
CF	1	0.016	0.0027**	1	7.537 x10 ³	< 0.0001**
DE	1	1.064 x10 ³	0.3066	1	3.463 x10 ³	< 0.0001**
DF	1	5.019 x10 ³	0.0452*	1	9.405 x10 ⁴	0.0024**
EF	1	6.081 x10 ⁴	0.4331	1	3.992 x10 ³	< 0.0001**
A ²	1	0.016	0.0026**	1	6.768 x10 ³	< 0.0001**
B ²	1	3.896 x10 ⁴	0.5274	1	3.465 x10 ⁴	0.0259*
C ²	1	6.383 x10 ³	0.0282*	1	5.931 x10 ³	< 0.0001**
D ²	1	0.034	0.0003**	1	0.012	< 0.0001**
E ²	1	2.168 x10 ³	0.1578	1	4.517 x10 ⁴	0.0147**
Kalıntı	8	7.141 x10 ³		7	3.055 x10 ⁴	
Model uyumsuzluğu	3	5.414 x10 ³	0.0533	2	2.326 x10 ⁵	0.8204
Saf hata	5	1.728 x10 ³		5	2.823 x10 ⁴	
Toplam	34	0.97		33	0.36	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.993	0.969	-0.500	4.28	1.46	25.77
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.993	0.969	-0.500	4.28	1.46	25.77

**p < 0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, *p < 0.05 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, SF: Şekil faktörü değeri, KD: Küresellik değeri A-Aljinat Konsantrasyonu, B-Kalsiyum Konsantrasyonu, C-Karıştırma hızı, D-Damlama yüksekliği, E-Damlama hızı, F-Damlama yönü

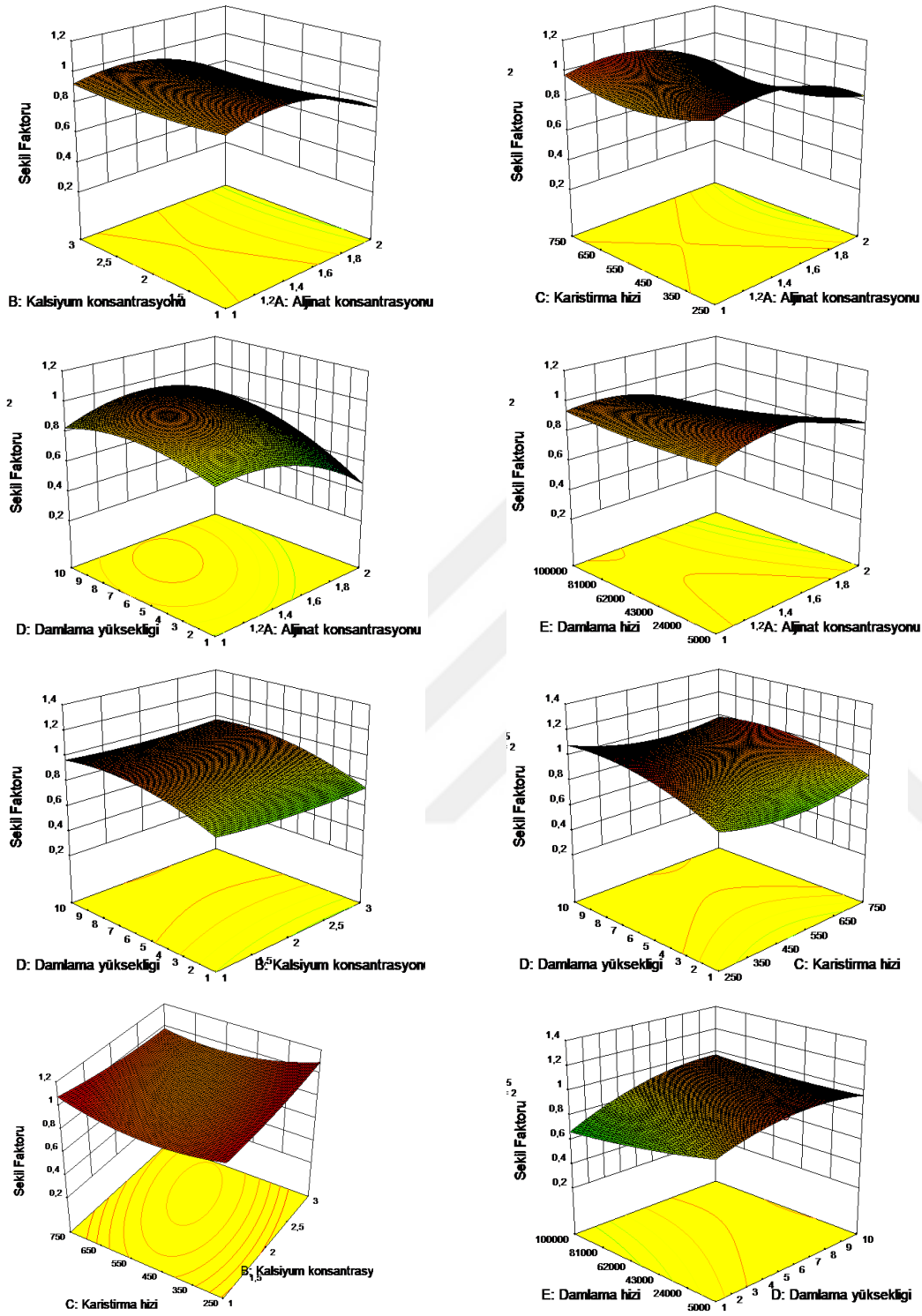
Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin şekil faktörü ve küresellik değerlerinin regresyon analizi sonucunda elde edilen denklem önemsiz etkilerin çıkarılması ile eşitlik 4.8 ve 4.9'da belirtildiği şekilde bulunmuştur.

$$\text{Şekil Faktörü} = 0.08A + 0.079D - 0.072E - 0.063AE - 0.037BC - 0.028CD + 0.040CF - 0.019DF - 0.12A^2 + 0.089C^2 - 0.087D^2 \quad (4.8)$$

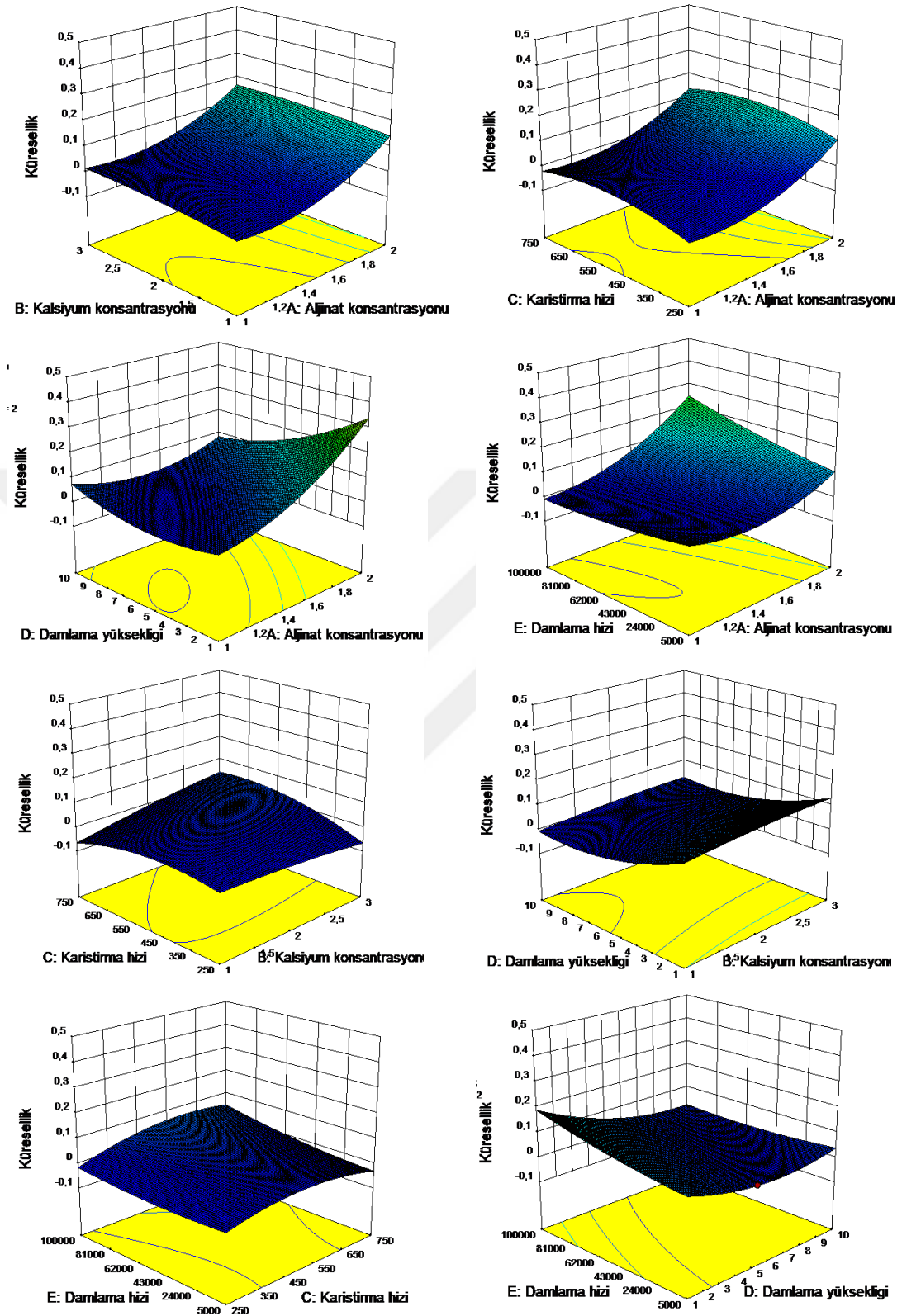
$$\text{Küresellik Değeri} = 3.813 \times 10^3 + 0.065A + 0.010B - 8.806 \times 10^3 C - 0.041D + 0.48E + 4.996 \times 10^3 F - 3.413 \times 10^3 AB - 2.3483 \times 10^3 AC - 0.075AD + 0.048AE - 0.014AF + 0.038BC + 3.043 \times 10^3 BE - 3.5.824 \times 10^3 BF + 0.025CD + 0.017CE - 0.025CF - 0.031DE + 0.011DF + 0.025EF + 0.062A^2 - 8.125 \times 10^3 B^2 - 0.042C^2 + 0.048D^2 + 0.014E^2 \quad (4.9)$$

Şekil faktörü ve küresellik değerlerine ait yanıt yüzey ve izohips eğrileri sırasıyla Şekil 4.8 ve 4.9’da gösterilmiştir. Şekillerden de rahatça görülebileceği gibi, sabit kalsiyum konsantrasyonunda aljinat konsantrasyonunun artması ile damlacıkların küreselliği bozulmaktadır. Benzer şekilde aljinat konsantrasyonunun ve damlama hızının artması ile damlacıklar küresellikten uzaklaşarak damlacıklarda kuyruk oluşumu gerçekleşmektedir. Damlama hızı ve yüksekliğinin küreselliğe etkisi incelendiğinde ise her iki bağımsız değişkenin artması ile kapsüllerin şeklinin mükemmel küreselliğe yaklaştığı görülmüştür.

Aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsülasyon tekniği üzerine yapılan birçok bilimsel araştırma mevcut olup yapılan çalışmalarda araştırmacıların özellikle elde edilen kapsüllerin morfolojik yapısı üzerine odaklandığı görülmektedir. Farklı tekniklerle aljinat kürecikleri üretimi üzerine yapılan bir çalışma kapsamında şırınga yardımı ile elde edilen aljinat küreciklerinde aljinat konsantrasyonunun artması ile kapsüllerin gittikçe deformasyona uğradığı, %3 ve %4 aljinat konsantrasyonlarında vizkozitenin artışı ile boncuk büyüklüğü dağılımının ve şeklinin bozulduğu belirtilmiştir (Prüsse vd. 2008). Benzer şekilde aljinat kürecikleri yöntemi ile yağ kapsülasyonu üzerine yapılan bir çalışmada aljinat konsantrasyonu ve kapsüllenen yağ içeriğinin artması ile küre yapısının gittikçe kuyruklu olduğu, küresellik değeri sıfırdan uzaklaşarak 0.2 değerlerine ulaştığı bildirilmiştir (Chan 2011). Kakao ekstraktının aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsüle edildiği başka bir çalışmada ise yüksek kalsiyum konsantrasyonlarında elde edilen kapsüllerin sertliğinin arttığı ve çapının azaldığı (Lupo vd. 2015); %1 ve %2’lik CaCl_2 konsantrasyonlarında aljinat küreciklerine aljinat konsantrasyonunun etkisinin daha fazla olduğu rapor edilmiştir (Chang ve Dobashi 2003). Lević vd. (2015) tarafından yapılan bir çalışma sonucunda aljinat konsantrasyonunun artması ile D-limonen içeren kapsüllerin çapının arttığı bildirilmiştir. Başka bir çalışma sonucunda ise aljinat konsantrasyonunun artması ile yağ içeren daha küçük aljinat kürecikleri eldesinin mümkün olduğu, ancak konsantrasyonun %3.5’i geçmesi ile kuyruk oluşumunun oldukça fazla gözlemlendiği rapor edilmiştir (Chan 2011). Morales vd. (2017) aljinat kürecikleri ile yağların mikrokapsülasyonu üzerine yaptıkları bir çalışmada farklı damlama yükseklikleri (5, 15 ve 30cm) ile farklı damlama akış hızlarının (30, 60 ve 90 mL/sa) küreselliğe etkilerini araştırmış ve sonuç olarak belirtilen akış hızlarının küreselliğe istatistiksek olarak bir etkisinin olmadığı, ancak aljinat çözeltisinin damlama hızının artması ile küreselliğin sıfırdan uzaklaştığını bildirmişlerdir.

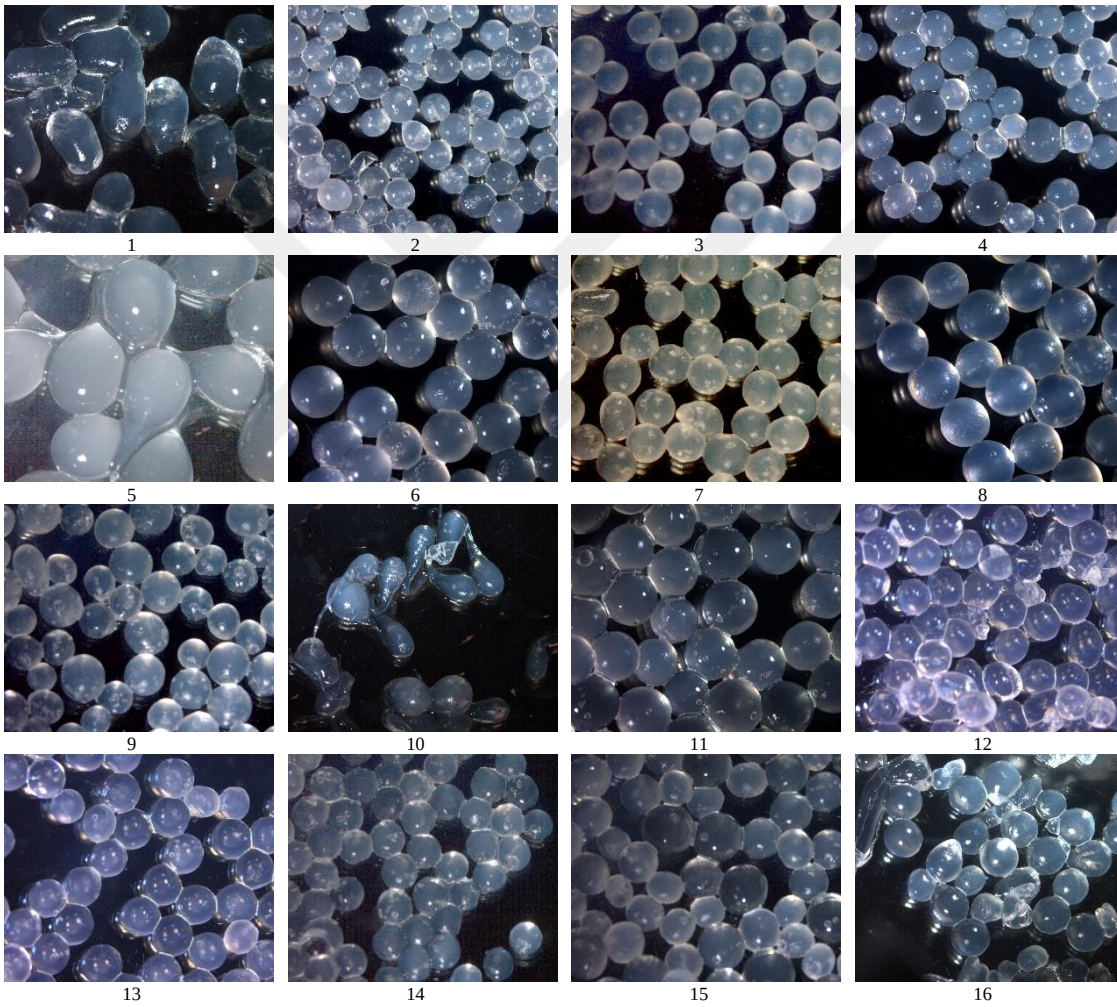


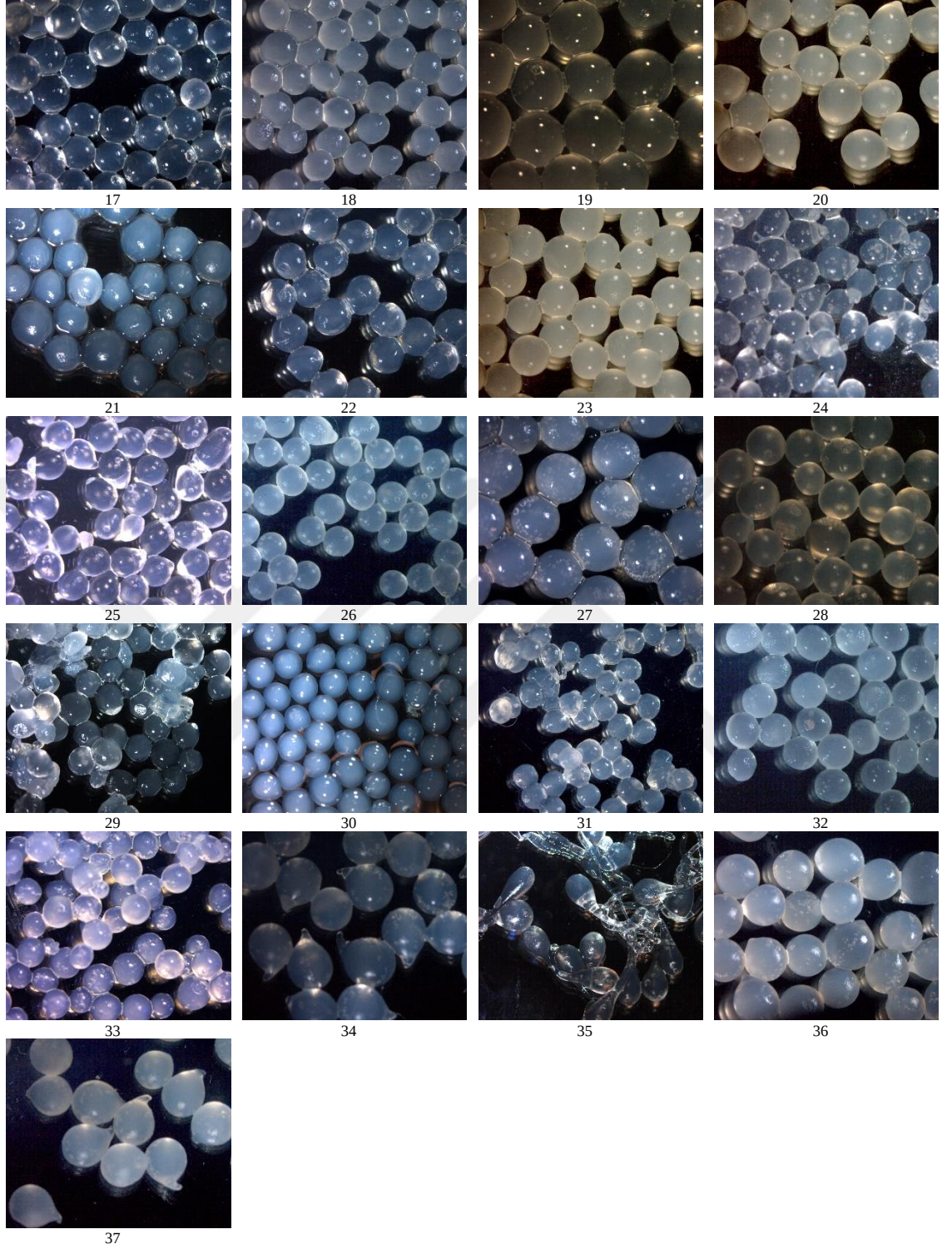
Şekil 4.8. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin şekil faktörü değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri



Şekil 4.9. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin küresellik değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğriler

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin morfolojik yapısına ilişkin ölçülen sayısal değerler ve bu değerlerin kullanılmasıyla elde edilen veriler bu başlığın ilk bölümünde verilmişti. Her bir deneme desenine göre elde edilen kapsüllerin görüntüleri stereo-mikroskop (Stemi 2000-C, Zeiss, Göttingen, Almanya) ve AxioCamerC5 kamera (Stemi 2000-C, Zeiss, Göttingen, Almanya) sistemi ile ayrıca alınarak bu görüntüler Şekil 4.10'da gösterilmiştir. Verilen görüntüler incelendiğinde 1, 5, 10 ve 35 nolu görüntülerdeki aljinat kapsüllerinin uniform bir küreselliğe sahip olmadığı görülmektedir. Nitekim Çizelge 4.15'de verilen kapsüllere ait SF değerleri ve KD'leri incelendiğinde 1, 5, 10 ve 35 nolu deneme desenlerine göre üretilen muz aroması kapsüllerinin SF değerlerinin 1'den uzak, KD'lerinin ise 0.5'e yakın olduğu görülmektedir. Bu bakımdan elde edilen görüntüler ile sayısal verilen uyumlu olduğunu söylemek mümkündür.





Şekil 4.10. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması kapsüllerinin mikroskop görüntüleri

4.3. Koaservasyon Yöntemi ile Elde Edilen Karpuz Aroması Mikrokapsüllerinin Optimizasyonu

Tezin “*Kaynak Taraması*” kısmında da detaylı olarak açıklandığı üzere koaservasyon tekniği ile enkapsülasyon işlemi zıt yüklü iki ya da daha fazla polimerin birbiri içerisinde kısmi olarak çözündürülüp, gluteraldehit, formaldehit, genipin ve transglutaminaz gibi enzimlerinin ilavesi ile duvar materyalinin sertleşmesinin sağlanmasıyla gerçekleşmektedir. Ardından elde edilen koaservantlar stabilitelerinin korunması ve/veya gıda üretiminde kullanımlarının kolaylaşması amacıyla dondurarak veya püskürterek kurutma yöntemleriyle toz forma dönüştürülmektedir. Bu bağlamda tez kapsamında koaservasyon yöntemi ile aroma enkapsülasyonunun optimizasyonunda karpuz aroması materyal olarak kullanılmış ve bağımsız değişkenler olarak enzim miktarı (TG), polimer konsantrasyonunun oranı ve koaservasyon süresi seçilmiştir. Optimizasyon denemelerinin cevabı olarak ise aroma kazanımları ile salınımı değerleri kullanılmıştır. Yapılan ön denemeler sonucunda bağımsız değişkenlerin aralıkları belirlenerek cevap yüzey metoduna (Box-Behnken) göre deneme deseni oluşturulmuştur.

4.3.1. Aroma kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Koaservasyon yöntemi elde edilen mikrokapsüllerin aroma kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesinde, karpuz mikrokapsülleri saf su içerisinde çözündürüldükten sonra GC-MS ile analiz edilmiş ve elde edilen alan değerleri Çizelge 4.17’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde aroma kazanımı alan değerlerinin $3.72-252.07 \times 10^5$ arasında değiştiği görülmektedir. Optimizasyonda kullanılan 16 denemeye göre elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinden aroma kazanım değerleri incelendiğinde, 3 (12.27×10^5), 10 (8.48×10^5), 11 (26.88×10^5) ve 12 (3.72×10^5) nolu deneme desenlerine göre elde edilen örneklerden en düşük kazanımların belirlendiği görülmüştür. Deneme desenlerinde polimer miktarlarının %1, 3 ve 5 oranlarında kullanıldığı, en düşük kazanımların elde edildiği 3, 10, 11 ve 12 nolu deneme desenlerinin hepsinde de polimer miktarının en düşük limit olan %1 oranında kullanıldığı görülmektedir.

Çizelge 4.17. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma kazanımı değerleri (alan)

	Süre (saat)	Enzim Konsantrasyonu (UA/g)	Polimer Oranı (%)	Alan (10^5)
1	18	22.5	3	138.19
2	12	30	3	69.58
3	18	15	1	12.27
4	24	15	3	64.99
5	24	30	3	81.40
6	18	22.5	3	88.71
7	24	22.5	5	77.17
8	18	22.5	3	42.42
9	18	22.5	3	93.29
10	24	22.5	1	8.48
11	18	30	1	26.88
12	12	22.5	1	3.72
13	18	15	5	252.07
14	12	15	3	57.77
15	12	22.5	5	89.01
16	18	30	5	149.78

Elde edilen sonuçlara varyans analizi uygulanarak test edilen parametrelerin ve modelin önemlilik derecesi test edilmiştir. Varyans analizi sonucunda modelin R^2 ve $R^2_{döl}$ değerleri sırası ile 0.7938 ve 0.7319 bulunmuştur. Model denkleminin yeterli kesinliğinin göstergesi olan sinyal gürültü oranı aroma kazanımı değerleri için 8.90 olarak belirlenmiştir. Yukarıdaki bölümlerde de belirtildiği üzere bu değerin 4'ün üzerinde olması model denkleminin yeterli olduğunu göstermektedir.

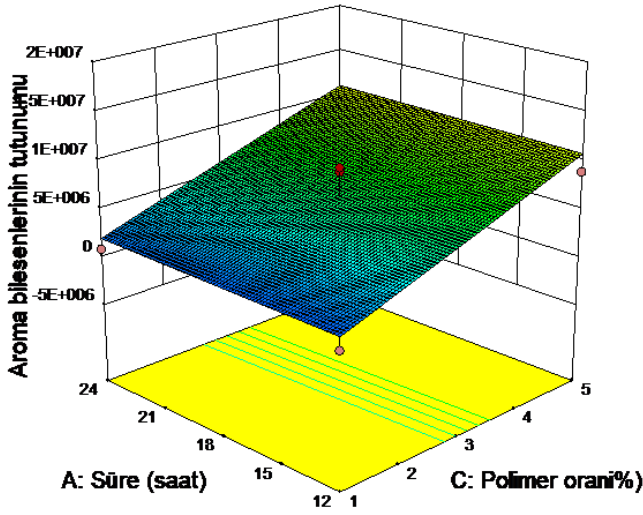
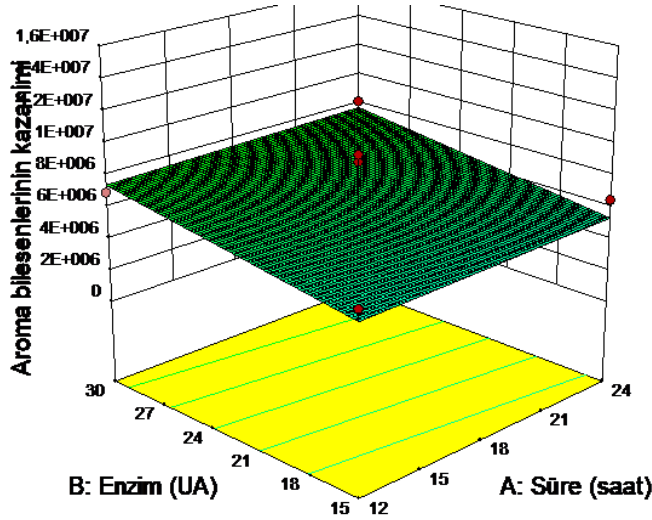
Çizelge 4.18. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması kapsüllerinden aroma bileşenlerinin kazanımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel değerler

Varyasyon Kaynakları			Kareler toplamı		SD	p değeri
Model			1.635x10 ¹⁴		3	0.0015**
A			1.788 x10 ¹¹		1	0.8511
B			9.537 x10 ¹²		1	0.1897
C			1.386 x10 ¹⁴		1	0.0003**
Kalıntı			4.817 x10 ¹³		10	
Model uyumsuzluğu			3.233 x10 ¹³		8	0.7970
Saf hata			1.584 x10 ¹³		2	
Toplam			2.117 x10 ¹⁴		13	
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Doğrusal	0.7938	0.7319	0.5687	35.50	9.129 x10 ¹³	9.744

**p < 0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, A-Süre, B-Enzim konsantrasyonu, C-Polimer oranı

Koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerden elde edilen aroma bileşenlerinin alan cinsinden değerlerine ait oluşturulan model denklemini Eşitlik 4.10'da, değişkenler kullanılarak elde edilen yanıt yüzey ve izohips grafikleri ise Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Enzim miktarı ve süreye bağlı çizilen izohips eğrisinde görülen doğruluktan da anlaşılabilirdiği gibi bağımlı değişkenler üzerinde bu etkilerin lineer bir etkisinin olduğu, özellikle bağlayıcı olarak kullanılarak enzim miktarının artması ile aroma bileşenlerinin kazanımının arttığı gözlenmektedir. Benzer şekilde polimer oranının süreyle interaksyonunda ise polimer oranının artması aroma bileşenlerinin kazanımı üzerine pozitif etki göstermektedir.

$$\text{Alan} = +4.528 \times 10^6 \text{C} \quad (4.10)$$



Şekil 4.11. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma bileşenlerinin alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrisi

Farklı aroma bileşenlerinin etkisinin yoğun olarak hissedildiği tatlı portakal yağının koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonun optimizasyonunu konu alan çalışmada polimer olarak soya proteini ve arabik gam kullanmış ve optimizasyon sonucunda mikrokapsüllerde en iyi sonucun 1:1 oranında polimer kullanılması ile elde edildiği sonucuna ulaşılmıştır (Jun-xi vd. 2011). Ayrıca çalışmada tatlı portakal yağı mikrokapsüllerinde GC-MS cihazı ile aroma analizi gerçekleştirilmiş olup, tatlı portakal yağında %89.65 oranında belirlenen D-limonen bileşeninin koaservasyon işlemi sonrası toz ürün elde etmek amacı ile yapılan püskürterek kurutma işleminden sonra %90.97 oranında tespit edildiği görülmüştür. Tatlı portakal yağı mikrokapsüllerinde D-limonen bileşeninde tespit edilen düşük miktardaki artışın nedeni olarak, D-limonen dışındaki bazı aroma bileşenlerinin (11 adet) işlem sonrası tespit edilememesi ile tatlı portakal yağında eser miktarda bulup tespit edilemeyen diğer başka bileşenlerin (β -pinen, bütül izosiyanid) ise elde edilen mikrokapsüllerde tespit edilebildiği gösterilmiştir. Aroma verici özelliğe sahip limonen bileşeninin koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonunun araştırıldığı başka bir çalışmada ise çapraz bağlayıcı olarak gluteraldehit kullanılmış olup elde edilen koaservatlar dondurarak kurutulmuştur. Çalışmada ayrıca limonen bileşeni taşıyıcı

materyal olarak modifiye nişasta kullanılarak püskürterek kurutma yöntemiyle de kurutulmuştur. Nitekim çalışmada püskürterek kurutulan limonen bileşeninin oksidasyonunda önemli bir artış tespit edilmişken koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin stabilitesinin korunduğu ve sonuç olarak aromalar gibi hassas bileşenlerin kapsülasyonunda koaservasyon yönteminin başarılı bir teknik olarak kullanılabileceği vurgulanmıştır (Leclercq vd. 2008). Göde ve Kebapçı (2013) tarafından yapılan bir çalışmada gül esansı jelatin/arabik gam duvar materyalleri kullanılarak kompleks koaservasyon yöntemi ile mikroenkapsüle edilmiş, polimer oranının, çapraz bağlayıcı çeşidi ve miktarı ile çözelti pH'sının mikrokapsülasyona etkileri araştırılmıştır. Çalışma sonucunda bire bir oranında kullanılan polimer oranının aroma kazanımı açısından en iyi sonuçları verdiği, çapraz bağlayıcı olarak kullanılan glutraldehitin formaldehitten daha etkili olduğu ve glutraldehit ile tanecik formunda (6-8 µm) mikrokapsüllerin elde edilebileceği bildirilmiştir. Koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyon yönteminde kullanılan glutraldehite (çapraz bağlayıcı) alternatif olarak genipin bileşeninin kullanımının araştırıldığı bir tez çalışmasında da portakal yağının değişik oranlardaki jelatin/arabik gamın farklı konsantrasyonlardaki genipin bileşeni ile farklı reaksiyon sürelerindeki etkileri incelenmiştir. Çalışma sonucunda çapraz bağlayıcı olarak genipinin mikrokapsülasyon için kullanılabileceği, ancak aroma bileşenlerinin korunumunda optimizasyon şartlarının (duvar malzemesi, duvar malzemesi oranı, pH, süre vb) belirlenmesi gibi ileri çalışmaların yapılması gerektiği önerisi bildirilmiştir (Buldur 2012). Koaservasyon yöntemi ile nane yağının mikrokapsülasyonunun araştırıldığı bir çalışmada çapraz bağlayıcı olarak glutraldehit ve formaldehite ek olarak transglutaminaz (TG) enzimi kullanılmıştır. Çalışma sonucunda 15U/g enzim kullanılarak, 15°C'de 6 saat sertleşme süresi sonunda optimum olarak nane yağının enkapsüle edilebileceği sonucuna ulaşılmıştır (Dong vd. 2008). Lv vd. (2014) tarafından yapılan ve esansiyel yasemin yağının koaservasyon yöntemi ile nanokapsülasyonun araştırıldığı bir başka çalışmada çapraz bağlayıcı olarak TG enzimi kullanılmış ve elde edilen nanokapsüllerin ısıl stabilitesi araştırılmıştır. 80°C'lik su banyosunda alkali koşullarda nanokapsüllerin 7 saate kadar dayanabildiği rapor edilmiştir. Mentol ve ksilitolün kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonunun araştırıldığı bir çalışmada ise duvar materyali olarak %5'lik jelatin ve %5'lik arabik gam kullanılmış olup, 7 °C'de 24 saat süre sonunda elde edilen mikrokapsüller daha sonra stabilitesinin korunması ve kullanım kolaylığı açısından dondurarak kurutulmuştur. Koaservasyon yöntemiyle elde edilen mentol ve ksilitol mikrokapsüllerinin sakızı çiğnenmesi esnasında kademeli olarak serbest kalarak istenen kontrollü salınımın gerçekleştiği bildirilmiştir (Santos vd. 2014). Hardal tohumu yağının koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonunun araştırıldığı bir çalışmada ise %1 oranında jelatin/arabik gam duvar materyallerine farklı konsantrasyonlarda genipin çapraz bağlayıcı ilave edilmiş ve elde edilen mikrokapsüller dondurarak kurutulmuştur. Çalışma sonucunda hardal yağında %90 oranında baskın olarak bulunan aroma bileşenlerinin mikrokapsülasyon sonucunda %71 oranında korunduğu bildirilmiştir (Peng vd. 2014).

4.3.2. Aroma aktif maddelerin kazanımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Koaservasyon yöntemi elde edilen mikrokapsüllerin aroma kazanılmasının modelin yanıtı olarak incelenmesinde bir diğer cevap olarak ise, toplam aroma kazanımının yanında istenen aromanın kullanılacağı ürünlerde hissedilmesinin önemli olması bakımından karpuz aromasına özgü bazı aroma aktif bileşenlerinin (karpuz, kavun, tatlı, meyvemsi) notalarına katkı sağlayan 5-Heptenal-2,6-dimetil-, Z-6-nonenal, E-6-nonenal ve 6-Nonen-1-ol asetat bileşenleri) kazanımı kullanılmıştır. Karpuz mikrokapsüllerinin saf su içerisinde çözündürüldükten sonra GC-MS ile analizi sonucu elde edilen yukarıdaki aroma aktif bileşenlerinin değerlerine (alan) ait sonuçlar Çizelge 4.19'da verilmiştir. Çizelge 4.19 incelendiğinde aroma aktif bileşenlerine ait değerlerin $1.97 \cdot 10^5$ - $103.03 \cdot 10^5$ arasında değiştiği, en düşük değer 12 nolu deneme deseni kullanılarak elde edilen örneklerin, en yüksek değerin ise 1 nolu deneme desenine göre elde edilen örneklerin sahip olduğu görülmektedir. Karpuz mikrokapsüllerine özellikle üzerinden aroma aktif bileşenlerin mikrokapsüller içerisindeki kazanım oranı göz önünde bulundurulmuştur (Çizelge 4.19). Optimizasyon sonuçları incelendiğinde 3 ($7.03 \cdot 10^5$), 10 ($6.46 \cdot 10^5$) ve 12 ($1.97 \cdot 10^5$) nolu deneme deseni desenlerine göre elde edilen örneklerden en düşük kazanımların belirlendiği görülmüştür. Aroma bileşenlerinin kazanımının incelendiği bir önceki bölümde de elde edilen sonuçları destekler nitelikte en düşük kazanımların elde edildiği 3, 10 ve 12 nolu deneme desenlerinin hepsinde de polimer oranının %1 oranında kullanıldığı görülmektedir.

Çizelge 4.19. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerine ait değerler (alan)

No	Süre (saat)	Enzim Konsantrasyonu (UA/g)	Polimer Oranı (%)	Alan (10^5)
1	18	22.5	3	103.03
2	12	30	3	35.06
3	18	15	1	7.03
4	24	15	3	45.05
5	24	30	3	42.87
6	18	22.5	3	42.33
7	24	22.5	5	38.88
8	18	22.5	3	32.74
9	18	22.5	3	46.74
10	24	22.5	1	6.46
11	18	30	1	24.45
12	12	22.5	1	1.97
13	18	15	5	93.37
14	12	15	3	27.25
15	12	22.5	5	17.50
16	18	30	5	28.69

Karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin kazanımının alan cinsinden değerlerine ANOVA istatistik analizi uygulanmış ve sonuçlar Çizelge 4.20’de verilmiştir. Bağımsız değişkenlerin etkilerinin önemliliği F ve p değerlerinden bulunmuş ve $p > 0.05$ olan etkiler önemsiz kabul edilerek model eşitliğinden (Eşitlik 4.11) çıkartılmıştır.

$$\text{Alan} = +1.732 \times 10^6 C - 2.053 \times 10^6 BC \quad (4.11)$$

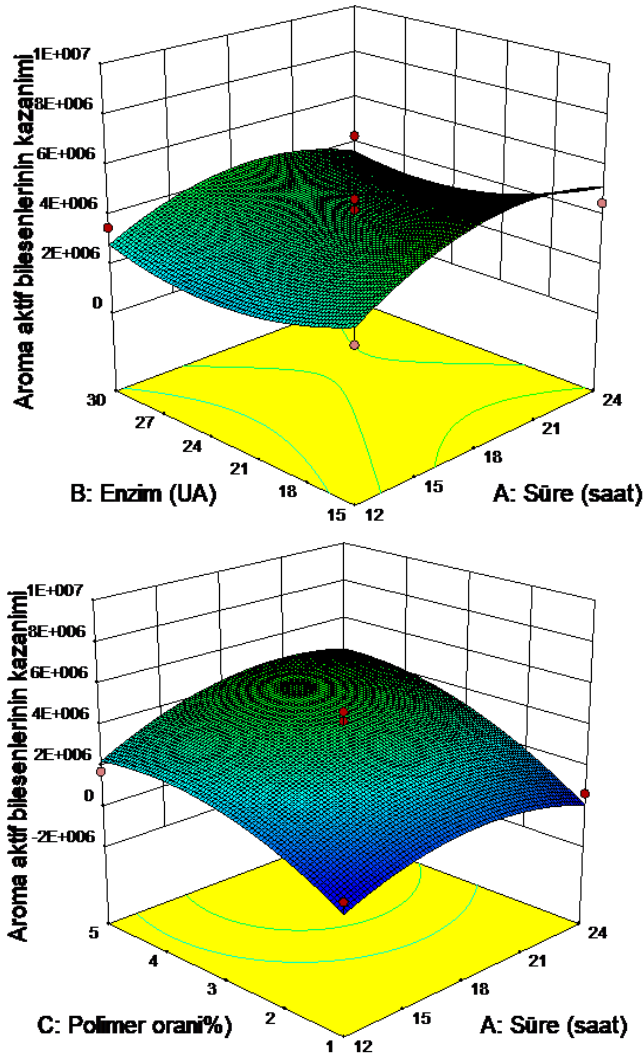
Ayrıca çizelgede kalıntı, saf hata ve model uyumsuzluğu değerleri de verilmiştir. Bağımlı değişken için bu değerler beklenildiği gibi çıkmış olup, modelin deneysel veriyi ne kadar karşıladığını gösteren R^2 ve $R^2_{\text{döl}}$ değerleri ise sırası ile 0.9951 ve 0.8867 olarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.20. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroma aktif bileşenlerin kazanımı değerleri üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

Varyasyon Kaynakları				SD	Kareler toplamı		<i>p</i> değeri
Model				9	6.229 x10 ¹³		0.0439*
A				1	3.313 x10 ¹²		0.1792
B				1	2.165 x10 ¹²		0.2625
C				1	2.399 x10 ¹³		0.0085**
AB				1	2.495 x10 ¹¹		0.6861
AC				1	7.134 x10 ¹¹		0.5012
BC				1	1.685 x10 ¹³		0.0169*
A ²				1	5.876 x10 ¹²		0.0921
B ²				1	3.381 x10 ¹²		0.1755
C ²				1	5.130 x10 ¹²		0.1096
Kalıntı				5	6.794 x10 ¹²		
Model uyumsuzluğu				3	5.770 x10 ¹²		0.2174
Saf hata				2	1.024 x10 ¹²		
Toplam				14	6.908 x10 ¹³		
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik	
Lineer	0.9951	0.8867	0.5128	24.92	2749.65	7.862	

** $p < 0.01$ seviyesinde istatistiki açıdan önemli, * $p < 0.05$ seviyesinde istatistiki açıdan önemli, A-Süre, B-Enzim konsantrasyonu, C-Polimer oranı

Bağımsız değişkenlerin karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin alanı üzerindeki etkileri Şekil 4.12’de gösterilen yanıt yüzey ve izohips eğrilerinden daha net bir şekilde anlaşılmaktadır. Bu grafiklerde bağımsız değişkenlerin herhangi biri merkez noktasında sabit tutulup, diğer iki bağımsız değişkenin sonsuz sayıdaki kombinasyonları verilmektedir. İzohips eğrileri incelendiğinde polimer oranının artması ile aroma aktif bileşenlerinin kazanımının arttığı, benzer şekilde koaservasyon süresinin artmasının da aroma bileşenlerinin kazanımı açısından pozitif etki yaptığı görülmektedir.



Şekil 4.12. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerin alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri

4.3.3. Aroma madde salınımının modelin yanıtı olarak incelenmesi

Koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüller, aroma analizleri bekletilmeden GC-MS cihazında gerçekleştirilmiştir. Aroma salınımı karpuz aromasında etkili olan cis-3-hekzenyl asetat, 5-heptenal, 2,6-dimetil- (melon heptenal), Z-6-nonenal, 6-nonen-1-ol asetat aroma aktif bileşenlerinin toplam alanı cinsinden hesaplanmış olup Çizelge 4.21’de mikroankapsüllerin aroma aktif bileşenlerinin değerleri verilmiştir. Çizelge incelendiğinde koaservasyon yönteminin optimizasyonunda elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin toz formundan aroma salınımının en yüksek olduğu sonuçlar 11 nolu denemede ($112.24 \cdot 10^5$) olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.21. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerinin salınımı değerleri (alan)

No	Süre (saat)	Enzim Konsantrasyonu (UA/g)	Polimer Oranı (%)	Alan (10 ⁵)
1	18	22.5	3	49.35
2	12	30	3	17.58
3	18	15	1	2.12
4	24	15	3	10.42
5	24	30	3	35.00
6	18	22.5	3	36.80
7	24	22.5	5	24.91
8	18	22.5	3	15.91
9	18	22.5	3	39.70
10	24	22.5	1	0.35
11	18	30	1	112.27
12	12	22.5	1	1.61
13	18	15	5	87.12
14	12	15	3	33.06
15	12	22.5	5	35.67
16	18	30	5	51.66

Çizelge 4.21’de verilen ANOVA analizi sonuçlarına göre, koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aromalarının aroma salınımının model ile uyumlu olduğu ($p < 0.05$), model uyumsuzluğunun ise istatistiki açıdan önemli olmadığı gözlenmiştir. Önerilen model denkleminin R^2 ve R^2_{diz} değerleri sırasıyla 0.9915 ve 0.9962 olarak tespit edilmiştir. Söz konusu değerlerin 1’e yakın olması sonuç denklemlerin deneysel verileri temsil etmede başarılı olduğu anlamını taşımaktadır. Model denkleminin yeterli kesinliğinin göstergesi olan sinyal gürültü oranı mikrokapsülasyon verimliliği için 23.52 olarak belirlenmiş ve değerin 4’ün üzerinde olması model denkleminin yeterli olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.22. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin salınımı değerleri üzerine bağımsız değişkenlerin etkisini gösteren ANOVA tablosu ve model uygunluğunun test edilebilmesi için kullanılan istatistiksel veriler

Varyasyon Kaynakları	SD	Kareler toplamı	p değeri
Model	9	1.279 x10 ¹⁴	0.0311*
A	1	8.921 x10 ⁹	0.9534
B	1	8.773 x10 ¹²	0.1117
C	1	3.256 x10 ¹²	0.2930
AB	1	4.011 x10 ¹²	0.2491
AC	1	1.512 x10 ¹¹	0.8102
BC	1	5.300 x10 ¹³	0.0052**
A ²	1	3.298 x10 ¹³	0.0134*
B ²	1	1.369 x10 ¹³	0.0610
C ²	1	1.647 x10 ¹²	0.4415
Kalıntı	5	1.180 x10 ¹³	0.3581
Model uyumsuzluğu	3	5.848 x10 ¹²	0.0311*
Saf hata	2	5.949 x10 ¹²	
Toplam	14	1.397 x10 ¹⁴	

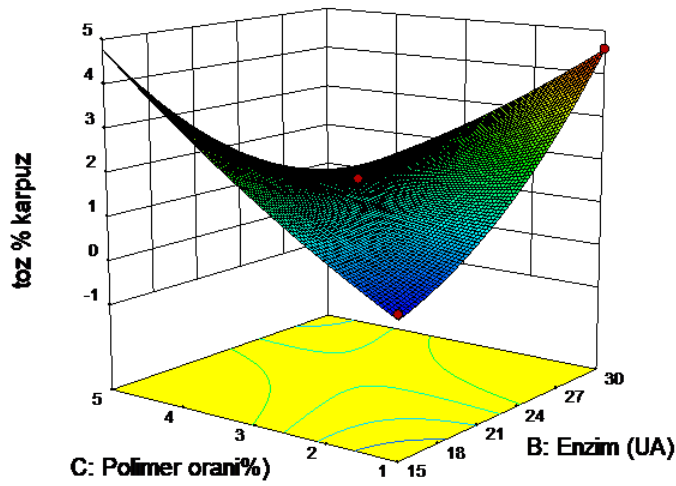
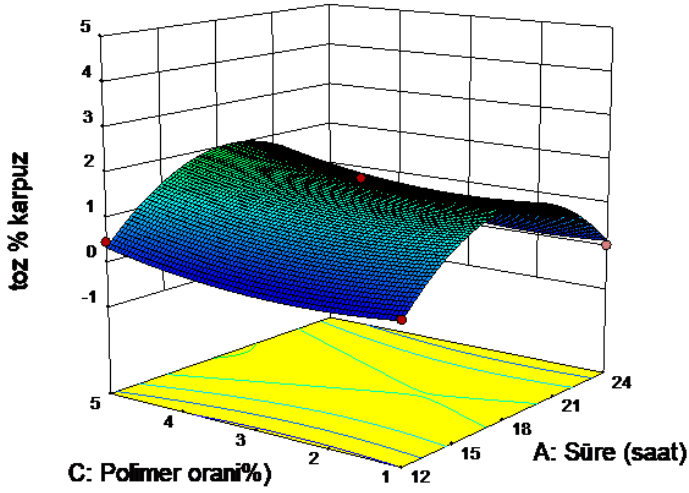
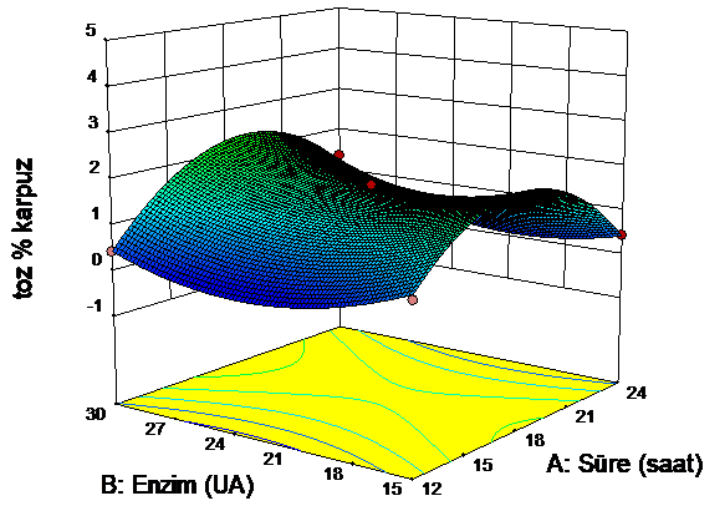
Model	R ²	R ² _{dzl}	Pred-R ²	CV %	PRESS	Yeterli kesinlik
Kuadratik	0.9155	0.7962	N/A	44.49	N/A	8.133

**p <0.01 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, *p <0.05 seviyesinde istatistiki açıdan önemli, A-Süre, B-Enzim konsantrasyonu, C-Polimer oranı

Karpuz aroması mikrokapsüllerinin salınımı ifade eden Eşitlik, istatistiksel açıdan önemli varyasyon kaynakları kullanılarak elde edilmiş ve Eşitlik 4.12’de verilmiştir.

$$\text{Alan} = -3.640 \times 10^6 \text{ BC} - 3.211 \times 10^6 \text{ A}^2 \quad (4.12)$$

Karpuz aroması mikrokapsüllerinden aroma salınımı üzerine bağımsız değişkenlerin etkilerinin gözlemlenebilmesi için oluşturulan yanıt yüzey grafikleri ve eş yükselti eğrileri Şekil 4.13’te gösterilmiştir. Şekil 4.13 incelendiğinde, aroma salınımı üzerine işlem süresi ile birlikte kullanılan enzim miktarı ve polimer oranının ayrı ayrı interaksiyonlarının benzer etkilere sahip olduğu; enzim miktarı ve polimer konsantrasyonunun artmasının salınımı arttırdığı anlaşılmaktadır.



Şekil 4.13. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşenlerin salınımının alan değeri için yanıt yüzey grafiği ve izohips eğrileri

4.4. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Test Edilen Parametreler Açısından Optimizasyonu ve Sonuçların Deneysel Doğrulanması

Tezin bundan önceki 4.1, 4.2 ve 4.3 nolu başlıkları altında 3 farklı enkapsülasyon yöntemi için seçilen bağımsız değişkenler ile bu değişkenlerin optimum değerlerini belirlemek için kullanılan cevaplar için elde edilen deneysel veriler verilmiş ve işlem değişkenlerinin bu değerler üzerindeki etkisi detaylı bir şekilde tartışılmıştır. Tezin bu bölümü ise programın vermiş olduğu optimum işlem şartlarının tahminlenen bağımlı değişkenlere ait değerleri ile bu değerlerin deneysel olarak doğrulanmasına ilişkin sonuçları içermektedir.

Tez kapsamında aromaların mikrokapsülasyonunda kullanılan yöntemlerden biri olan püskürterek kurutma işleminin optimizasyonunda bağımsız değişkenler olarak kullanılan kurutma havası giriş sıcaklığı (130°C-190°C) ve farklı taşıyıcı maddelerin (β -siklodekstrin, arabik gam, maltodekstrin, modifiye nişasta ve çözünür lif) oranları elde edilen mikrokapsüllerde aroma salınımı minimize eden, toplam aroma ile aroma aktif bileşenlerinin kazanımı, kurutma verimi ve mikrokapsüllerin çözünürlüğünü ise maksimize eden değerler kullanılarak optimize edilmiştir. Bu doğrultuda programdan elde edilen tahminlenen değerler ile deneysel olarak elde edilen değerlerin hata payı aşağıda verilen eşitlik (4.12) kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 4.23'te verilmiştir.

$$\text{Hata (\%)} = (|d_{\text{deneysel}} - d_{\text{tahminlenen}}| / d_{\text{deneysel}}) \times 100 \quad (4.13)$$

Program tarafından püskürterek kurutma şartlarının optimum noktaları olarak hava giriş sıcaklığı 190°C; kullanılan MD oranı %15.30; MN oranı %1.83 ve AG oranı %12.87 olarak belirlenmiş, ayrıca β -SD (%1) varlığının da optimum koşullar içerisinde olması gerektiği bulunmuştur. Program tarafından belirlenen optimum şartların uygulanabilirliğinde tahminlenen ile deneysel değerler arasındaki sapmanın (hatanın) büyüklüğü önem taşımaktadır. Çizelge 4.23 incelendiğinde GC-MS cihazı ile belirlenen cevaplara ait tahminlenen-deneysel değerleri arasındaki sapmanın yüksek, GC-MS cihazından bağımsız olarak ölçülen kurutma verimi ile mikrokapsüllerin çözünürlüğü değerlerindeki sapmaların ise oldukça küçük olduğu görülmektedir. Hatta deneysel olarak ölçülen aroma değerlerinin, tahminlenen değerlerden oldukça yüksek olduğu görülmüştür. Bu durumun tez kapsamında optimizasyon çalışmaları ile doğrulama çalışmalarının zorunlu olarak farklı GC-MS cihazlarında gerçekleştirilmiş olmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Çünkü doğrulama amaçlı üretilen mikrokapsüllerin aroma analizleri güncel teknoloji ile donatılmış olan GC-MS cihazında yapılmış ve cihazın hassasiyetinin yüksek olmasına bağlı olarak bu cihazla daha fazla sayıda aroma bileşenin tespit edilebildiği görülmüştür. Optimizasyon çalışmalarında aroma analizlerinin yapıldığı GC-MS cihazı kullanılarak daha az sayıda aroma bileşeni tanımlanmış olmasına rağmen, doğrulama çalışmalarının da bu cihazla devam ettirilmesi durumunda tahminlenen-deneysel değerler arasındaki farkın düşük olacağı beklenmektedir. Ancak bu durum cihazın arızalanarak çalışamaz durumda olmasına bağlı zorunlu olarak yeni bir GC-MS cihazı ile çalışmalara devam edilmesi nedeniyle sağlıklı bir şekilde ortaya koyulamamıştır.

Çizelge 4.23. Optimum koşullarda püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin test edilen parametrelerine ilişkin tahminlenen ve deneysel değerleri

Cevaplar	Tahminlenen değer (10 ⁵)	Deneysel değer (10 ⁵)	*Hata (%)
Aroma bileşenlerinin salınımı	1.51	1.26	19.74±2.08
Aroma bileşenlerinin kazanımı	400.13	467.99	17.65±1.65
Aroma aktif bileşenlerin kazanımı	387.80	481.65	19.48±2.57
Kurutma verimi	83.73	85.17	1.69±0.11
Mikrokapsüllerin çözünürlüğü	97.34	98.19	0.87±0.05

*Hata değerleri ortalama±standart hata şeklinde verilmiştir.

Tez kapsamında optimizasyon şartlarının belirlendiği bir diğer yöntem olan aljinat kürecikleri ile muz aroması enkapsülasyonunda, işlem koşulları olarak aljinat konsantrasyonu (%1, 1.5 ve 2), kalsiyum konsantrasyonu (%1, 2 ve 3), damlama hızı (5, 20, 50 ve 100 mL/dk), damlama yüksekliği (1, 5 ve 10 cm) damlama yönü (yatay, dikey) ve kalsiyum çözeltisinin karıştırılma hızı (250, 500 ve 750 d/dk) seçilmiş olup, bu koşullar elde edilen muz aroması kapsüllerinin şekline (küresellik değeri ve şekil faktörü değerlerinin küreye en yakın şekle sahip olmasını sağlayan değerler) ve muz aromasında en baskın bileşen olan izoamil asetat bileşeninin mikrokapsüllerdeki alan değerine (maksimize eden) göre optimize edilmiştir. Bu bağlamda istenebilirlik fonksiyonu yaklaşımı sonucunda istenebilirliği program tarafından 1.000 olarak verilen 72 çözümden ilk çözüm (aljinat konsantrasyonu %1.32; kalsiyum konsantrasyonu %1.0; damlama hızı 100 mL/dk; damlama yüksekliği 4.4 cm ve kalsiyum çözeltisinin karıştırma hızı 650 d/dk ve damlama yönü yatay) optimum işlem şartları olarak seçilmiştir. Bu doğrultuda programdan elde edilen tahminlenen değerler ile deneysel olarak elde edilen değerlerin hata payı Eşitlik 4.12 kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 4.24'te verilmiştir.

Çizelge 4.24. Optimum koşullarda aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin test edilen parametrelerine ilişkin tahminlenen ve deneysel değerleri

Cevaplar	Tahminlenen değer (10 ⁵)	Deneysel değer (10 ⁵)	*Hata (%)
Aroma aktif bileşenlerin kazanımı	2523.12	2983.97	15.44±1.23
İzoamil asetat miktarı	942.56	1148.68	17.18±0.84
Şekil faktörü	1.00	1.01	0.99±0.04
Küresellik değeri	0.00	0.03	0.98±0.07

*Hata değerleri ortalama±standart hata şeklinde verilmiştir

Çizelge 4.24 incelendiğinde muz aroması kapsüllerinin aroma değerlerine ilişkin tahminlenen ve deneysel sonuçları arasındaki sapmanın %5'ten fazla olduğu görülmektedir. Bu durumun nedeni olarak bundan önceki püskürterek kurutma şartlarının optimizasyonu kısmında da bahsedildiği üzere optimizasyon ve doğrulamaya ilişkin aroma çalışmalarının farklı GC-MS cihazlarında gerçekleştirilmesi görülmektedir. Aljinat küreciklerinin şekilselliğine ilişkin SF değerleri ile küresellik değerlerinin tahminlenen/deneysel sonuçlarının ise <1 olduğu görülmüştür.

Tez kapsamında optimizasyon çalışması yapılan bir diğer yöntem ise koaservasyon yöntemidir. Koaservasyon yöntemi ile muz aromasının mikrokapsülasyonunda optimum üretim şartlarının belirlenmesinde polimer konsantrasyonunun oranı, enzim konsantrasyonu ve koaservasyon işleminin süresi dikkate alınarak belirlenmiştir. Box Behnken deneme deseni yanıt yüzey metodu kullanılarak gerçekleştirilen optimizasyonda aroma bileşenlerinin salınımının en düşük, aroma bileşenleri ile özellikle aroma aktif bileşenlerin mikrokapsüller içerisindeki miktarının maksimum olmasını sağlayan işlem koşullarının optimum nokta olarak belirlenmesi hedeflenmiştir. Deneme deseninde bağımsız değişken olarak seçilen polimer konsantrasyonunun oranı %1-5, enzim konsantrasyonu 15-30UA ve işlem süresi ise 12 ile 24 saat aralığında belirlenmiştir. Design Expert 10.0 paket programının belirlediği çözümlerden ilk sırada verilen çözüm şartları seçilmiştir. Bu noktadaki bağımsız değişkenlerin optimum koşulları polimer konsantrasyonu oranı %5, enzim miktarı 20 UA ve işlem süresi 24 saat olarak belirtilmiştir. Bu doğrultuda programdan elde edilen tahminlenen değerler ile deneysel olarak elde edilen değerlerin hata payı Eşitlik 4.12 kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 4.25'te verilmiştir. Çizelge incelendiğinde aroma bileşenlerinin salınımına ait hesaplanan hata değerinin %12.96, aroma bileşenlerinin kazanımına ait hata değerinin %8.70 ve aroma aktif bileşenlerinin kazanımına ait hata değerinin ise %4.90 olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.25. Optimum koşullarda koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin test edilen parametrelerine ilişkin tahminlenen ve deneysel değerleri

Cevaplar	Tahminlenen değer (10 ⁵)	Deneysel değer (10 ⁵)	Hata* (%)
Aroma bileşenlerinin salınımı	32.16	36.96	12.96±1.49
Aroma bileşenlerinin kazanımı	404.30	442.82	8.70±1.08
Aroma aktif bileşenlerin kazanımı	63.06	60.11	4.90±0.76

*Hata değerleri ortalama±standart hata şeklinde verilmiştir

Her bir enkapsülasyon yönteminin optimum şartlarının belirlenmesinde ayrı aroma maddeleri kullanılmış olup, belirlenen optimum şartlardaki üretim ise 3 aroma maddesi (çilek, muz ve karpuz) için de gerçekleştirilmiştir. Üretilen aroma kapsülleri 2 farklı sıcaklıkta (4 ve 25 °C) 60 gün süreyle depolanmış ve depolamanın 0., 15., 30. ve 60. günlerinde ürünlerde bazı kalite analizleri yapılmıştır. Püskürterek kurutma yönteminin optimum koşullarındaki taşıyıcılar kullanılarak elde edilen karışımlar ayrıca dondurarak kurutulmuş ve bu örneklerde depolama boyunca analiz edilmiştir. Depolama çalışmalarının kontrolü olarak ise enkapsülasyon işlemi uygulanmamış olan aromalar kullanılmıştır.

4.5. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Optimum Şartlarında Üretilen Aroma Kapsüllerinin DSC Analizi Sonuçları

DSC gıdaların camsı geçiş sıcaklığını ölçmek için kullanılmaktadır. Camsı geçiş sıcaklığı amorf yapının tersiyer olarak camsı fazdan lastiksi faza geçtiği sıcaklık olarak tanımlanmakta olup, gıdaların kimyasal bileşimleri ve nem içerikleri camsı geçiş sıcaklığını etkilemektedir. Saf suyun camsı geçiş sıcaklığının -138°C olmasına bağlı olarak, gıdaların nem içeriklerinin artması camsı geçiş sıcaklığı (T_g) değerlerinin azalmasına neden olmaktadır. T_g , kurutma sırasında görülen yapışma problemi ve depolama stabilitesi açısından önem taşımakta olup, kurutma sırasında yapışma probleminin önlenmesi için kurutulacak ürünlere MD, AG ve MN gibi yüksek T_g değerlerine sahip taşıyıcı materyaller eklenmektedir (Koç 2015).

Her bir enkapsülasyon yönteminin optimum şartlarında üretilen aroma kapsüllerinin DSC termotogramlarına ait grafikler EK-1 de verilmiştir. Enkapsülasyonda kullanılan taşıyıcıların ve farklı yöntemlerle üretilen aroma kapsüllerinin T_g değerleri ekte verilen bu termotogramlar kullanılarak belirlenmiştir. DSC analizi sonucunda enkapsülasyon amaçlı tez kapsamında kullanılan jelatin, sodyum aljinat, arabik gam, maltodekstrin, modifiye nişasta, β -siklodekstrin ve çözünür lif malzemelerinin T_g değerleri sırasıyla 117.16°C , 44.16°C , 142.15°C , 124.61°C , 160°C , 145.42°C ve 147.79°C olarak tespit edilmiştir. Elde edilen aroma kapsüllerinin T_g değerlerine ilişkin sonuçlar da Çizelge 4.26'da verilmiş olup, püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin T_g değerleri 132.53 - 163.69°C arasında, aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen kapsüllerin 64.66 - 80.16°C arasında, koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin 115.81 - 123.11°C arasında ve dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin ise 172.04 - 180.21°C arasında belirlenmiştir.

Çizelge 4.26. Optimum koşullarda üretilen aroma mikrokapsüllerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g $^{\circ}\text{C}$)

	Çilek	Karpuz	Muz
Püskürterek kurutma	163.69	143.51	132.53
Aljinat kürecikleri	64.66	80.16	74.76
Koaservasyon	117.00	115.81	123.11
Dondurarak kurutma	175.79	172.04	180.21

Kurutma işlemi esnasında kurutma haznesinde meydana gelen yapışkanlık işlem sırasında kayıplara neden olurken, ambalajlama ve depolama aşamalarında da topaklanmaya neden olmaktadır. Toz ürünlerin T_g değerleri içeriğindeki amorf şekerlere bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Yapışkanlığın ana faktörleri yüksek higroskopite, yüksek çözünürlük, düşük erime noktası sıcaklığı, amorf şekerlerin miktarı ve düşük T_g olarak bildirilmekte olup bu faktörlerin uygun değerlerde olmaması toz ürünlerin birbirleri veya kurutma haznesine gibi dış bir yüzeye yapışması ile sonuçlanmaktadır (Masters 1991; Verma vd. Sing 2014). Yapışma noktası, yavaş karışma esnasında topaklanmanın anlık olarak başladığı nokta olarak tanımlanmaktadır. Püskürterek kurutma işleminde yapışkanlık partiküller yeterince kurumadığında birbirlerine veya kurutma haznesine çarpıp sıkışmaları ile meydana gelmekte ve kurutma parametreleri, kurutma tasarımı ile ürüne bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Püskürterek kurutma

işleminde yapışkanlığın azaltılabilmesi kurutucu tasarımında toz ürününün kullanımının kolaylaştırılması ve/veya kurutma hazne sıcaklığının toz ürününün T_g 'sinden düşük tutulması ile sağlanabilmektedir. Yapılan araştırmalarda nozzle tarafından püskürtülen damlacıkların kurutma haznesine yapışmaması için kurutma sıcaklığının genel olarak T_g 'nin 10-20°C üzerinde olması gerektiği ve yüzey sıcaklığının damlacık sıcaklığının 10 ° C üzerinde olması gerektiği bildirilmektedir (Verma ve Sing 2014). Tez kapsamında elde edilen mikrokapsüllerin camsı geçiş sıcaklıkları incelendiğinde özellikle dondurarak ve püskürtmeli kurutucuda elde edilen aroma mikrokapsüllerinin camsı geçiş sıcaklığı diğer metotlara göre yüksek bulunmuştur. Nitekim literatür araştırmaları ile paralellik gösteren bu sonuçlar ile yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip ürünlerin depolama stabilitelerinin de yüksek olduğu bilinmektedir.

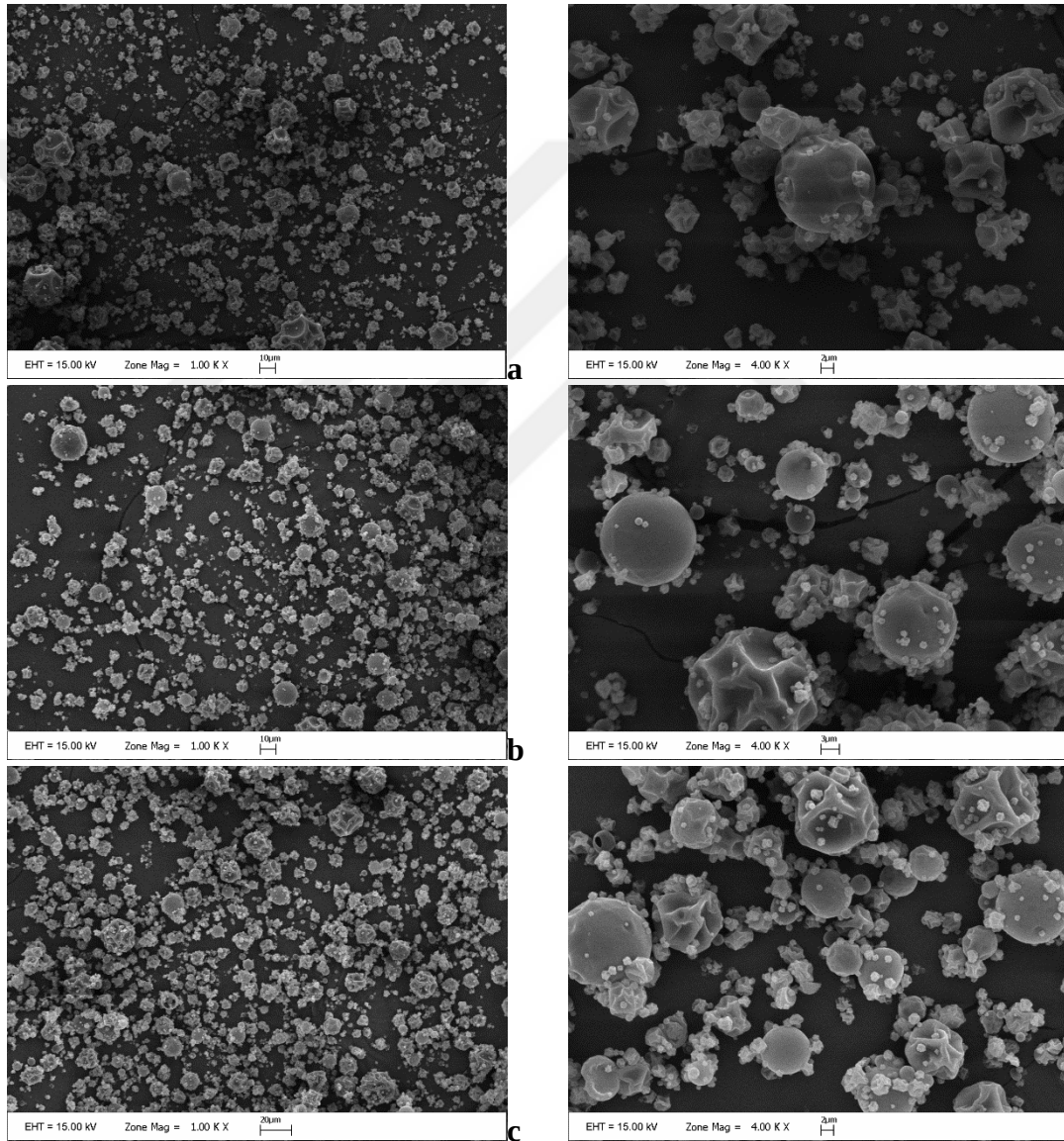
Aljinat kürecikleri yönteminde elde edilen jel formdaki mikrokapsüllerin kurutulduktan sonra ölçülen T_g değerinin daha düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip olduğu belirlenmiştir. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin T_g değerinin sodyum aljinatın T_g değerinden daha yüksek bulunması literatürde aroma materyallerin aljinat içerisinde daha iyi kapsüllendiği ile ilişkilendirilmektedir (Lupo vd. 2015). Ayrıca vanilin aromasının aljinat kürecikleri yöntemi ile kapsüllediği bir çalışmada elde edilen kapsüllerin ısıl stabiliteleri incelenmiş ve aljinat zincirleri ile su molekülleri arasında zayıf bağların 50-150°C arasında kırıldığı bildirilmiştir (Manonjlovic vd. 2008).

4.6. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Optimum Şartlarında Üretilen Aroma Kapsüllerinin SEM Görüntüleri

Tez kapsamında optimum şartlarda üretilen aroma kapsüllerinin SEM görüntüleri alınarak, uygulanan farklı enkapsülasyon yöntemlerinin elde edilen ürünlerin morfolojisi üzerindeki etkisi açıklanmaya çalışılmıştır. Şekil 4.14'de püskürterek kurutma yöntemi kullanılarak üretilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin her biri için 1000x ve 4000x oranlarında büyütülerek alınan SEM görüntüleri gösterilmiştir. Görüntüler incelendiğinde elde edilen mikrokapsüllerin genel olarak küresel, pürüzsüz ve homojen yapıda olduğu görülmektedir. Ancak her ne kadar homojen bir yapı elde edilmiş olsa da bazı mikrokapsüllerde büzüşmenin meydana geldiği görülmüştür. Bu büzüşmenin özellikle büyük boyutlardaki mikrokapsüllerde gerçekleşmesinin büyük damlacıklarda kabuk oluşumunun erken meydana gelmesinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Elde edilen bu bulguları destekler nitelikte; püskürterek kurutma işlemi ile yapılan enkapsülasyon işleminde kurutulacak materyaller yüksek giriş sıcaklığına maruz bırakıldığında pürüzsüz, homojen ve küresel toz ürünlerin elde edildiği, bu sonucun ise yüksek kurutma sıcaklıklarında hızlı bir şekilde kuruyan ürünlerde kurutma esnasında büzüşmenin çok az gerçekleşmesi ile daha düşük yüzey alanına sahip ürünlerin elde edilmesinden kaynaklandığı bildirilmektedir (Mahdavi vd. 2016; Jafari vd. 2017; Pellicer vd. 2018; Pellicer vd. 2019).

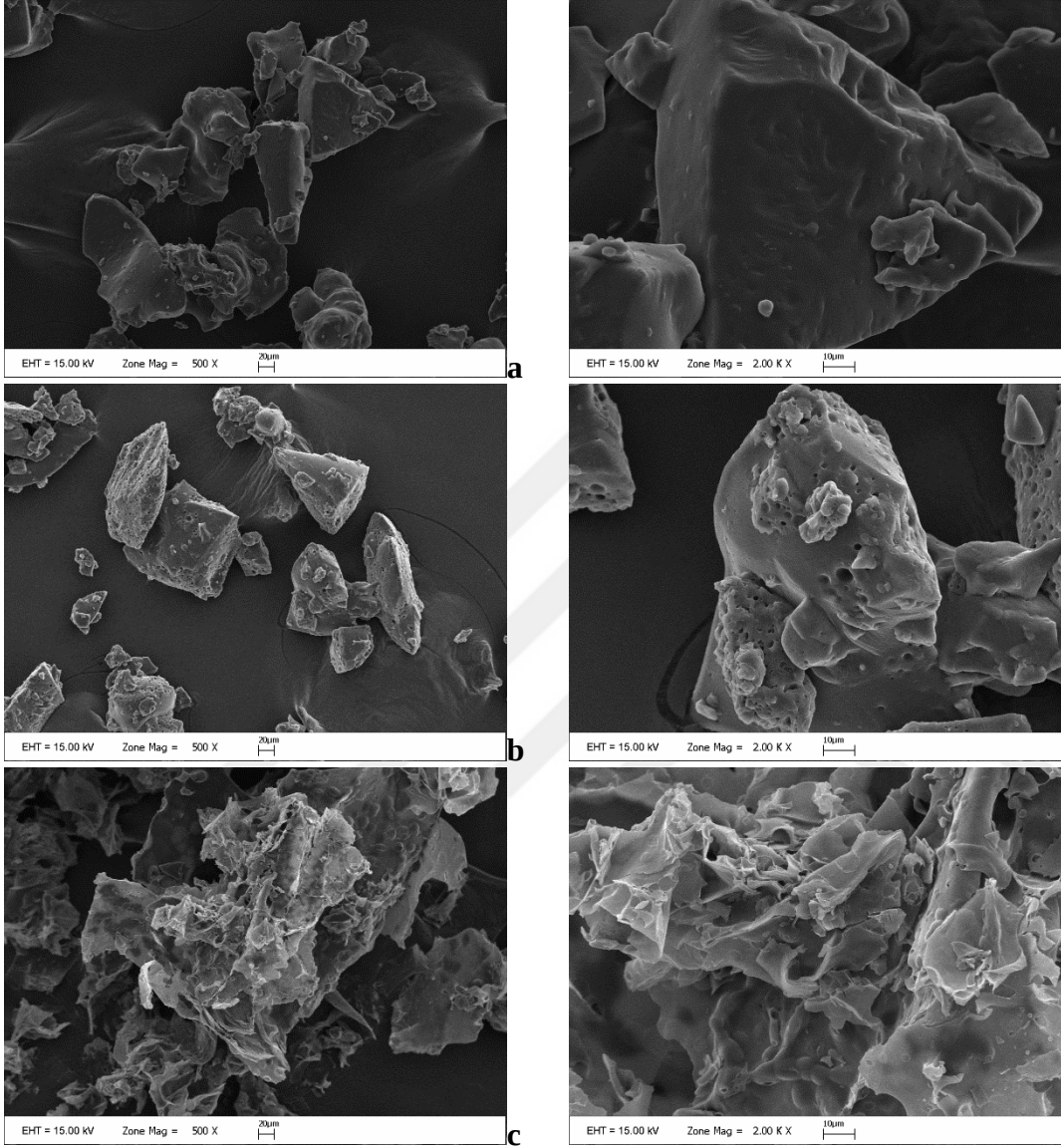
Ayrıca çalışmalarda pürüzlü yüzeye sahip toz ürünlerin akış özelliğinin pürüzsüz yüzeyli toz ürünlere göre daha kötü olduğu, diğer taraftan daha geniş yüzey alanına sahip olmaları ile oksidasyona daha açık oldukları da bildirilmektedir (Tonon vd. 2008). Püskürterek kurutma işleminde farklı taşıyıcıların ya da farklı giriş/çıkış hava sıcaklıklarının elde edilen mikrokapsüllerin morfolojisine etkilerinin araştırıldığı çeşitli çalışmalar literatürde mevcuttur. Mahdavi vd. (2016), AG/MD taşıyıcıları ile elde edilen mikrokapsüllerin pürüzsüz ve mikrokapsüllerde büzüşmenin daha az olduğu ancak

partiküllerin homojen olmadığı; jelatin ve MD içeren taşıyıcıların ise mikrokapsüllerde daha fazla büzüşmeye sebep olduğu ayrıca zayıf kapsülleme özelliği gösterdiğini bildirmişlerdir. Pellicer vd. (2018) tarafından yapılan bir çalışma sonucunda Hi-Cap Modifiye nişasta taşıyıcı materyali kullanılarak elde edilen örneklerin küresel şekillerini yitirerek düzensiz, şekilsiz ve sert bir yapıya sahip olduğu, bu durumunun Hi-Cap'ın emülsiyonun viskozitesini artırarak kurutma hızının yavaşlamasına neden olmasından kaynaklanabileceği belirtilmiştir. Fazaeli vd. (2012) ise farklı DE değerliğine sahip MD'ler ile yaptığı bir çalışmada DE değerinin artması ile elde edilen mikrokapsüllerin yapısının daha büyük ve topaklanmaya daha yatkın olduklarını, bu durumun yüksek molekül ağırlığı ve uzun zincir yapısından kaynaklandığı, AG ile elde edilen mikrokapsüllerin ise daha küresel ancak homojen olmadığını rapor etmişlerdir.



Şekil 4.14. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri

Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin her biri için 500x ve 2000x oranlarında büyütülerek alınan SEM görüntüleri Şekil 4.15'te gösterilmiştir.

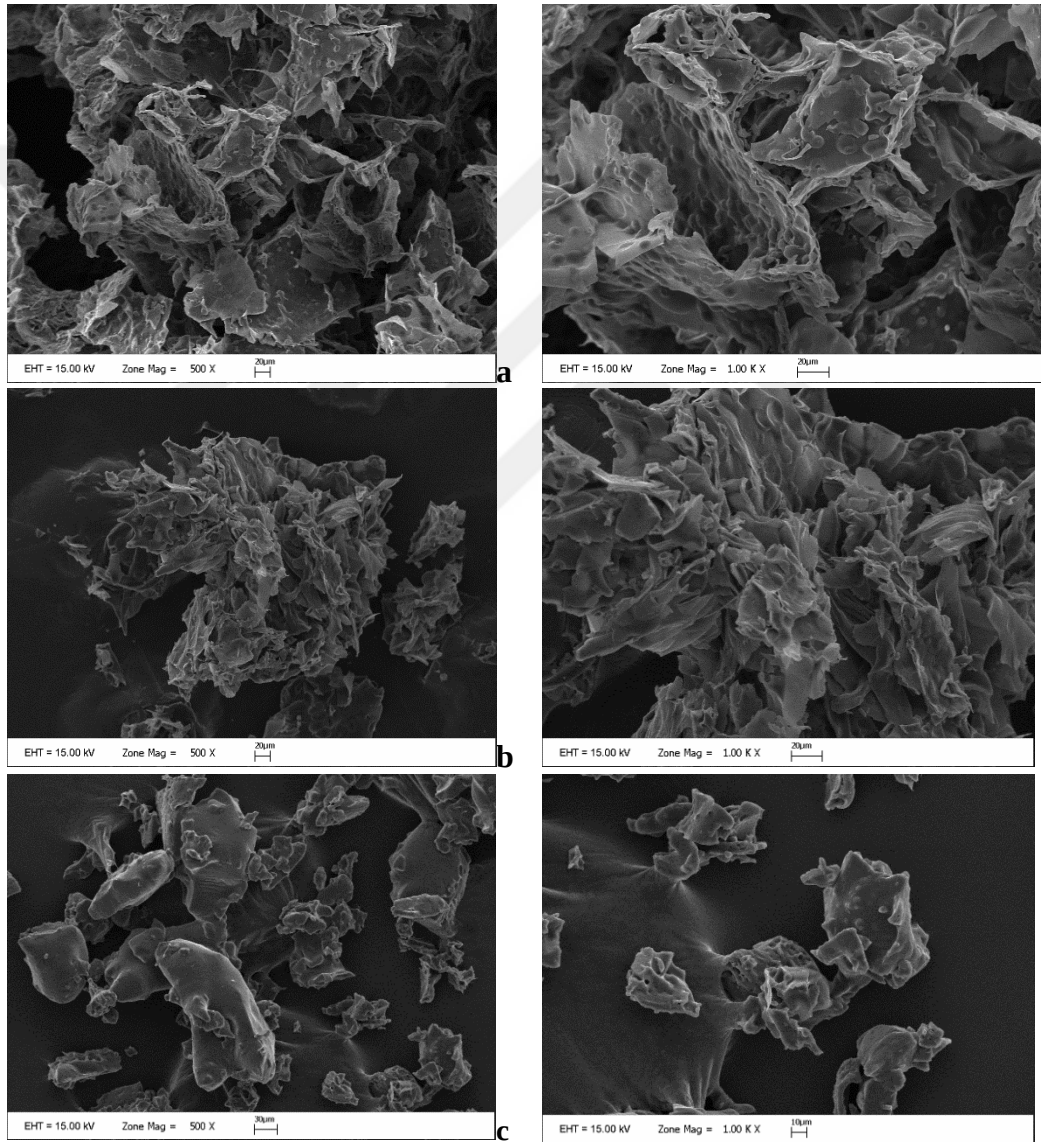


Şekil 4.15. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri

Dondurarak kurutma yöntemi ile aroma mikrokapsüllerinin üretiminde daha önce de belirtildiği gibi püskürtmeli kurutma optimizasyonunda belirlenen taşıyıcı maddelerin karışım oranları kullanılmıştır. Aynı taşıyıcıların aynı oranlarda kullanılmasına karşın püskürterek kurutma işlemi ile pürüzsüz küresel mikropartiküller elde edilmişken, dondurarak kurutucu işlemi sonucunda elde edilen mikrokapsüllerin yapısının oldukça farklı ve süngerimsi bir yapıda olduğu görülmüştür. Dondurarak kurutmada püskürterek kurutmada olduğu gibi küresel, damlacık şeklinde oluşumlar gerçekleşmediği için, dondurarak elde edilen toz ürünün depolama sırasında stabilitesinin düşük olması beklenebilir. Nitekim Krishnan vd. (2005), küresel ve pürüzsüz yapı oluşumunun mikrokapsüllerde stabiliteyi artırdığını bildirmektedir.

Dondurarak kurutma işlemi ile enkapsülasyon üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde bu teknik ile elde edilen mikrokapsüllerin yapısının şekilsiz, cam ya da talaş benzeri olarak nitelendirildiği görülmüştür (Ballesteros vd. 2017; Pellicer vd. 2019). Ayrıca yapılan çalışmalarda kurutulmuş parçacıkların yapısındaki çatlak ve çentiklerin toz akış kabiliyetini ve çözünürlüğünü olumsuz etkilemekle birlikte özellikle dondurarak kurutma işlemi ile mikrokapsüllenen sıkıştırılmış haldeki materyali bu yapı ile ısıya ve oksijene karşı daha fazla korunduğu da bildirilmektedir (Kaushik ve Roos 2007).

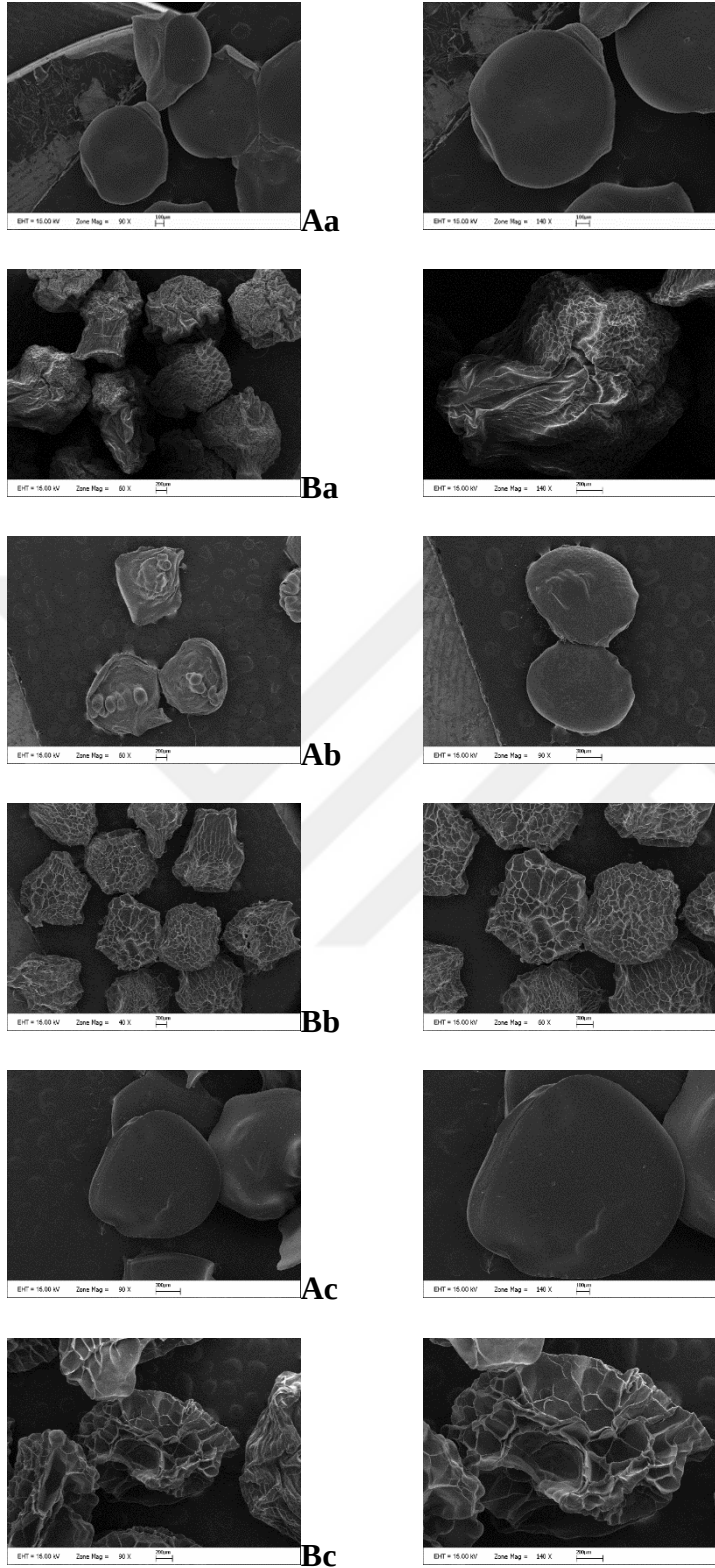
Şekil 4.16’da koaservasyon yöntemi kullanılarak üretilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin her biri için 500x ve 1000x oranlarında büyütülerek alınan SEM görüntüleri gösterilmiştir.



Şekil 4.16. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) aroması mikrokapsüllerinin SEM görüntüleri

Koaservasyon yöntemi ile elde edilen aroma mikrokapsülleri stabilitelerinin korunması için dondurarak kurutma yöntemi ile toz forma dönüştürülmüştür. Yapılan bilimsel araştırmalarda da benzer olarak koaservasyon yöntemi ile elde edilen koaservantlar hem dondurarak hem de püskürterek kurutma yöntemleri ile toz forma dönüştürülmüş ve kullanılan metota göre elde edilen mikrokapsüllerin morfolojisi de değişiklik göstermiştir. Tez kapsamında elde edilen koaservantların dondurarak kurutma öncesinde görüntüleri alınmış ve kapsüllerin şekillerinin küresel, pürüzsüz ve ayrı ayrı kümeler şeklinde olduğu görüldürken, dondurarak kurutma sonrasında ise kapsüllerin süngerimsi bir yapıda olduğu görülmüştür. Bu durum benzeri yapılan çalışmalarda da gözlenmiş olup, jelatinin yapısındaki hapsolmuş suyun kaybolmasına bağlı olarak dış yüzeyde rastgele dağılmış çok sayıda mikron büyüklüğünde gözenekli sünger benzeri bir yapının oluştuğu bildirilmiştir (Sutaphanit ve Chitprasert 2014; Santos vd. 2015). Polimerler arasında oluşan bu kompleks katı köprüler sayesinde birbirine bağlanan mikrokapsüllerin arasında oluşan bu süngerimsi yapı sayesinde mikrokapsüller sulu ortamda hızla rehidre olabilmektedir (Comunian vd. 2013; Santos vd. 2014). Ayrıca şekillerde gözlenen ve tekdüze olmayan kesitsel yapıların da dondurarak kurutma işlemi sonrasında örneklerin kazınarak toplanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. De Souza vd. (2018) tarafından farklı polimerler kullanılarak tarçın ekstraktının koaservasyon yöntemiyle enkapsüle edildiği çalışma sonucunda, jelatin içeren mikrokapsüllerin yapısının diğer polimerlere göre daha süngerimsi bir yapıda olduğu rapor edilmiştir.

Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin SEM görüntüsünün alınabilmesi amacıyla jel formda olan mikrokapsüller, 2 farklı yöntemle (sıcak hava akımında ve dondurarak kurutma) %5 nem içeriğine kadar kurutulmuştur. Kurutulmuş olan kapsüllerin 60x, 90x ve 140x büyütme oranlarında elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.17’de verilmiştir.



Şekil 4.17. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen ve sıcak hava (A) ile dondurarak kurutma (B) yöntemleri ile kurutulan çilek (a), muz (b) ve karpuz (c) kapsülerinin SEM görüntüleri

Şekil 4.17 incelendiğinde aljinat kürecikleri ile elde edilen aroma kapsüllerinin küresel, pürüzsüz kürecikler elde edilmiştir. Aljinat küreciklerinin SEM görüntüleri incelendiğinde farklı yöntemlerle kurutulan aljinat küreciklerinin beklenildiği üzere kurutma yöntemine göre farklı morfolojik özelliğe sahip olduğu görülmektedir. Hem sıcak hava hem de dondurarak kurutma yöntemi ile kurutulan aljinat kürecikleri genel olarak küresel olmakla birlikte dondurarak kurutulan kapsüllerin yüzeyinin süngerimsi, sıcak hava ile kurutulan aljinat küreciklerinin yapısının ise daha pürüzsüz olduğu görülmektedir. Ayrıca sıcak havada kurutulan aljinat küreciklerinin aroma maddelerinin yüzeye doğru hareketi nedeni ile parlak ve altın sarısı renkte, dondurarak kurutulmuş boncukların ise mat ve beyazımsı renkte oldukları gözlenmiştir. Chan (2011) tarafından yapılan bir çalışmada palm yağının aljinat kürecikleri yöntemi ile kapsüllemesi ile elde edilen boncukların hem dondurarak hem de sıcak havada kurutulduğu bir çalışmada tez kapsamında elde edilen sonuçları destekler nitelikte her iki yöntemde elde edilen kapsüllerde küresel yapının korunduğu ve kapsüllerin renk tonlarının değiştiği bildirilmiştir. Ayrıca çalışmada sıcak havada kurutulan kapsüllerin hacminin %18-25 oranında küçüldüğü ancak bu oranın dondurarak kurutucuda %9 olarak belirlendiği sonucuna ulaşılmıştır. Lević vd. (2015) tarafından yapılan bir çalışmada D-limonen bileşeni ile elde edilen aljinat kürecikleri ortam sıcaklığında (25 °C’de 48 saat) kurutulmuş ve elde edilen kurumuş boncukların morfolojik yapısı SEM ile incelenmiştir. D-limonen içeren kapsüllerin aroma içermeyen kapsüllere kıyasla daha az büzüştüğü, yüzeyinin daha pürüzsüz olduğu ve kurutma sonrası hesaplanan büzüşme oranının D-limonen bileşeninin oranının artması ile azaldığı, bu durumun da D-limonen bileşeninin artması ile içerdiği su miktarının azalmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Deladine vd. (2008) tarafından yapılan bir çalışmada ise Paraguay çayı olarak bilinen bitkisel bir çayın aljinat kürecikleri yöntemi ile kapsülasyonu çalışılmış olup, elde edilen kapsüller daha sonra ortam koşullarında (20 °C), kurutma fırınında (80°C) ve dondurarak kurutma yöntemiyle kurutularak, elde edilen küreciklerin morfolojik yapısı incelenmiştir. Çalışma sonucunda elde edilen bulgular, dondurarak kurutma ile kurutulan kapsüllerin yapısının gözenekli olduğunu, fırında kurutulan kapsüllerin disk şeklinde ve kırmızı kan hücresi gibi çökmüş bir merkeze sahip olduğunu, aynı zamanda oda koşullarında kurutulan küreciklerin küresel şeklini koruduğunu göstermiştir. Bu tez kapsamında elde edilen sonuçlar da yapılan bilimsel çalışmaları destekler nitelikte olup, aljinat kürecikleri ile elde edilen kapsüllerin oda koşullarında ya da sıcak havada kurutulmasının dondurarak kurutma yöntemine göre daha uygun olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

4.7. Farklı Enkapsülasyon Yöntemlerinin Optimum Şartlarında Üretilen Aroma Kapsüllerinin Duyusal Analiz Sonuçları

Aroma maddeleri gıda endüstrisinde pastacılık ürünleri, içecekler, süt ürünleri, atıştırmalık çerezler, çikolatalar, şekerlemeler ve sakızlar gibi birçok üründe kullanılmaktadır. Tez kapsamında da enkapsüle edilmiş aromaların kullanıldığı ürünlerdeki beğeni durumunu ortaya koyabilmek amacıyla optimum koşullarda elde edilen aroma kapsülleri çikolata ve keke ön denemelerle belirlenen oranlarda her bir teknik ile elde edilen kapsül için eşit olacak şekilde ilave edilerek ürünlerin duyusal bazı özellikleri (görünüm, tekstür, koku, çiğnenebilirlik, hissedilen aroma şiddeti ve genel beğeni) panelistler tarafından değerlendirilmiştir. Ayrıca ticari sıvı formda satılan aromalar ile de kek ve çikolata üretimleri gerçekleştirilerek duyusal açıdan aroma kapsülleri arasındaki farklılıklar ortaya koyulmuştur. Her bir aromanın sıvı ve enkapsüle

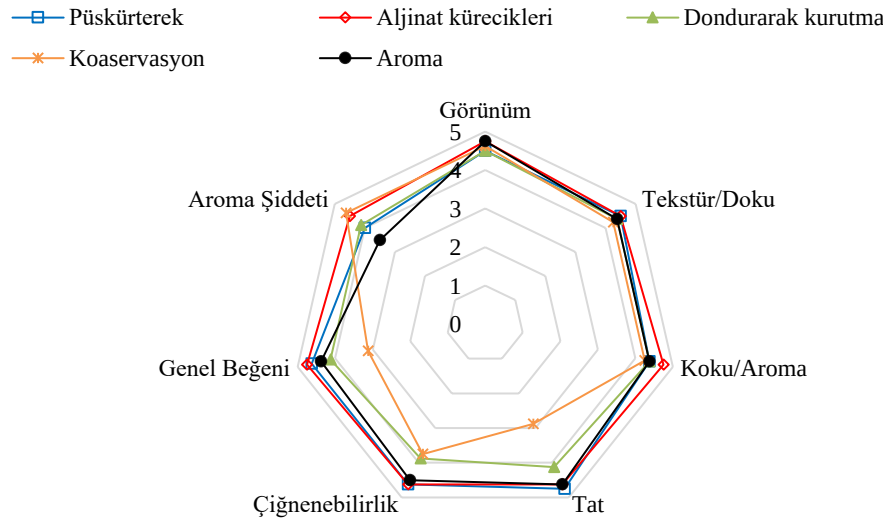
formları kullanılarak üretilen kek ve çikolata örneklerinin duysal analiz sonuçlarına ait veriler çizelgelerde verilmiş, panelistler tarafından paylaşılan bazı yorumlar da ayrıca belirtilmiştir.

Çizelge 4.27’de sıvı ve enkapsüle edilmiş olan muz aroması ile üretilen çikolataların duysal analiz sonuçlarına ilişkin veriler verilmiş, ayrıca bu veriler kullanılarak elde edilen grafik de Şekil 4.18’de gösterilmiştir. Çizelge 4.27 incelendiğinde farklı yöntemlerle elde edilen aroma kapsülleri ile elde edilen çikolataların görünüm, tekstür, çiğnenebilirlik ve koku özellikleri açısından aralarında istatistiki açıdan bir farklılık olmadığı; tat, hissedilen aroma şiddeti ve genel beğeni açısından ise sonuçlar arasındaki farkın önemli seviyede ($p<0.01$) olduğu görülmektedir. Aroma şiddetinin en fazla hissedildiği (4.63) çikolata koaservasyon yöntemiyle elde edilen kapsüllerden üretilmiş olmasına rağmen, bu gruptaki ürünler tat ve genel beğeni açısından en düşük puana sahip olmuşlardır. Bu durum koaservasyon yöntemiyle elde edilen ürünlerde aromanın şiddetli olması ve bu nedenle çikolatada beklenen lezzetin baskılanmış olması ile ilişkilendirilmektedir. Hissedilen aroma şiddeti açısından ticari formdaki sıvı muz aroması kullanılarak üretilen çikolata örnekleri 3.50 olarak puanlandırılırken, aljinat kürecikleri yöntemi, dondurarak kurutma yöntemi ve püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen kapsül ilaveli çikolatalar sırasıyla 4.50, 4.13 ve 4.00 olarak puanlandırılmıştır. Genel beğeni açısından en yüksek puana sahip olan örneğin aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen kapsüller ile üretilen çikolatalar olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.27. Muz aromalı çikolatalara ait duysal analiz sonuçları

	Görünüm	Tekstür	Çiğnenebilirlik	Koku	Tat	Aroma şiddeti	Genel beğeni
Püskürterek	4.50±0.26	4.50±0.19	4.63±0.18	4.38±0.26	4.75 ^a ±0.16	4.00 ^{a,b} ±0.26	4.63 ^a ±0.18
Aljinat kürecikleri	4.75±0.16	4.50±0.27	4.63±0.26	4.75±0.25	4.63 ^a ±0.18	4.50 ^a ±0.19	4.75 ^a ±0.16
Dondurarak kurutma	4.50±0.76	4.38±0.18	3.88±0.40	4.38±0.26	4.13 ^a ±0.40	4.13 ^{a,b} ±0.22	4.13 ^a ±0.22
Koaservasyon	4.63±0.27	4.25±0.25	3.75±0.50	4.25±0.37	2.88 ^b ±0.18	4.63 ^a ±0.26	3.13 ^b ±0.30
Aroma	4.75±0.25	4.38±0.18	4.50±0.19	4.38±0.18	4.63 ^a ±0.40	3.50 ^b ±0.50	4.38 ^a ±0.26

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.



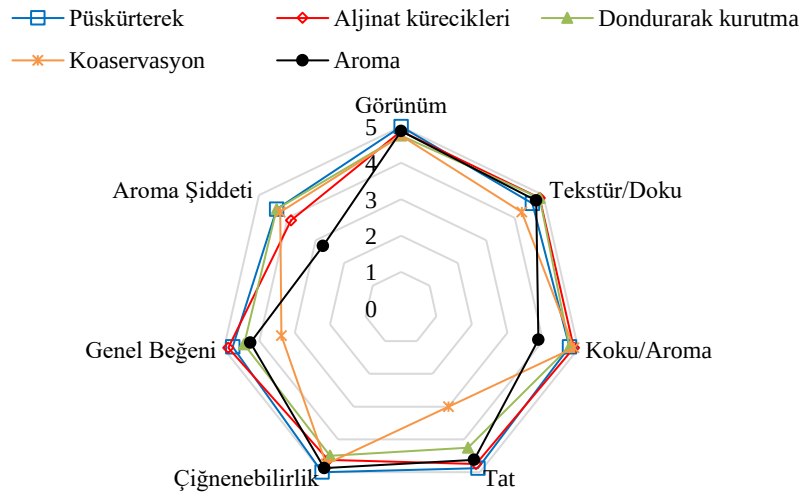
Şekil 4.18. Muz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi

Çilek aromalı çikolata örneklerine ait duyu analizi sonuçları Çizelge 4.28’de verilmiş, Şekil 4.19’da gösterilmiştir. Çizelge incelendiğinde genel beğeni açısından panelistler tarafından verilen puanlar yüksekten düşüğe doğru sıralandığında sıralamanın alinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüller ile elde edilen çikolata, püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüller ile elde edilen çikolata, dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüller ile elde edilen çikolata, ticari sıvı formdaki aroma kullanılarak elde edilen çikolata ve koaservasyon yöntemi ile elde edilen kapsüller ile elde edilen çikolata şeklinde olduğu görülmektedir. Duyusal açıdan hissedilen aroma şiddetleri değerlendirildiğinde ticari formdaki çilek aroması ile üretilen çikolataların 2.75 puan, enkapsüle edilen çilek aroması kapsülleri ile üretilen çikolataların ise 3.88-4.38 arasında puanlar aldıkları görülmektedir. Bu durum enkapsülasyon işleminin çikolata üretimi aşamasında özellikle ısı işleminin de uygulandığı temperleme işlemi sırasında aroma maddelerini daha iyi koruduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.28. Çilek aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçları

	Görünüm	Tekstür	Koku	Tat	Çiğnenebilirlik	Aroma şiddeti	Genel beğeni
Püskürterek	5.00±0.00	4.63±0.26	4.75 ^a ±0.16	4.88 ^a ±0.12	5.00±0.00	4.38 ^a ±0.26	4.75 ^{a,b} ±0.16
Aljinat kürecikleri	4.88±0.12	4.88±0.12	4.88 ^a ±0.12	4.75 ^a ±0.25	4.63±0.26	3.88 ^a ±0.48	4.88 ^a ±0.12
Dondurarak kurutma	4.75±0.16	4.88±0.12	4.75 ^a ±0.16	4.25 ^a ±0.31	4.50±0.38	4.38 ^a ±0.26	4.43 ^{a,b} ±0.18
Koaservasyon	4.75±0.16	4.25±0.25	4.88 ^a ±0.12	3.00 ^b ±0.32	4.75±0.16	4.25 ^a ±0.31	3.38 ^c ±0.18
Aroma	4.88±0.12	4.75±0.25	3.88 ^b ±0.29	4.63 ^a ±0.18	4.88±0.12	2.75 ^b ±0.31	4.25 ^b ±0.25

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.



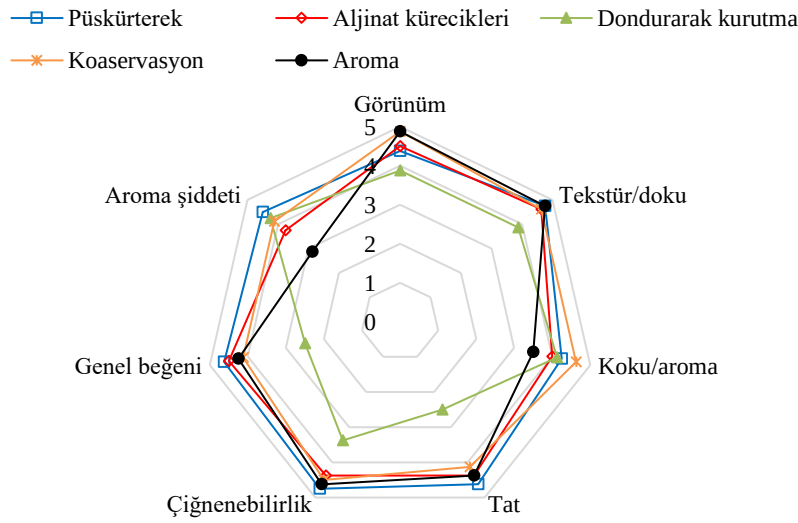
Şekil 4.19. Çilek aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi

Karpuz aroması kullanılarak üretilen çikolata örneklerinin duyu analizi sonuçlarına ilişkin veriler Çizelge 4.29’da verilmiş, Şekil 4.20’de gösterilmiştir. Çizelge incelendiğinde genel beğeni açısından en beğenilen örneğin püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüller kullanılarak üretilen örneklerinin olduğu görülmektedir. Duyu analizi sonuçları aroma şiddeti açısından değerlendirildiğinde ticari aroma ile elde edilen ürünlerin hissedilen aroma şiddeti değerlerinin 2.88, enkapsüle edilerek elde edilen aromalar ile üretilen çikolataların aroma şiddeti değerlerinin ise 3.75-4.50 arasında değiştiği görülmektedir.

Çizelge 4.29. Karpuz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçları

	Görünüm	Tekstür	Koku	Tat	Çiğnenebilirlik	Aroma şiddeti	Genel beğeni
Püskürterek	4.38 ^{a,b} ±0.37	4.75 ^a ±0.16	4.25±0.31	4.63 ^a ±0.26	4.75 ^a ±0.16	4.50 ^a ±0.26	4.63 ^a ±0.26
Aljinat kürecikleri	4.50 ^{a,b} ±0.26	4.63 ^{a,b} ±0.26	4.00±0.26	4.38 ^a ±0.26	4.38 ^a ±0.26	3.75 ^{a,b} ±0.45	4.50 ^a ±0.26
Dondurarak kurutma	4.00 ^b ±0.832	3.88 ^b ±0.32	4.13±0.36	4.00 ^b ±0.27	3.38 ^b ±0.36	4.25 ^a ±0.41	4.00 ^b ±0.37
Koaservasyon	4.75 ^{a,b} ±0.16	4.63 ^{a,b} ±0.24	4.63±0.18	4.13 ^a ±0.26	4.50 ^a ±0.26	4.13 ^a ±0.22	4.13 ^a ±0.16
Aroma	4.89 ^a ±0.11	4.75 ^a ±0.14	3.50±0.29	4.38 ^a ±0.23	4.63 ^a ±0.17	2.88 ^b ±0.29	4.25 ^a ±0.27

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p<0.01$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.



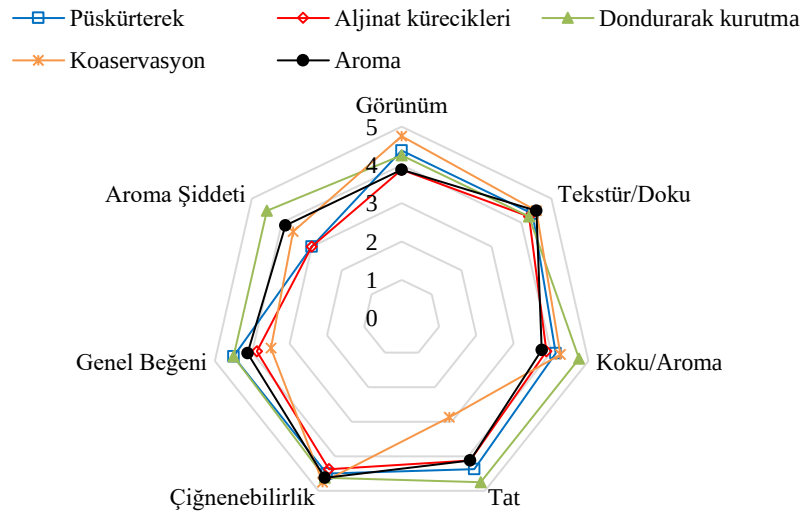
Şekil 4.20. Karpuz aromalı çikolatalara ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi

Tez kapsamında çikolata dışında elde edilen aroma kapsülleri ve ticari formdaki sıvı aromalar pişirme öncesi kek hamuruna eklenerek kek üretimi gerçekleştirilmiştir. Muz aroması ile üretilen keklerin duyu özellikleri belirlenerek, elde edilen sonuçlar Çizelge 4.29 ve Şekil 4.21’de gösterilmiştir. Çizelge incelendiğinde hissedilen aroma şiddeti açısından ticari formdaki sıvı muz aroması kullanılarak üretilen keke panelistler tarafından 3.00 puan verildiği, aroma kapsülleri kullanılarak elde edilen keklere ise 3.80-4.50 arasında puanlar verildiği görülmektedir. Bu durumun kekin pişirilmesi sırasında enkapsüle edilmiş olan aromaların stabilitelerinin serbest formdaki aromalara göre daha yüksek olmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 4.30. Muz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçları

	Görünüm	Tekstür	Koku/Aroma	Tat	Çiğnenebilirlik	Aroma şiddeti	Genel beğeni
Püskürterek	4.38±0.26	4.38±0.26	4.13 ^{a,b} ±0.22	4.38 ^a ±0.18	4.50±0.26	3.80 ^{a,b} ±0.40	4.50 ^a ±0.19
Aljinat kürecikleri	4.25±0.25	4.25±0.22	3.88 ^{a,b} ±0.22	4.13 ^a ±0.22	4.38±0.27	3.80 ^{a,b} ±0.42	3.88 ^{a,b} ±0.22
Dondurarak kurutma	4.25±0.16	4.25±0.16	4.75 ^{a,b} ±0.16	4.75 ^a ±0.16	4.63±0.18	4.50 ^a ±0.26	4.50 ^a ±0.26
Koaservasyon	4.75±0.16	4.50±0.16	4.25 ^a ±0.25	2.88 ^b ±0.35	4.75±0.16	4.23 ^a ±0.50	3.50 ^b ±0.19
Aroma	4.38±0.29	4.50±0.29	3.75 ^b ±0.25	4.13 ^a ±0.22	4.63±0.18	3.00 ^b ±0.35	4.13 ^{a,b} ±0.22

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.



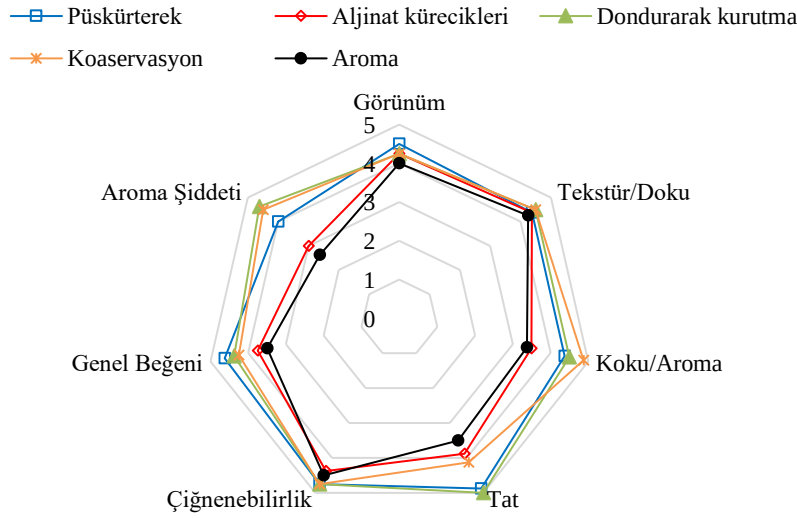
Şekil 4.21. Muz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi

Çilek aroması kullanılarak üretilen keklerin duyu analizi sonuçları Çizelge 4.29’da verilmiş, Şekil 4.22’de gösterilmiştir. Çizelge incelendiğinde genel beğeni açısından en beğenilen keklerin püskürterek kurutma yöntemiyle mikrokapsüle edilen aromalarla elde edilen, en az beğeni gören ürünlerin ise ticari formdaki aromalarla elde edilen ürünler olduğu görülmüştür. Panelistler tarafından aromanın en fazla hissedildiği örnek dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edilen çilek aromasıyla üretilen kek olurken, en az hissedilen ise ticari formdaki çilek aromasıyla üretilen örnek olmuştur. Çilek aroması kullanılarak üretilen kekler için gerek hissedilen aroma şiddeti değerleri gerekse de genel beğeni değerleri kullanılan enkapsülasyon yöntemleri için istatistiksel olarak birbirlerinden farklı bulunmuş olup, her iki özellik için de ticari formdaki aromayla üretilen kekler enkapsüle edilen aromalarla üretilen keklerden daha düşük ortalamaya sahip ayrı bir grup oluşturmuştur.

Çizelge 4.31. Çilek aromalı keklere ait duyu analizi sonuçları

	Görünüm	Tekstür	Koku	Tat	Çiğnenebilirlik	Aroma şiddeti	Genel beğeni
Püskürterek	4.50±0.19	4.38±0.18	4.38±0.26	4.88±0.35	4.75±0.16	4.00 ^{a,b} ±0.38	4.63 ^a ±0.18
Aljinat kürecikleri	4.25±0.31	4.38±0.32	3.50±0.27	3.88 ^b ±0.64	4.38±0.26	3.00 ^{b,c} ±0.50	3.75 ^{b,c} ±0.16
Dondurarak kurutma	4.25±0.25	4.50±0.26	4.50±0.27	5.00 ^a ±0.00	4.75±0.16	4.63 ^a ±0.18	4.38 ^{a,b} ±0.26
Koaservasyon	4.25±0.25	4.50±0.19	4.88±0.12	4.13 ^b ±1.25	4.75±0.16	4.50 ^a ±0.38	4.25 ^{a,b} ±0.31
Aroma	4.00±0.19	4.25±0.25	3.38±0.26	3.50 ^b ±0.76	4.50±0.19	2.63 ^c ±0.32	3.50 ^c ±0.19

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p<0.01$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.



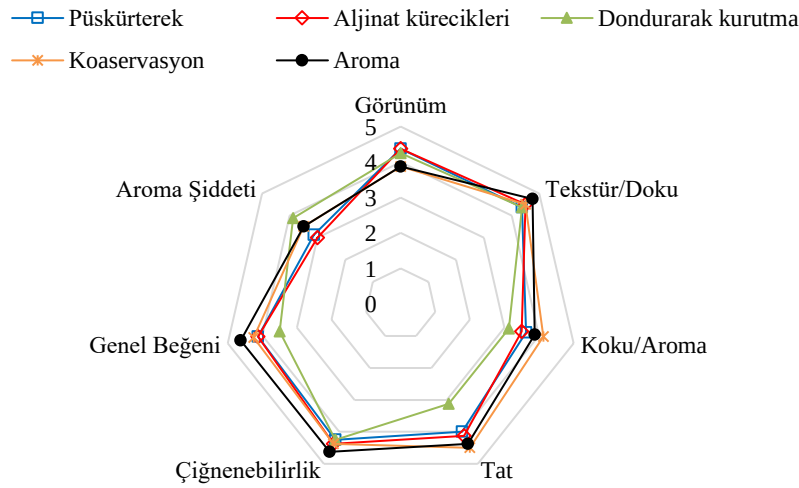
Şekil 4.22. Çilek aromalı kekler için duyusal analiz sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi

Karpuz aroması kullanılarak üretilen keklerin duyusal analiz sonuçları Çizelge 4.30 ve Şekil 4.23’de gösterilmiştir. Çizelge incelendiğinde genel beğeni açısından en beğenilen keklerin koaservasyon yöntemiyle enkapsüle edilen aroma kullanılarak elde edilen ürünler olduğu görülmüştür. Aroma şiddeti olarak ise en az beğenilen ürün ticari formdaki karpuz aroması kullanılarak üretilen kekler olmuştur. Keklerin kokusu da panelistler tarafından hissedilen aroma şiddetine benzer bir şekilde değerlendirilmiş ve kokusunun en az beğenildiği ürün ticari formda aroma kullanılarak üretilen kek olurken, en fazla beğenilen ise genel beğenideki benzer şekilde koaservasyon yöntemiyle enkapsüle edilen karpuz aroması kullanılarak üretilen kekler olmuştur.

Çizelge 4.32. Karpuz aromalı kekler için duyusal analiz sonuçları

	Görünüm	Tekstür	Koku	Tat	Çiğnenebilirlik	Aroma şiddeti	Genel beğeni
Püskürterek	4.38±0.26	4.38±0.37	3.63±0.26	4.00 ^{a,b} ±0.38	4.25±0.16	3.13±0.35	4.13±0.30
Aljinat kürecikleri	4.38±0.26	4.50±0.27	3.50±0.19	4.13 ^{a,b} ±0.22	4.38±0.23	3.50±0.46	4.13±0.23
Dondurarak kurutma	4.25±0.31	4.38±0.37	3.88±0.48	4.13 ^{a,b} ±0.40	4.25±0.31	3.88±0.40	4.23±0.24
Koaservasyon	3.88±0.12	4.50±0.26	4.13±0.22	4.50 ^a ±0.27	4.38±0.26	3.50±0.42	4.65±0.16
Aroma	3.88±0.17	4.75±0.16	3.38±0.28	3.38 ^b ±0.35	4.63±0.24	3.00±0.29	3.50±0.33

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p<0.01$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.



Şekil 4.23. Karpuz aromalı keklere ait duyu analizi sonuçlarının örümcek ağı grafiği gösterimi

Çizelge 4.31’de kapsül ve ticari formdaki aromalarla üretilen kek ve çikolata örneklerinin tezin amacı açısından önemli olduğu görülen koku, hissedilen aroma şiddeti ve genel beğeni özellikleri değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.33. Farklı enkapsülasyon yöntemlerinin optimum şartlarında üretilen aroma kapsüllerinin duyu analizi sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon Kaynağı		SD	Koku		Genel Beğeni		Aroma Şiddeti	
			KO	F	KO	F	KO	F
Kek	Muz	4	4.85	2.98*	5.85	0.013*	13.60	3.40*
	Hata	35	14.25		13.75		43.50	
	Çilek	4	13.75	7.24**	6.85	4.06**	25.75	5.97**
	Hata	35	16.63		14.75		37.75	
	Karpuz	4	4.33	1.43	4.13	1.91	3.98	0.81
	Hata	35	27.18		19.47		43.95	
Çikolata	Muz	4	1.15	0.49	13.40	7.82**	6.35	2.08
	Hata	35	20.63		15.00		26.75	
	Çilek	4	5.75	5.23**	11.15	10.14**	15.15	4.19**
	Hata	35	9.62		9.63		31.63	
	Karpuz	4	5.29	1.90	20.69	7.36**	11.73	3.12*
	Hata	35	25.10		25.30		33.88	

(*) $p < 0.05$ ve (**) $p < 0.01$ seviyesinde farklılık ifade eder.

Çizelge incelendiğinde muz ve çilek aromaları kullanılarak üretilen kek örneklerinin koku, hissedilen aroma şiddeti ve genel beğeni değerleri üzerinde enkapsüle edilme yönteminin etkisinin önemli seviyede ($p < 0.01$) olduğu, karpuz aroması kullanılarak üretilen keklerin bahsedilen özellikleri üzerinde ise enkapsülasyon yönteminin etkisinin önemli olmadığı görülmektedir. Çikolata örneklerine ait varyans analizi sonuçları incelendiğinde enkapsülasyon yönteminin etkisinin çilek aroması kullanılarak üretilen çikolataların koku, genel beğeni ve hissedilen aroma şiddeti değerleri üzerinde, muz aromalı çikolatalarda yalnızca genel beğeni değerleri üzerinde, karpuz aromalı örneklerde ise genel beğeni ve hissedilen aroma şiddeti değerleri üzerinde önemli seviyede ($p < 0.01$) olduğu görülmektedir.

4.8. Farklı Depolama Koşullarının Aroma Mikrokapsüllerinin Aroma Bileşimi ve Bazı Fiziksel Özellikleri Üzerine Etkisi

Tezin amaçlarından biri de aroma maddelerinin depolanması sırasındaki salınımlarının önlenerek kararlılıklarının arttırılmasıdır. Tezde kullanılan enkapsülasyon yöntemlerinin tez amacını karşılamadaki başarısı aroma kapsülleri ile ticari formdaki sıvı aromanın 2 farklı sıcaklıkta (4 ve 25 °C) 60 gün süreyle depolanarak ürünlerde depolama süresince yapılan bazı fiziksel ve aroma analizleri ile ölçülmüştür. Bu kapsamda elde edilen sonuçlar şekiller kullanılarak gösterilmiş, sonuçlara varyans ve Duncan çoklu karşılaştırma testleri uygulanarak enkapsülasyon yöntemi ve depolama süresine bağlı olarak belirlenen istatistiksel farklılıklar da çizelgeler yardımıyla verilmiştir.

4.8.1. Farklı yöntemlerle üretilen çilek aroması kapsüllerinin aroma içeriğinin depolama süresine bağlı olarak değişimi

Ticari sıvı formdaki çilek aromasının ve farklı yöntemlerle elde edilen aroma kapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak çilek aromasında meyveli, tatlı, çilek, elma, tropikal vb. aroma şeklinde tanımlanan aroma bileşenlerinin değişimi Çizelge 4.34 (ticari form), 4.35 (püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen), 4.36 (aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen), 4.37 (koaservasyon yöntemi ile elde edilen ve 4.36 (dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen)’da verilmiştir.

Çizelge 4.34’te verilen ticari formdaki çilek aromasının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma aktif bileşenlerinin değişimi incelendiğinde, depolamanın başlangıcında çilek aromasında oldukça baskın ve miktar açısından fazla olan “bütanoik asit, 2-metil-, etil ester”, “3-hekzen-1-ol”, “3-hekzen-1-ol, asetat”, “hekzil asetat” ve “2-propenoik asit, 3-fenil-, metil ester” bileşenlerinin alan değerlerinin her 2 sıcaklık için de depolama süresinin artmasına bağlı olarak özellikle 30. günden itibaren önemli oranda (>%90) azaldığı, yukarıdaki bileşenlerin hemen hemen tamamının 60. gün sonunda tespit edilemediği görülmektedir. Depolamanın ilk gününde çileğin kendine has aromalara katkısı olan başlıca 17 bileşenin toplam alanı 58182×10^3 iken, depolama süresi sonunda bu alanın 4°C’de depolanan çilek aromalarında 204×10^3 ’e; 25°C’de depolananlarda ise 166×10^3 ’e azaldığı belirlenmiştir. Bu durum ticari olarak sıvı formda depolanan çilek aromalarının 60 gün sonunda istenen özelliklerini kaybettiğini göstermektedir. Depolama sıcaklığı açısından çilek aroması bileşenlerinin toplam alanının değişimi irdelendiğinde ise değişimin benzer olduğu; 4 °C’de depolanan çilek aromalarının toplam alanının 30 gün sonunda %93 oranında, 25 °C’de depolanan aromaların ise %96 oranında azaldığı görülmüştür.

Çizelge 4.34. Sıvı formdaki çilek aromasının bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0. gün	15. gün	30.gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Bütanoik asit, 2-metil-. metil ester	1142.68 ^a	1125.36 ^a	50.945 ^b	20.78 ^b	1142.68 ^a	1037.85 ^a	t.e.	21.28 ^b
Bütanoik asit., etil ester	7023.70 ^a	405.10 ^b	259.45 ^d	t.e.	7023.70 ^a	341.24 ^c	122.22 ^d	t.e.
Bütanoik asit, 2-metil-. etil ester	6403.37 ^a	366.46 ^b	245.96 ^c	59.161 ^d	6403.37 ^a	315.28 ^{b,c}	135.45 ^d	62.65 ^d
Bütanoik asit, 3-metil-. etil ester	996.37 ^a	31.67 ^b	46.45 ^b	t.e.	996.37 ^a	38.65 ^b	t.e.	t.e.
3-Hekzen-1-ol	3101.02 ^a	1580.88 ^{a,b}	1024.60 ^{a,b}	t.e.	3101.02 ^a	157.10 ^b	t.e.	t.e.
2-Hekzen-1-ol, (E)-	1038.89 ^a	975.41 ^b	t.e.	t.e.	1038.89 ^a	929.51 ^b	19.23 ^b	t.e.
1-Hekzanol	640.44 ^a	615.35 ^a	14.40 ^b	t.e.	640.44 ^a	602.85 ^a	t.e.	t.e.
Etil pentanoat	274.18 ^a	250.98 ^a	t.e.	t.e.	274.18 ^a	236.78 ^a	t.e.	t.e.
Etil hekzanoat	9469.93 ^a	448.93 ^b	512.16 ^c	71.88	9469.93 ^a	8379.10 ^b	374.61 ^c	63.66 ^c
3-Hekzen-1-ol, asetat	15514.04 ^a	15075.81 ^b	1006.45 ^d	t.e.	15514.04 ^a	14907.47 ^c	905.674 ^d	t.e.
Hekzil asetat	1143.72 ^a	1065.67 ^a	t.e.	t.e.	1143.72 ^a	967.32 ^a	t.e.	t.e.
2-Hekzen-1-ol, asetat	430.51 ^a	427.81 ^a	51.23 ^b	18.16 ^b	430.51 ^a	407.60 ^a	43.57 ^b	19.04 ^b
İzoamil izovalerat	7596.48 ^a	368.73 ^b	397.67 ^b	34.9 ^b	7596.48 ^a	374.74 ^b	363.34 ^b	t.e.
Bütanoik asit, 2-metil-, hekzil ester	14.66 ^a	12.56 ^a	t.e.	t.e.	14.66 ^a	10.79 ^a	t.e.	t.e.
Metil sinnamilat	206.58 ^a	196.27 ^a	192.80 ^a	t.e.	206.58 ^a	172.24 ^a	170.69 ^a	t.e.
2-Propenoik asit, 3-fenil-, metil ester	4121.08 ^a	3867.44 ^a	t.e.	t.e.	4121.09 ^a	3598.56 ^a	t.e.	t.e.
TOPLAM	58182.67 ^a	34489.29 ^b	4068.29 ^c	204.95 ^d	58182.68 ^a	32477.10 ^b	2193.78 ^{c,d}	166.56 ^d

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Püskürterek kurutma yönteminin tez kapsamında belirlenmiş olan optimum şartlarında üretilen çilek aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi Çizelge 4.35'te verilmiştir. Ticari formdaki aroma bileşenleri ile püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen aroma mikrokapsüllerinin bileşimi karşılaştırıldığında, sıvı formda tespit edilen 2-hekzen-1-ol,(E) ve 3-hekzen-1-ol bileşenlerinin mikrokapsüllerde belirlenemediği, enkapsülasyon sonunda ise ticari formda bulunmayan 1-bütanol, 3-metil-,asetat bileşeninin mikrokapsüllerde olduğu görülmektedir. Çizelge incelendiğinde çilek aromasında etkili rol oynayan aroma aktif bileşenlerinin toplam alanının depolamanın başlangıcında 48165.45×10^3 olduğu, depolamanın sonunda 4°C'de depolanan örneklerde bu alanın 25039.48×10^3 'e, 25°C'de depolanan örneklerde ise 13582.20×10^3 'e azaldığı belirlenmiştir. Çilek aromasında yüksek oranda bulunan esterlerin depolama süresince alanları incelendiğinde ise aroma bileşenlerinin 30.güne kadar alanının çok değişmediği ancak 60. günde istatistiksel olarak önemli seviyede azalış gösterdiği görülmektedir. Benzer şekilde çilek aromasında yüksek alana sahip ve ayrıca çilek aromasına meyveli, çileğimsi aromada katkı sağlayan izoamil izovalerat bileşeninde 30. güne kadar istatistiksel açıdan önemli seviyede değişmediği, 60. gün sonunda %21 oranında azaldığı belirlenmiştir. Bu azalış ticari formda depolanan çilek aromasında ise depolama sonunda %94 olarak hesaplanmıştır. Bu sonuç püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma aktif bileşeni açısından depolama stabilitesinin ticari formuna göre daha yüksek olduğunu göstermektedir. Aroma mikrokapsüllerinin farklı sıcaklıklardaki aroma bileşenleri açısından depolama stabilitesi incelendiğinde ise depolama sıcaklığının oldukça önemli olduğu; toplam alanın 4 °C'de depolanan örneklerde 60 gün sonunda %48 oranında azaldığı, 25 °C'de depolanan örneklerde ise bu oranın %72 olduğu belirlenmiştir.

Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinde belirlenen aroma bileşenlerinin depolama süresine bağlı olarak salınımlarının birbirlerinden farklı oldukları görülmüş olup bu durum bileşenlerin molekül ağırlıklarının farklı olması ile ilişkilendirilmektedir (Jafari vd. 2008). Voiley vd. (1995) tarafından arabik gam kullanılarak etil hekzanoat ve etil bütirat bileşenlerinin püskürterek kurutma yöntemiyle enkapsüle edildiği çalışma sonucunda molekül ağırlığı daha yüksek olan etil hekzanoatın etil bütirata göre depolama süresine bağlı olarak daha iyi korunduğu belirlenmiştir. Araştırmacılar bu farklılığı molekül ağırlığının (boyutunun) artması ile difüzyonun yavaşlaması ile açıklamışlardır. Tez kapsamında da çilek mikrokapsüllerinde bulunan etil hekzanoatın alanı depolama başlangıcında 784.47×10^3 olarak belirlenirken, depolama sonunda bu alan 443.72×10^3 olarak belirlenmiştir. Mikrokapsüllerde belirlenen Bütanoik asit, etil ester bileşenin alanı ise 1477.67×10^3 'den 50.22×10^3 'e azalmıştır.

Pellicer vd. (2019) tarafından yapılan bir çalışmada çilek aroması farklı taşıyıcı materyaller ile (MD, HiCap, β -SD, AG) 180 °C hava giriş sıcaklığında püskürterek kurutma yöntemi ile enkapsüle edilmiş olup MD-HiCap- β -SD karışımından oluşan duvar materyali ile kurutulan örneklerin aroma maddelerini daha iyi koruduğu, kurutma sonrası etil asetoasetat oranının %20.7'den %13.4'e, benzil alkol bileşeninin %73'ten %47.8'e ve etil 2- asetat bileşeninin %84.5'ten %28.1'e azaldığı bildirilmiştir

Çizelge 4.35. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60 gün	0. gün	15. gün	30. gün	60.gün
Bütanoik asit, 2-metil, metil ester	337.90 ^b	413.81 ^a	325.46 ^b	43.61 ^c	337.90 ^b	305.88 ^b	100.87 ^{b,c}	t.e.
Bütanoik asit, etil ester	1477.67 ^a	1402.46 ^{a,b}	1203.83 ^b	50.20 ^c	1477.67 ^a	1273.35 ^{a,b}	12.36 ^c	7.71 ^c
Bütanoik asit, 2-metil-, etil ester	3895.33 ^a	3225.24 ^b	3020.24 ^b	2881.19 ^{b,c}	3895.33 ^a	3002.54 ^b	2359.88 ^{c,d}	2135.76 ^d
Bütanoik asit, 3-metil-, etil ester	949.91 ^a	796.37 ^b	601.70 ^c	414.50 ^d	949.91 ^a	736.39 ^b	592.45 ^c	444.51 ^d
1-Hekzanol	192.25 ^a	181.18 ^a	t.e.	t.e.	192.25 ^a	t.e.	t.e.	t.e.
1-Butanol, 3-metil-, asetat	231.67 ^a	166.24 ^b	t.e.	t.e.	231.67	t.e.	t.e.	t.e.
Etil pentanoat	6820.79	t.e.	t.e.	t.e.	6820.79	t.e.	t.e.	t.e.
Etil hekzanoat	784.47 ^a	616.09 ^b	580.76 ^b	443.72 ^c	784.47 ^a	580.76 ^b	409.86 ^c	170.43 ^d
3-Hekzen-1-ol, asetat	657.99 ^a	514.05 ^b	409.93 ^c	299.66 ^d	657.99 ^a	466.45 ^c	310.23 ^d	186.35 ^e
Hekzil asetat	662.55 ^a	445.27 ^b	234.77 ^c	197.52 ^{c,d}	662.55 ^a	425.90 ^b	210.24 ^c	159.35 ^d
2-Hekzen-1-ol, asetat	281.01 ^a	234.77 ^b	26.56 ^c	t.e.	281.01 ^a	11.05 ^c	t.e.	t.e.
Bütanoik asit 3-metilbütül ester	11469.31 ^a	10496.28 ^b	8093.83 ^c	7611.03 ^d	11469.31 ^a	10493.49 ^b	6594.75 ^e	608.45 ^f
İzoamil izovalerat	16446.17 ^a	16099.86 ^a	15025.01 ^{a,b}	12878.86 ^b	16446.17	16345.17 ^a	14340.26 ^{a,b}	9823.27 ^c
2-Propenoik asit. 3-fenil- metil ester	6851.81 ^a	5695.11 ^b	451.69 ^d	219.21 ^{d,e}	6851.81 ^a	4001.11 ^c	t.e.	146.36 ^e
TOPLAM	48165.45 ^a	41710.96 ^{a,b}	30312.04 ^{b,c}	25039.48 ^{c,d}	48165.45 ^a	37247.63 ^{a,b,c}	25573.54 ^{c,d}	13582.20 ^d

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Tez kapsamında kullanılan bir diğer yöntem olan aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma maddelerinin değişimi Çizelge 4.36'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolamanın başlangıcında aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin toplam aroma aktif bileşenlerinin alanının 42.275×10^3 olduğu ve bu alanın %45'ini izoamil izovaleratın oluşturduğu görülmektedir. 4°C'de depolanan örneklerde 15. gün sonunda toplam aroma bileşenlerinin %95'inin korunduğu, 30.gün sonunda başlangıçtaki aroma bileşenlerine ait alanın %35, 60. gün sonunda ise %56 oranında azaldığı görülmektedir. Depolama sıcaklığının da aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen aroma kapsüllerinin aroma bileşimi üzerindeki etkisinin önemli olduğu görülmüş olup, 4 °C'de depolanan örneklerin aroma toplam alanındaki azalma depolama sonunda %56 olarak hesaplanmışken, 25 °C'de depolanan örneklerde bu oran %70 olarak hesaplanmıştır.

Aljinat kürecikleri yöntemi ile üretilen aroma kapsüllerinin aroma bileşenlerinin alan değerlerinin depolama süresince değişimi ayrı ayrı incelendiğinde 2-hekzen-1-ol (e),3-hekzen-1-ol, 1-hekzanol, 1-butanol 3-metil asetat, etil pentanoat, 3-hekzen-1-ol asetat, hekzil asetat, 2-hekzen-1-ol asetat, bütanoik asit 3-metilbütül ester,hekzil hekzanoat, 2-propenoik asit 3-fenil- metil ester bileşenlerinin depolama sonunda tespit edilemediği, literatürde çilek aroması için önemli olduğu bildirilen bütanoik asit 2-metil-etil ester bileşeninin depolama sonunda %48'inin, bütanoik asit, 3-metil-, etil ester bileşeninin %64'ünün, etil hekzanoat bileşeninin %76'sının, bütanoik asit 3-metilbütül ester bileşeninin ise %64'ünün korunduğu görülmektedir. Nitekim aljinat kürecikleri yöntemi ile aromaların kapsülasyonunda yapılan az sayıdaki çalışma sonucunda kapsülasyon işleminden sonra elde edilen küreciklerin farklı yöntemlerde kurutulması ile depolama stabilitesinin arttırılabileceği bildirilmiştir. Lević vd. (2015) tarafından aljinat kürecikleri yöntemi ile D-limonen aromasının kapsüllendiği bir çalışmada %50 ile %70 arasında kapsülasyon etkinliğinin sağlandığı bildirilmiş olup, elde edilen küreciklerin hava akımı ile kurutulmasının başarılı sonuçlar verdiği rapor edilmiştir. Vanilin aromasının aljinat kürecikleri yöntemi ile kapsüllendiği başka bir çalışmada (Manonjlociv vd. 2008) ise kapsülasyon sonucunda aromaların tutulmasının özellikle küreciklerin boyutuyla ilişkili olduğu, büyük küreciklerde aroma içeriğinin daha fazla olduğu ancak hem küreciklerin gıdaya işlenmesi hem de depolama stabilitesi açısından küçük boncukların çok daha etkin olduğu bildirilmiştir.

Çizelge 4.36. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Bütanoik asit, 2-metil-, metil ester	356.56 ^a	273.17 ^{a,b}	102.52 ^c	86.89 ^{c,d}	356.56 ^a	216.56 ^b	53.64 ^d	t.e.
Bütanoik asit, etil ester	896.56 ^a	751.76 ^b	420.4 ^d	t.e.	896.56 ^a	539.86 ^c	408.46 ^d	t.e.
Bütanoik asit, 2-metil-, etil ester	3327.90 ^a	2929.73 ^b	2502.37 ^{b,c}	1587.37 ^d	3327.90 ^a	2596.32 ^b	2058.96 ^c	1005.68 ^d
Bütanoik asit, 3-metil-, etil ester	694.52 ^a	681.68 ^a	559.71 ^b	447.26 ^c	694.52 ^a	492.46 ^c	449.85 ^c	326.75 ^d
2-Hekzen-1-ol, (E)-	34.56	t.e.	t.e.	t.e.	34.56	t.e.	t.e.	t.e.
3-Hekzen-1-ol	12.45	t.e.	t.e.	t.e.	12.45	t.e.	t.e.	t.e.
1-Hekzanol	160.1 ^a	13.236 ^b	t.e.	t.e.	160.1 ^a	t.e.	t.e.	t.e.
1-Butanol, 3-metil-, asetat	253.65 ^a	178.49 ^b	108.60 ^{c,d}	t.e.	253.65 ^a	132.96 ^c	95.39 ^{c,d}	74.79 ^d
Etil pentanoat	395.02 ^a	357.15 ^{a,b}	307.58 ^c	t.e.	395.02 ^a	340.69 ^b	285.53 ^c	t.e.
Etil hekzanoat	5023.21 ^b	5753.92 ^a	4454.01 ^c	3836.95 ^d	5023.21 ^b	5037.54 ^b	4472.26 ^c	307.68 ^e
3-Hekzen-1-ol, asetat	303.58 ^a	259.78 ^a	24.68 ^b	t.e.	303.58 ^a	239.68 ^a	10.82 ^b	t.e.
Hekzil asetat	465.81 ^a	440.87 ^a	274.64 ^b	t.e.	465.81 ^a	225.67 ^b	t.e.	t.e.
2-Hekzen-1-ol, asetat	526.45	488.74	t.e.	t.e.	526.45	t.e.	t.e.	t.e.
Bütanoik asit 3-metilbütül ester	2326.13 ^a	1823.80 ^b	1505.90 ^c	t.e.	2326.13 ^a	1627.59 ^{b,c}	104.65 ^d	t.e.
İzoamil izovalerat	23256.10 ^a	18956.90 ^b	15252.82 ^c	12746.71 ^d	23256.99 ^a	18569.85 ^b	13331.76 ^{c,d}	10574.57 ^e
Hekzil hekzanoat	152.12	151.46	t.e.	t.e.	152.12	105.47	t.e.	t.e.
2-Propenoik asit, 3-fenil-, metil ester	6330.95 ^a	3607.50 ^b	246.86 ^c	t.e.	6330.95 ^a	3456.78 ^b	226.90 ^c	t.e.
TOPLAM	42275.75 ^a	39965.12 ^a	27560.16 ^c	18705.21 ^d	42275.75 ^a	36651.47 ^b	21498.26 ^c	12507.93 ^e

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Koaservasyon yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin aroma bileşimlerinin depolama koşullarına bağlı değişimi Çizelge 4.37’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolamanın başlangıcında çilek aroması ile elde edilmiş mikrokapsüllerin aroma içeriğine ait toplam alanın 335.041×10^3 olduğu, depolamanın sonunda ise bu alanın 4°C ’de depolanan örnekler için 136.344×10^3 , 25°C ’de depolanan örnekler için ise 111.996×10^3 olduğu tespit edilmiştir. 4°C ’de depolanan örneklerin depolamanın 15. gününde aroma bileşenlerinin %85’inin, 30. gününde ise %60’ının korunduğu; ayrıca depolama başlangıcında tespit edilen bileşenlerden yalnızca 5’inin (bütanoik asit, 2-metil-, metil ester, 1-hekzanol, 1-butanol, 3-metil-, asetat, 1-butanol, 2-metil-, asetat ve cis-bütirik asit, 3-hekzenyl ester) depolama sonunda tespit edilemediği görülmüştür. Koaservasyon metodu ile üretilen kek ve çikolata ürünlerinin duyu analizi sonuçlarını destekler nitelikte; koaservasyon yöntemi ile üretilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşenlerinin içeriği hem başlangıçta hemde depolamanın ilerleyen günlerinde diğer metotlar ile üretilen mikrokapsüllere göre oldukça yüksek olduğu belirlenmiştir. Çilek aromasının önemli bileşenlerinden olan etil hekzanoat bileşeninin alanının 4°C ’de 60 günlük depolama sonunda %40 oranında azalmış olduğu görülmüştür.

Limonen aromasının hem koaservasyon hem de püskürterek kurutma yöntemi ile enkapsüle edildiği bir çalışma sonucunda, koaservasyon yöntemi ile elde edilen limonen mikrokapsüllerinin oksidasyona karşı daha stabil olduğu, 45°C ’de 25 gün süre ile depolanan örneklerde istatistiksel olarak önemli miktarda oksidasyonun gerçekleşmediği ve limonen içeriğinin korunduğu bildirilmiştir (Leclercq vd. 2008). Gıda aromalarının koaservasyon yöntemi ile enkapsüle edilmesinin araştırıldığı bir tez çalışmasında çapraz bağlayıcı olarak toksik özellik gösteren glutaraldehit yerine doğal bir çapraz bağlayıcı olan genipin kullanılmıştır. Gıda aroması olarak kullanılan portakal yağı aromasının değişik oranlarda jelatin/arabik gam duvar materyali ile mikrokapsüllendiği çalışma sonucunda genipin kullanılarak kapsül oluşumunun gerçekleştiği, ancak kapsülasyon etkinliğinin oldukça düşük bulunduğu belirtilmiştir (Buldur, 2012). Gıda endüstrisinde serinletici etkisinden dolayı oldukça sık kullanılan ksilitol ve mentol aromalarının koaservasyon yöntemi ile mikrokapsülasyonunun araştırıldığı bir çalışmada elde edilen mikrokapsüller model gıda olarak sakıza işlenmiş ve sonuçlar koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin aromalarının oldukça iyi korunduğu ve bu yöntemle mikrokapsüle edilen aromalarla üretilen sakızların duyu açıdan beğeni gördüğü rapor edilmiştir (Santos vd. 2014).

Yapılan başka bir çalışmada fırıncılık sektöründe yarı pişirilerek dondurulmuş ürünlerin fırında ısıtılması esnasında içeriğindeki aromaların etkinliğinin artırılması amacıyla koaservasyon yöntemi ile elde edilen enkapsüle aromalar kullanılmıştır. Hamur işlerinde tüketicilerin beklediği iştah açıcı kokunun yarı pişirilerek dondurulan ürünlerin mikrodalga ile ısıtılması esnasında azaldığı, ancak bu ürünlere koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin ilavesi ile istenilen kokunun korunabildiği ayrıca 4°C ve 20°C ’lerde depolanan ürünlerin aromasının 4 hafta boyunca çok iyi bir şekilde korunduğu bildirilmiştir. Koaservasyon yöntemi ile gül esansı enkapsülasyonunun gerçekleştirildiği bir çalışmada çapraz bağlayıcı olarak glutaraldehit, duvar materyali olarak jelatin ve arabik gam kullanılmıştır. Elde edilen mikrokapsüllerde yapılan analizler sonucunda gül kokusu içeren mikrokapsül üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştiği bildirilmiştir (Göde ve Kebapçı 2014).

Çizelge 4.37. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Bütanoik asit, 2-metil-, metil ester	286.57 ^a	234.16 ^a	158.55 ^b	t.e.	286.57 ^a	274.09 ^b	126.49 ^b	t.e.
Bütanoik asit, etil ester	12944.93 ^a	11069.14 ^b	834.16 ^c	734.96 ^c	12944.93 ^a	859.14 ^c	709.27 ^c	675.10 ^c
2-Butenoik asit, etil ester	1242.66 ^a	884.87 ^b	784.87 ^{b,c}	623.23 ^{b,c}	1242.66 ^a	756.45 ^{b,c}	512.04 ^d	493.97 ^d
Bütanoik asit, 2-metil-, etil ester	38928.58 ^a	36101.23 ^b	5001.25 ^d	3994.81 ^{d,e}	38928.58 ^a	8447.47 ^c	4691.38 ^d	2647.12 ^e
Bütanoik asit, 3-metil-, etil ester	3622.91 ^a	3577.15 ^a	307.59 ^b	164.00 ^b	3622.91 ^a	345.74 ^b	259.76 ^b	51.41 ^b
3-Hekzen-1-ol	4575.36 ^a	3589.10 ^b	2805.45 ^c	1014.03 ^d	4575.36 ^a	3297.98 ^{b,c}	1508.94 ^d	956.60 ^d
1-Hekzanol	20.39	t.e.	t.e.	t.e.	20.39	t.e.	t.e.	t.e.
1-Butanol, 3-metil-, asetat	4462.87 ^a	2576.55 ^b	1556.86 ^c	t.e.	4462.87 ^a	2256.85 ^b	1034.74 ^c	76.70 ^d
1-Butanol, 2-metil-, asetat	1146.26 ^a	961.56 ^{a,b}	953.58 ^{a,b}	t.e.	1146.25 ^a	983.60 ^{a,b}	757.04 ^b	t.e.
Pentanoik asit, etil ester	25443.43 ^a	20679.97 ^{a,b}	20493.43 ^b	1552.95 ^c	25443.43 ^a	24470.56 ^a	1983.27 ^c	1399.33 ^c
Kapronat etil	136481.71 ^a	133268.15 ^a	102268.15 ^b	73371.14 ^c	136481.71 ^a	130748.78 ^a	90643.14 ^b	66834.54 ^d
3-Hekzen-1-ol, asetat	39395.83 ^a	2952.634 ^b	1926.49 ^b	534.95 ^c	39395.83 ^a	2821.62 ^b	773.10 ^c	456.82 ^c
Hekzil asetat	22996.94 ^a	14926.49 ^b	9924.09 ^d	9403.56 ^d	22996.94 ^a	14087.63 ^c	9416.14 ^d	5997.39 ^e
Bütanoik asit 3-metilbütil ester	4800.88 ^a	4214.93 ^b	3547.91 ^{a,b}	3064.61 ^{b,c}	4800.88 ^a	3647.08 ^{a,b}	517.97 ^c	17.89 ^c
Pentil 3-metilbütanat	1593.85 ^a	1295.87 ^{a,b}	938.58 ^c	547.91 ^d	1593.85 ^a	1005.85 ^{b,c}	858.52 ^{c,d}	503.86 ^d
İzoamil izovalerat	5156.84 ^a	4800.88 ^{a,b}	3588.45 ^c	2390.75 ^e	5156.84 ^a	4507.35 ^b	3085.09 ^d	2018.36 ^e
Benzil asetat	2109.50 ^a	196.536 ^b	29.47 ^{b,c}	31.62 ^{b,c}	2109.50 ^a	t.e.0	t.e.0	t.e.
cis-Bütirik asit, 3-hekzenyl ester	3868.56 ^a	497.77 ^b	t.e.	t.e.	3868.56 ^a	t.e.0	t.e.0	t.e.
Bütanoik asit, 2-metil-, hekzil ester	8579.65 ^a	5050.79 ^b	4497.77 ^b	3865.96 ^b	8579.64 ^a	5003.67 ^b	4307.70 ^b	3050.95 ^b
cis-3-hekzenyl izovalerat	1204.30 ^a	17.70 ^b	t.e.0	33.65 ^b	1204.32 ^a	t.e.0	t.e.0	t.e.
cis-3-Hekzenyl valerat	2185.62 ^a	1993.28 ^{a,b}	1853.34 ^b	1525.14 ^c	2185.62 ^a	1943.87 ^{a,b}	t.e.0	t.e.
Metil sinnamilat	40903.633 ^a	38068.29 ^{a,b}	33587.98 ^c	24472.64 ^d	40903.63 ^a	37837.56 ^b	30567.23 ^c	20300.02 ^e
TOPLAM	335041.10 ^a	277680.89 ^{a,b}	203942.61 ^{a,b}	136344.69 ^b	335041.12 ^a	243190.89 ^{a,b}	161499.96 ^b	111996.41 ^b

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Dondurarak kurutma teknolojisiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma bileşenlerinin değişimi Çizelge 4.38’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolama başlangıcında aroma bileşenlerine ait toplam alan değerinin 222.557×10^3 olduğu, bu değer 4 °C’de depolanan örneklerde 15 gün sonunda %51 oranında azaldığı, bu azalmanın 30 ve 60. günlerde ise eşit oranda (%75) gerçekleştiği görülmektedir. 25 °C’de depolanan örneklerde ise 15. 30. ve 60. günlerde bu azalış sırasıyla %56, 76 ve 85 olarak hesaplanmıştır. Çizelge incelendiğinde dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aromalı mikrokapsüllerin depolama sonunda sadece 2 bileşenin depolama sonunda tespit edilemediği, bütanoik asit, 3-metil-, etil ester bileşeninin 30.güne kadar istatistiksel olarak önemli ölçüde bir azalış göstermediği, 60. günde ise %60’ının hala korunduğu, benzer şekilde hekzil hekzanoat bileşeninin %74’ünün, etil pentanoat bileşeninin %70’inin, 3-hekzen-1-ol, asetat bileşenin ise %65’inin depolama sonunda korunduğu anlaşılmaktadır.



Çizelge 4.38. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Bütanoik asit, 2-metil-, metil ester	991.55 ^a	221.93 ^b	190.60 ^c	t.e.	991.58 ^a	203.26 ^{b, c}	103.87 ^c	t.e.
Bütanoik asit, etil ester	3849.67 ^a	448.06 ^b	426.36 ^b	314.46 ^b	3849.67 ^a	439.13 ^b	410.54 ^b	285.21 ^b
Bütanoik asit, 2-metil-, etil ester	11593.74 ^a	9462.87 ^b	954.36 ^c	526.70 ^d	11593.74 ^a	1117.40 ^c	903.61 ^{b, c}	673.97 ^{c, d}
Bütanoik asit, 3-metil-, etil ester	2578.52 ^a	2543.60 ^a	2504.36 ^a	1535.08 ^b	2578.52 ^a	2536.45 ^a	2483.64 ^a	1815.08 ^b
1-hekzanol	629.98 ^a	602.34 ^a	598.65 ^a	405.35 ^c	629.98 ^a	602.00 ^a	556.26 ^{a, b}	506.40 ^b
1-Butanol, 3-metil-, asetat	265.35 ^a	243.26 ^{a, b}	201.35 ^{b, c}	14.46 ^c	265.35 ^a	242.93 ^{a, b}	200.36 ^{b, c}	180.88 ^c
Etil pentanoat	34663.05 ^a	36595.28 ^a	30597.84 ^b	23808.22 ^c	34663.05 ^a	32326.04 ^b	30256.22 ^c	19460.03 ^e
Etil hekzanoat	42659.46 ^a	3963.36 ^b	2863.45 ^c	18279.20 ^e	42659.46 ^a	3962.51 ^b	2633.98 ^c	1278.21 ^f
3-Hekzen-1-ol, asetat	2827.76 ^a	1920.31 ^b	1820.36 ^b	1034.78 ^c	2827.76 ^a	1868.06 ^b	1503.14 ^c	953.868 ^c
Hekzil asetat	4972.91 ^a	4951.90 ^a	4528.93 ^b	3308.91 ^c	4972.91 ^a	4258.52 ^{b, c}	4088.06 ^c	3373.97 ^c
2-Hekzen-1-ol, asetat	1084.076 ^a	865.382 ^b	100.85 ^c	104.93 ^c	1084.07 ^a	100.98 ^c	56.52 ^c	50.53 ^c
Bütanoik asit 3-metilbütül ester	40951.38 ^a	38125.466 ^b	3514.265 ^c	2020.659 ^{c, d}	40951.38 ^a	38052.58 ^b	3373.43 ^c	1855.09 ^d
Etil heptanoat	1278.24 ^a	1052.12 ^b	186.75 ^c	155.52 ^c	1278.24 ^a	1156.95 ^b	186.54 ^c	150.32 ^c
İzoamil izovalerat	59825.69 ^a	1456.00 ^b	1431.76 ^c	1548.65 ^{c, e}	59825.69 ^a	1034.07 ^c	558.97 ^{c, e}	511.89 ^e
Cis-3-hekzenyl 2-metilbütanat	293.33 ^a	259.24 ^a	225.41 ^{a, b}	32.77 ^c	293.33 ^a	250.03 ^a	203.61 ^b	30.67 ^c
Bütanoik asit, 2-metil-, hekzil ester	165.26 ^a	152.60 ^{a, b}	112.364 ^{b, c}	6.88 ^c	165.26 ^a	153.62 ^{a, b}	107.85 ^{b, c}	6.08 ^c
Hekzil hekzanoat	456.13 ^a	405.63 ^{a, b}	351.02 ^c	338.91 ^{c, c}	456.13 ^a	400.06 ^{a, b}	306.49 ^c	327.80 ^{c, c}
2-Propenoik asit, 3-fenil-, metil ester	14426.49 ^a	13607.85 ^b	994.04 ^c	612.83 ^c	14426.49 ^a	1355.69 ^c	966.38 ^c	602.35 ^c
İzovaleralaldehit propilen glikol asetal	136.15 ^a	103.64 ^{a, b}	52.36 ^c	t.e.	136.15 ^a	96.45 ^b	39.64 ^c	t.e.
TOPLAM	222557.33 ^a	106974.30 ^b	54411.21 ^c	54944.99 ^c	222557.33 ^a	97495.68 ^b	51709.59 ^{c, d}	32886.95 ^d

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Farklı yöntemler ile elde edilen çilek aroması kapsülleri ile sıvı formdaki çilek aromasının bileşenlerinin toplam alan değerlerinin kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak varyans analizi sonuçları Çizelge 4.39’da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde kapsülasyon yöntemi ile depolama süresinin toplam aroma bileşenlerinin alanı üzerine $p<0.01$ seviyesinde, bu 2 bağımsız değişkenin interaksiyonlarının ise $p<0.05$ seviyesinde etkisinin olduğu görülmektedir. Örneklerin aroma bileşenlerinin toplam alanı üzerinde depolama sıcaklığının etkisi ise istatistiksel açıdan önemsiz bulunmuştur.

Çizelge 4.39. Çilek aromalarının toplam aroma bileşenlerinin alan değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	4	119131310959	50.32**
S	1	202592779	0.09
D	3	8621869481	24.76**
K x S	4	2854987437	1.21
K x D	12	5254838722	2.22*
S x D	3	3606976438	1.52
K x S x D	12	2330863087	0.98
Hata	40		

(*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.40’da ticari olarak temin edilen çilek aroması ile çilek aromasından elde edilen mikrokapsüllerin toplam aroma bileşenlerinin alanlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma Testi sonuçları verilmiştir. 4°C’de depolanan örneklerin aroma aktif bileşenlerinin alanlarının ortalama değeri 96.317×10^3 olarak belirlenirken, bu değer 25 °C’de depolanan örnekler için 90.134×10^3 olarak belirlenmiş olup, 2 farklı sıcaklıkta depolanan örneklerin aroma bileşenleri değerleri arasındaki fark Çizelge 4.39’da da görüldüğü üzere istatistiksel açıdan önemsiz bulunmuştur. Depolamanın başlangıcında aroma bileşenlerinin alanlarının ortalama değeri 164.429×10^3 olarak tespit edilmiş ve bu değer depolama sonunda 61.595×10^3 ’e azalmış, istatistiksel açıdan önemli azalma ise 30. günde gerçekleşmiştir. Kontrol grubu örnekleri ile farklı yöntemlerle elde edilen aroma kapsüllerinin aroma alanı değerleri istatistiki açıdan birbirlerinden farklı bulunmuş olup, en yüksek aroma bileşeni alanının (228.404×10^3) koaservasyon yöntemi ile elde edilmiş mikrokapsüllerde, en düşük ortalamanın (23.939×10^3) ise kontrol grubu örneklerde olduğu görülmektedir (Çizelge 4.40).

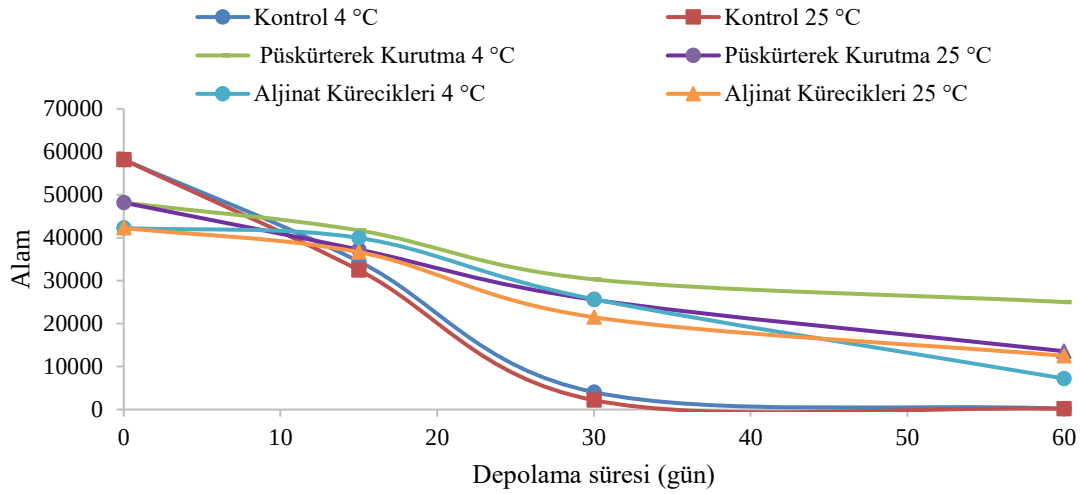
Çizelge 4.40. Çilek aromasının depolama süresince toplam aroma bileşenlerinin alanının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ($\times 10^3$)

Depolama	4°C	25°C			
Sıcaklığı	96317±1769	90134±1354			
Depolama	0.gün	15 gün	30 gün	60 gün	
Süresi	164429±2176 ^a	128513±2344 ^a	84366±1216 ^b	61595±1089 ^c	
Kapsülasyon	Koaservasyon	Dondurarak	Püskürterek	Aljinat	Kontrol
yöntemi		kurutma	kurutma	kürecikleri	
	228404±1941 ^a	131877±1170 ^b	60792±820 ^c	28616±331 ^d	23939±917 ^e

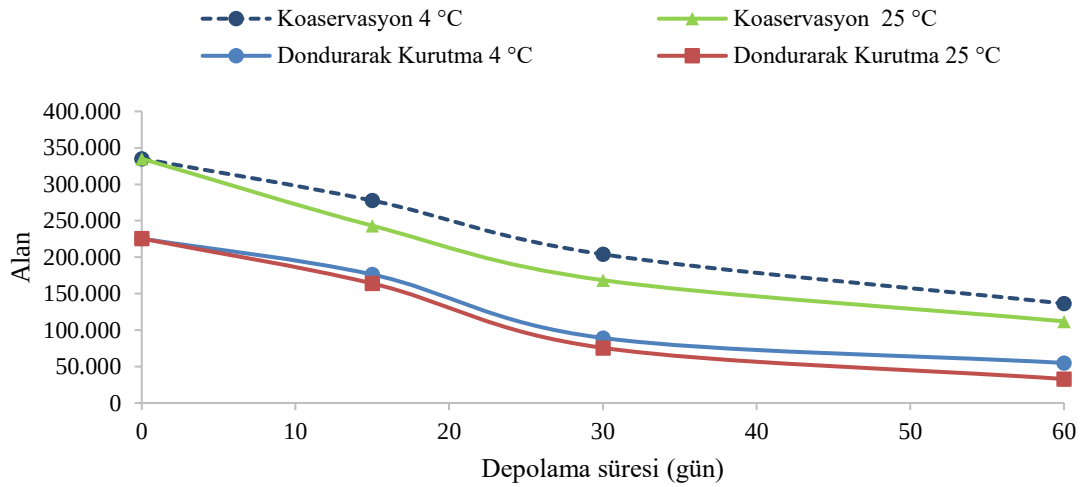
Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Şekil 4.24 ve 4.25’de farklı sıcaklıklarda (4 ve 25 °C) depolanan sıvı formdaki çilek aroması ve 4 farklı yöntemle üretilen çilek aroması kapsüllerinin 60 günlük depolama süresindeki aroma alanları değerlerindeki değişim gösterilmiştir. Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen aroma kapsüllerinin depolama başlangıcındaki aroma alanı değerlerinin kontrol ve diğer enkapsülasyon yöntemleriyle elde edilen kapsüllerin aroma alanı değerlerinden oldukça yüksek olması nedeniyle sonuçlar 2 farklı grafikte gösterilmiştir. Şekil 4.24 incelendiğinde ticari olarak temin edilen çilek aromasının aroma bileşenlerine ait toplam alan değerlerinin her iki depolama sıcaklığında da depolama başlangıcından itibaren hızla azaldığı ve depolama süresi sonunda hemen hemen tamamının salınmış olduğu görülmektedir. Püskürterek kurutma ve aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin depolama süresince her iki sıcaklıkta da stabilitelerini ticari çilek aromasına göre daha iyi koruduğu, nitekim 60 günlük depolama sonunda 4°C’de depolanan püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilmiş mikrokapsüllerin aroma bileşenlerinin toplam alanının aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen kapsüllerinkinden daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin depolama süresince aroma alanları değerlerinin değişiminin gösterildiği Şekil 4.25 incelendiğinde, duyu analizi sonuçlarında tespit edilen yüksek aroma şiddetinin yoğun şekilde hissedildiği koaservasyon yönteminin aroma bileşenlerinin toplam alan değerinin de diğer metotlara göre oldukça yüksek olduğu görülmektedir. 4 °C’deki depolanan örneklerin depolama süresi sonundaki aroma bileşenlerinin alanları incelendiğinde depolama başlangıcındaki değere göre en fazla (%75) azalmanın dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerde, en düşük (%48) azalmanın ise püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerde meydana geldiği görülmüştür. Bu azalış aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen örneklerde %56, koaservasyon yöntemiyle elde edilen örneklerde ise %59 olarak belirlenmiştir. Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen toz ürünün depolama sırasında stabilitesinin düşük olmasının püskürterek kurutmada olduğu gibi küresel ve damlacık şeklinde oluşumlar gerçekleşmemesinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Nitekim Krishnan vd. (2005), küresel ve pürüzsüz yapı oluşumunun mikrokapsüllerde stabiliteyi arttırdığını bildirmişlerdir.



Şekil 4.24. Püskürterek kurutma ve aljinat kürecikleri ile elde edilmiş mikrokapsüller ile ticari olarak temin edilmiş çilek aromasının depolama süresince toplam aroma alanının değişimi



Şekil 4.25. Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilmiş çilek mikrokapsüllerinin depolama süresince toplam aroma alanının değişimi

Literatürde çeşitli ürünlerin farklı yöntemlerle kurutulmasından sonra aroma bileşenlerinin değişiminin izlendiği çalışmalar mevcut olup bu çalışmaların genel olarak dondurarak kurutma ve püskürterek kurutma yöntemleri üzerinde yoğunlaştığı gözlenmiştir. Abonyi vd. (2001) tarafından yapılan bir çalışmada çilek püresi farklı yöntemle kurutulup çilek püresindeki aroma aktif bileşenlerinin (etil bütanat, etil heksanoat, metil bütanat, metil heksanoat, heksil asetat, trans-2-hekzenol) değişimi incelenmiştir. Çalışma sonucunda elde edilen sonuçlar dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen örneklerin aroma içeriğinin daha fazla olduğunu göstermiştir. Çilek aromasının farklı yöntemlerle kurutulduğu bir başka çalışmada ise dondurarak kurutma

yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin benzer şekilde aroma bileşenlerini en iyi koruyan yöntem olduğu, ancak aroma mikrokapsüllerinin depolama stabiliteleri incelendiğinde püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen örneklerin daha iyi olduğu, bu durumun püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüllerin pürüzsüz ve küresel yapıya sahip olmasından kaynaklanmış olabileceği rapor edilmiştir (Pellicer vd. 2019).

4.8.2. Farklı yöntemlerle üretilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma içeriğinin değişimi

Ticari bir firmadan temin edilen ve tez kapsamında kontrol olarak kullanılan sıvı formdaki karpuz aroması ile bu aroma kullanılarak farklı enkapsülasyon yöntemleriyle elde edilen karpuz aroması kapsülleri 4 ve 25 °C’lerde 60 gün süre ile depolanmış, depolamanın başlangıcı ile birlikte 15., 30. ve 60. günlerinde örneklerde aroma analizleri yapılmıştır. Yapılan bu analiz sonucu tespit edilen aroma bileşenlerinin değişimi Çizelge 4.41’de verilmiştir.

Çizelge 4.41’de verilen depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma aktif bileşenlerinin değişimi incelendiğinde, depolamanın başlangıcında karpuz aromasında oldukça baskın ve miktar açısından fazla olan bileşenlerin alan değerlerinin her 2 sıcaklık için de depolama süresinin artmasına bağlı olarak 30. günden itibaren önemli oranda (4 °C’de depolanan örneklerde %79; 25 °C’de depolanan örneklerde %88) azaldığı, 60.günde ise her iki sıcaklıktaki örnekler için de %96’sının kaybolduğu tespit edilmiştir. Depolamanın ilk gününde karpuzun kendine has aromalara katkısı olan başlıca 18 bileşenin toplam alanı 16525×10^3 iken, depolama süresi sonunda bu alanın 4°C’de depolanan karpuz aromalarında 678×10^3 ’e; 25°C’de depolananlarda ise 656×10^3 ’e azaldığı belirlenmiştir. Bu durum ticari olarak sıvı formda depolanan karpuz aromalarının 60 gün sonunda istenen özelliklerini kaybettiğini göstermektedir.

Yapılan bilimsel araştırmalarda (Aguiló-Aguayo vd. 2010; Genthner 2010; Fredes 2016) karpuz aromasının aroma aktif bileşenleri olarak bildirilen “5-heptenal 2-6-dimetil- (melonale)”, “Z-6-nonenale”, “E-6-nonenale” ve “6-nonen-1-ol, asetat bileşenlerinin depolamaya bağlı değişimi incelendiğinde “6-nonen-1-ol, asetat” ve “E-6-nonenale” bileşenlerinin her iki sıcaklıkta depolama sonunda tespit edilemediği görülmüştür. Ticari formdaki karpuz aroması bileşenlerinin 30 gün sonunda da önemli miktarda azaldığı tespit edilmiş olup, bu süre sonunda “5-heptenal 2-6-dimetil- (melonale)” bileşeninin %82’sinin, “Z-6-nonenale” bileşeninin ise %70’inin salındığı belirlenmiştir. Ticari formdaki karpuz aromasında yüksek oranda bulunan diğer bileşenler olan benzil bütanatın da depolama sonunda tespit edilemediği, izoamil asetat bileşeni de 25 °C’de depolanan örneklerde tespit edilemezken; 4°C’de depolanan örneklerde ise alan bazında sadece %4’ünün korunduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.41. Sıvı formdaki karpuz aromasının bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 103)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60.gün
Asetik asit etil ester	645.12 ^a	584.46 ^b	356.89 ^c	t.e.	645.12 ^a	500.12 ^b	221.68 ^d	10.64 ^e
Etil bütirat	742.45 ^a	552.18 ^b	387.31 ^d	17.48 ^f	742.45 ^a	409.26 ^c	325.45 ^e	42.57 ^f
Asetik asit, bütıl ester	451.39 ^a	367.52 ^b	322.83 ^b	53.47 ^c	451.39 ^a	348.53 ^b	315.01 ^c	t.e.
2-Hekzenal, (E)-	200.94 ^a	24.53 ^b	18.36	t.e.	200.94 ^a	20.31 ^b	12.24 ^b	t.e.
3-Hekzen-1-ol, (Z)-	222.27 ^a	135.01 ^b	55.21 ^{c,d}	t.e.	222.27 ^a	101.92 ^{b,c}	35.68 ^d	t.e.
İzoamil asetat	5032.14 ^a	463.79 ^b	252.98 ^b	206.46 ^b	5032.14 ^a	398.69 ^b	201.32 ^b	t.e.
1-Butanol, 2-metil-, asetat	156.30 ^a	117.20 ^a	51.28 ^b	t.e.	156.30 ^a	93.35 ^{a,b}	t.e.	t.e.
5-Hepten-2-one, 6-metil-	25.14 ^a	18.25 ^b	13.13 ^c	t.e.	25.14 ^a	15.61 ^c	10.33 ^c	t.e.
3-Hekzen-1-ol, asetat (Z)	31.52 ^a	25.30 ^b	18.43 ^c	15.38 ^d	31.52 ^a	20.31 ^c	10.04 ^{c,d}	t.e.
Asetik asit, hekzil ester	312.25 ^a	213.95 ^b	101.84 ^c	t.e.	312.25 ^a	51.97 ^d	52.52 ^d	35.98 ^e
5-Heptenal, 2,6-dimetil- Melonal	1013.55 ^a	821.21 ^b	236.14 ^c	184.89 ^c	1013.54 ^a	754.93 ^b	126.96 ^c	t.e.
(Z)-3-hekzenyl (E)-2-butenote	36.46	t.e.	t.e.	t.e.	36.46	t.e.	t.e.	t.e.
Z-6-Nonenal	512.55 ^a	452.16 ^a	365.17 ^b	200.579 ^{c,d}	512.54 ^a	365.74 ^b	266.11 ^c	179.96 ^d
E-6-nonenal	245.60 ^a	201.93 ^{a,b}	62.51 ^c	t.e.	245.60 ^a	182.06 ^b	t.e.	t.e.
Bütanoik asit, 2-acetyl-3-metil-, metil ester	31.25 ^a	20.41 ^b	t.e.	t.e.	31.25 ^a	t.e.	t.e.	t.e.
(Z)-4-nonen-1-ol	6.35 ^a	2.14 ^b	t.e.	t.e.	6.34 ^a	t.e.	t.e.	t.e.
6-Nonen-1-ol, asetat	214.36 ^a	152.43 ^b	53.62 ^d	t.e.	214.36 ^a	102.60 ^c	32.14 ^d	t.e.
Benzil bütanat	6645.44 ^a	2205.32 ^b	1184.00 ^c	t.e.	6645.44 ^a	216.41 ^d	152.46 ^d	t.e.
TOPLAM	16525.13 ^a	6196.41 ^b	3414.84 ^{b,c}	678.24 ^c	16525.13 ^a	3581.63 ^{b,c}	1923.4 ^c	656.45 ^c

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Çizelge 4.42 incelendiğinde püskürterek kurutma yöntemi ile optimum koşullarda elde edilen karpuz aromalı mikrokapsüllerin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma aktif bileşenlerinin değişimi görülmektedir. Depolamanın başlangıcında karpuz aromasında etkili rol oynayan aroma bileşenlerinin toplam alanının 20.087×10^3 olduğu, depolamanın sonunda 4°C 'de depolanan örneklerde bu alanın 8.934×10^3 'e, 25°C 'de depolanan örneklerde ise 6.107×10^3 'e azaldığı belirlenmiştir. Ticari formdaki aroma bileşenleri ile püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen aroma mikrokapsüllerinin bileşimi karşılaştırıldığında, sıvı formda tespit edilen 2-Hekzenal, (E), Bütanoik asit, 2-acetyl-3-metil-, metil ester ve (Z)-4-nonen-1-ol bileşenlerinin mikrokapsüllerde belirlenemediği görülmektedir. Püskürterek kurutulmuş karpuz mikrokapsüllerinde melonal olarak bilinen 5-heptenal, 2,6-dimetil- bileşeninin 4°C 'de depolamanın 30. gününde %30, 60.gününde ise hızlanarak %60 oranında azaldığı belirlenmiştir. Karpuz aromasında bulunan önemli diğer aroma aktif bileşenlerden olan Z-6-nonenal, E-6-nonenal ve 6-nonen-1-ol asetat bileşenlerinin de benzer şekilde depolamanın 30. gününde sırasıyla %93, %85 ve %91 oranında korunduğu, depolamanın 60.gününde ise sırasıyla %47, %37 ve %51 oranında azaldığı belirlenmiştir. Depolama sıcaklığının püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen aroma kapsüllerinin aroma bileşimi üzerindeki etkisinin önemli olduğu görülmüş olup, 4°C 'de depolanan örneklerin aroma toplam alanındaki azalma depolama sonunda %57 olarak hesaplanmışken, 25°C 'de depolanan örneklerde bu oran %71 olarak hesaplanmıştır.

Literatürde doğrudan tez konusu ile ilgili olan karpuz aromasının depolanmasını ya da enkapsülasyonunu konu alan bir çalışmaya rastlanılmamış olup, Quek vd. (2007) tarafından yapılan bir çalışmada karpuz suyunun püskürterek kurutulmasında likopen açısından taşıyıcı olarak MD'nin başarılı bir şekilde kullanılabileceği belirtilmiştir. Yine karpuz suyunun püskürtülerek kurutulmasının araştırıldığı başka bir çalışmada, püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen karpuz tozundan fermente bir içecek üretilmiştir. Çalışma sonucunda karpuz suyunun püskürterek kurutulmasında optimumum şartlarının %15 MD ve 160°C hava giriş sıcaklığı olduğu bildirilmiştir (Mestry 2011). Taze dilimlenmiş karpuzun depolanmasının araştırıldığı bir çalışmada yapılan aroma analizinde aromadan sorumlu Z-6-nonenal, E-nonenal, (E-Z)-2,6-nonedienal ve (Z-Z)-3,6-nonedienol bileşenlerinin depolamının ikinci gününde hızla azaldığı ve 10 günlük depolama sonucunda %70'inden fazlasının kaybolduğu bildirilmiştir (Xisto vd. 2012).

Çizelge 4.42. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Asetik asit etil ester	694.42 ^a	590.79 ^b	413.38 ^c	9.57 ^d	694.42 ^a	589.44 ^b	12.85 ^d	8.16 ^d
Etil bütirat	688.72 ^a	630.74 ^a	597.40 ^b	514.58 ^b	688.72 ^a	658.24 ^a	555.57 ^b	35.89 ^c
Asetik asit, bütil ester	386.10 ^a	358.81 ^a	285.65 ^b	214.50 ^c	386.10 ^a	308.40 ^b	26.13 ^c	4.11 ^d
3-Hekzen-1-ol, (Z)-	12.61 ^a	9.82 ^b	4.54 ^d	t.e.	12.61 ^a	5.49 ^c	t.e.	t.e.
İzoamil asetat	5476.94 ^a	5098.36 ^{a,b}	4496.40 ^{b,c}	2430.16 ^d	5476.94 ^a	4872.41 ^b	4010.98 ^c	1587.89 ^d
1-Butanol, 2-metil-, asetat	1577.45 ^a	1497.23 ^{a,b}	1146.50 ^{b,c}	951.15 ^{c,d}	1577.45 ^a	1392.60 ^{a,b}	1009.48 ^c	641.45 ^d
5-Hepten-2-one, 6-metil-	19.20 ^a	17.49 ^a	15.35 ^b	t.e.	19.20 ^a	17.95 ^a	t.e.	t.e.
3-Hekzen-1-ol, asetat,	28.31 ^a	27.59 ^b	15.47 ^b	t.e.	28.31 ^a	25.75 ^{a,b}	5.43 ^d	t.e.
Asetik asit, heksil ester	1146.75 ^a	929.41 ^b	928.79 ^b	731.13 ^{b,c}	1146.75 ^a	1072.95 ^b	910.10 ^b	515.79 ^c
5-Heptenal, 2,6-dimetil- Melonal	1331.95 ^a	974.92 ^b	883.53 ^b	516.37 ^c	1331.95 ^a	901.84 ^b	840.96 ^b	410.22 ^c
Z-6-Nonenal	514.50 ^a	482.06 ^a	357.49 ^b	176.35 ^c	514.50 ^a	479.48 ^a	309.47 ^b	168.63 ^c
E-6-nonenal	298.91 ^a	254.80 ^a	204.68 ^b	190.17 ^b	298.91 ^a	251.47 ^a	199.81 ^b	158.29 ^b
6-Nonen-1-ol, asetat	203.76 ^a	186.42 ^a	178.47 ^a	10.59 ^b	203.76 ^a	180.46 ^a	16.85 ^b	7.24 ^b
Benzil bütanat	8765.71 ^a	4932.54 ^b	4069.52 ^{b,c}	3190.17 ^{c,d}	8765.71 ^a	4489.27 ^b	3160.36 ^c	2583.65 ^d
TOPLAM	21145.31 ^a	15658.56 ^b	13597.15 ^{b,c}	8934.74 ^{d,e}	21145.31 ^a	15578.17 ^b	11057.98 ^{c,d}	6107.32 ^e

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Tez kapsamında kullanılan bir diğer yöntem olan aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma maddelerinin değişimi Çizelge 4.43’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolamanın başlangıcında aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin toplam aroma aktif bileşenlerinin alanının 15.851×10^3 olduğu ve bu alanın 4°C’de depolanan örneklerde 15. gün sonunda %92’sinin korunduğu; 30. gün sonunda %35’inin, 60. gün sonunda ise %65’inin azaldığı görülmektedir. Depolama sıcaklığı açısından aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen aroma kapsüllerinin aroma bileşimi değerlendirildiğinde, 4 °C’de depolanan örneklerin aroma toplam alanındaki azalma depolama sonunda %65 olarak hesaplanmışken, 25 °C’de depolanan örneklerde bu oran %70 olarak hesaplanmıştır.

Aljinat kürecikleri yöntemi ile üretilen aroma kapsüllerinin bileşenlerine ait alan değerlerinin depolama süresince değişimi ayrı ayrı incelendiğinde 4 °C’deki örnekler için “1-butanol, 2-metil-, asetat”, “3-hekzen-1-ol, asetat, (Z)”, “izoamil bütirat” bileşenlerinin, 25 °C’deki örnekler için “6-nonen-1-ol, asetat”, “5-heptenal, 2,6-dimetil” ve “E-6-nonenal” bileşenlerinin depolama sonunda tespit edilemediği görülmüştür. Literatürde karpuz aroması için önemli olduğu bildirilen “5-Heptenal, 2,6-dimetil” bileşeninin 4°C’de depolama sonunda %85’inin, “Z-6-nonenal” bileşeni ile “6-Nonen-1-ol, asetat” bileşeninin de %60’ının korunduğu belirlenmiştir. Aljinat kürecikleri yöntemi ile aromaların kapsülasyonunda yapılan az sayıdaki çalışma sonucunda kapsülasyon işleminden sonra elde edilen küreciklerin farklı yöntemlerde kurutulması ile depolama stabilitesinin artırılabilceği, küreciklerin pürüzsüz, küresel ve küçük çaplı olması durumunda aroma bileşenlerinin daha iyi korunabileceği bildirilmiştir (Manojlociv vd. 2008; Lević vd. 2015; Lupu vd. 2015). Literatürde karpuz aroması ile yapılan az sayıda çalışmaya rastlanılmış olup, yapılan çalışmalar genel olarak taze ve dilimlenmiş karpuzda aroma değişimi üzerine olmuştur (Yajima vd. 1985; Aguiló-Aguayo vd. 2010; Xisto vd. 2012; Guler vd. 2014; Liu vd. 2018).

Çizelge 4.43. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Asetik asit etil ester	452.34 ^a	436.00 ^{a,b}	415.97 ^{b,c}	388.47 ^{d,e}	452.34 ^a	405.27 ^{c,d}	372.69 ^e	303.63 ^f
Etil bütirat	953.14 ^a	564.46 ^b	475.91 ^c	234.24 ^d	953.14 ^a	513.26 ^{b,c}	t.e.	t.e.
Asetik asit, bütıl ester	531.35 ^a	290.12 ^b	258.46 ^{b,c}	153.66 ^{d,e}	531.35 ^a	270.75 ^b	204.86 ^{c,d}	128.69 ^e
İzoamil asetat	5657.86 ^a	5269.94 ^{a,b}	4043.64 ^c	1580.55 ^d	5657.86 ^a	4997.57 ^b	3546.92 ^c	1048.55 ^d
1-Butanol, 2-metil-, asetat	1686.74 ^a	1576.71 ^a	t.e.	t.e.	1686.74 ^a	1358.99 ^b	t.e.	t.e.
3-Hekzen-1-ol, asetat, (Z)	15.10 ^a	12.79 ^b	9.05 ^{c,d}	t.e.	15.10 ^a	11.31 ^{b,c}	8.04 ^d	7.49 ^d
5-Heptenal, 2,6-dimetil- Melonal	694.79 ^a	670.87 ^b	620.52 ^c	584.64 ^d	694.79 ^a	635.87 ^c	t.e.	t.e.
İzoamil bütirat	12.26 ^a	12.01 ^a	9.06 ^c	t.e.	12.26 ^a	10.87 ^b	6.42 ^d	5.84 ^e
Z-6-Nonenal	302.58 ^a	241.57 ^b	193.66 ^{c,d}	174.85 ^{c,d}	302.58 ^a	204.57 ^{b,c}	185.24 ^{c,d}	153.76 ^d
E-6-nonenal	382.06 ^a	350.47 ^b	154.77 ^c	126.37 ^d	382.06 ^a	349.62 ^b	t.e.	t.e.
6-Nonen-1-ol, asetat	200.80 ^a	186.25 ^{a,b}	149.86 ^c	116.73 ^{da}	200.80 ^a	172.47 ^b	t.e.	t.e.
Benzil bütanat	4962.36	4679.93 ^b	3879.70 ^c	2326.70 ^e	4962.36 ^a	4025.67 ^c	3589.55 ^d	1978.55 ^f
TOPLAM	15851.36 ^a	14291.11 ^b	10210.59 ^c	5686.20 ^e	15851.36 ^a	12956.18 ^b	7913.73 ^d	3626.49 ^f

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşimlerinin depolama koşullarına bağlı değişimi Çizelge 4.44'te verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolamanın başlangıcında karpuz aroması ile elde edilmiş mikrokapsüllerin aroma içeriğine ait toplam alanın 45.831×10^3 olduğu, depolamanın sonunda ise bu alanın 4°C 'de depolanan örnekler için 23.763×10^3 , 25°C 'de depolanan örnekler için ise 13.415×10^3 olduğu tespit edilmiştir. 4°C 'de depolanan örneklerin depolamanın 15. gününde aroma bileşenlerinin %85'inin, 30. gününde ise %65'inin korunduğu; ayrıca depolama başlangıcında tespit edilen bileşenlerden yalnızca üç tanesinin ("Asetik asit etil ester", "2-hekzenal, (E)-", "Asetik asit, hekzil ester") depolama sonunda tespit edilemediği görülmüştür. Koaservasyon metoduyla elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinde olduğu gibi koaservasyon yöntemi ile üretilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşenlerinin de içeriği hem başlangıçta hem de depolamanın ilerleyen günlerinde diğer metotlar ile üretilen mikrokapsüllere göre oldukça yüksek olduğu belirlenmiştir. Koaservasyon yöntemi ile üretilen aroma kapsüllerinin aroma bileşenlerinin alan değerlerinin depolama süresince değişimi ayrı ayrı incelendiğinde literatürde karpuz aroması için önemli olduğu bildirilen "5-heptenal, 2,6-dimetil" bileşeninin 4°C 'de 30 günlük depolama sonunda %70'inin, 60 günlük depolama sonunda ise %35'inin; "Z-6-nonenal" bileşeninin 30 günlük depolama sonunda %88'inin, 60 günlük depolama sonunda ise %80'inin ve "E-6-nonenal" bileşeninin 30 günlük depolama sonunda %78'inin, 60 günlük depolama sonunda ise %70'inin korunduğu görülmektedir. Karpuz aromasının önemli bileşenlerinden olan 6-nonen-1-ol, asetat bileşeninin alanının ise 60 günlük depolama sonunda %85 oranında azalmış olduğu belirlenmiştir.

Dondurarak kurutma teknolojisiyle elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma bileşenlerinin değişimi ise Çizelge 4.45'te verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolama başlangıcında aroma bileşenlerine ait toplam alan değerinin 25.382×10^3 olduğu, bu değer 4°C 'de depolanan örneklerde 15 gün sonunda %10, 30 gün sonunda %30 ve 60 günlük depolama sonunda %48 oranlarında azaldığı görülmektedir. 25°C 'de depolanan örneklerde ise 15. 30. ve 60. günlerde bu azalış sırasıyla %15, 52 ve 70 olarak hesaplanmıştır. Çizelge incelendiğinde dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen karpuz aromalı mikrokapsüllerin depolama sonunda (4°C 'de) sadece 2 bileşenin tespit edilemediği, 5-heptenal, 2,6-dimetil-bileşeninin 30. güne kadar istatistiksel olarak önemli ölçüde bir azalış göstermediği, 60. günde ise %60'ının hala korunduğu, benzer şekilde "Z-6-nonenal" bileşeninin %63'ünün, "E-6-nonenal" bileşeninin %51'inin, "6-Nonen-1-ol, asetat" bileşenin ise %65'inin depolama sonunda korunduğu anlaşılmaktadır.

Çizelge 4.44. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Asetik asit etil ester	2017.48 ^a	1823.68 ^b	t.e.	t.e.	2017.48 ^a	1803.24 ^b	t.e.	t.e.
Etil bütirat	1193.29 ^a	1023.57 ^{a,b}	917.88 ^b	5.35 ^d	1193.29 ^a	956.98 ^b	727.07 ^c	6.18 ^d
Asetik asit, bütıl ester	737.04 ^a	702.65 ^b	674.52 ^c	563.99 ^e	737.04 ^a	642.55 ^d	635.13 ^d	t.e.
2-Hekzenal, (E)-	45.66 ^a	45.62 ^a	43.79 ^b	t.e.	45.62 ^a	40.32 ^b	39.29 ^c	t.e.
3-Hekzen-1-ol, (Z)-	262.69 ^a	254.69 ^a	235.47 ^a	179.08 ^b	262.69 ^a	250.40 ^a	203.70 ^{a,b}	95.88 ^c
İzoamil asetat	10871.56 ^a	9212.09 ^b	8194.09 ^{c,d}	7364.81 ^d	10871.56 ^a	8964.63 ^{b,c}	7455.87 ^d	5436.38 ^e
1-Butanol, 2-metil-, asetat	2871.06 ^a	2745.62 ^a	2039.44 ^{a,b}	1637.38 ^{b,c}	2871.06 ^a	2565.90 ^{a,b}	1896.31 ^{a,b,c}	1189.95 ^c
5-Hepten-2-one, 6-metil-	2236.58 ^a	1952.00 ^{a,b}	15174.99 ^{b,c}	1164.76 ^{c,d}	2236.68 ^a	1765.97 ^b	1495.76 ^{b,c}	871.24 ^d
3-Hekzen-1-ol, asetat,	50.21 ^a	48.50 ^{a,b}	44.28 ^c	37.34 ^e	50.21 ^a	46.85 ^{b,c}	39.69 ^d	13.00 ^f
Asetik asit, hekzil ester	2399.52 ^a	2069.46 ^a	1548.55 ^b	t.e.	2399.52 ^a	1947.68 ^a	142.57 ^c	t.e.
5-Heptenal, 2,6-dimetil-	1541.34 ^a	1325.79 ^{a,b}	1057.45 ^{c,d}	487.41 ^e	1541.34 ^a	1300.06 ^{b,c}	944.76 ^d	425.83 ^e
Melonal								
Z-6-Nonenal	3314.96 ^a	3231.50 ^{a,b}	2921.84 ^{c,d}	2675.38 ^e	3314.96 ^a	3040.12 ^{b,c}	2745.07 ^{d,e}	2053.58 ^f
E-6-nonenal	851.08 ^a	802.55 ^a	664.98 ^b	599.29 ^c	851.08 ^a	786.31 ^a	444.71 ^d	t.e.
6-Nonen-1-ol, asetat	1803.57 ^a	1423.19 ^b	253.78 ^c	235.67 ^c	1803.57 ^a	205.76 ^c	t.e.	t.e.
Benzil bütanat	17648.73 ^a	15573.57 ^a	9722.36 ^b	8813.52 ^b	17648.73 ^a	10644.60 ^b	3547.81 ^c	3322.97 ^c
TOPLAM	45831.81 ^a	40477.72 ^{a,b}	29835.90 ^{c,d}	23763.96 ^{d,e}	45831.81 ^a	34953.95 ^{b,c}	20333.14 ^{e,f}	13415.01 ^f

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Çizelge 4.45. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Asetik asit etil ester	3445.23 ^a	3025.32 ^b	2522.91 ^c	100.63 ^d	3445.23 ^a	2865.38 ^{b,c}	219.87 ^d	t.e.
Etil bütirat	413.91 ^a	406.46 ^a	340.79 ^{b,c}	153.96 ^d	413.91 ^a	357.81 ^{a,b}	301.90 ^c	105.73 ^d
2-Hekzenal, (E)-	239.47 ^a	235.16 ^a	117.59 ^c	t.e.	239.47 ^a	203.26 ^b	90.21 ^d	t.e.
3-Hekzen-1-ol, (Z)-	707.43 ^a	605.50 ^b	584.68 ^b	363.87 ^c	707.43 ^a	556.14 ^b	328.47 ^c	346.15 ^c
5-Hepten-2-one, 6-metil-	1159.52 ^a	1006.60 ^a	991.39 ^a	754.98 ^b	1159.52 ^a	1061.37 ^a	782.63 ^b	84.28 ^c
3-Hekzen-1-ol, asetat,	465.61 ^a	402.54 ^b	357.84 ^{b,c}	308.47 ^d	465.61 ^a	405.63 ^b	306.84 ^{c,d}	65.79 ^e
Asetik asit, hekzil ester	2560.27 ^a	2040.82 ^b	1445.81 ^c	1078.58 ^{c,d}	2560.27 ^a	1553.13 ^c	1441.95 ^c	546.46 ^d
5-Heptenal, 2,6-dimetil- Melonal	4378.72 ^a	4056.53 ^a	3076.40 ^b	2751.19 ^c	4378.72 ^a	3895.86 ^a	3003.63 ^c	2228.45 ^c
(Z)-3-hekzenyl (E)-2-butenote	60.60 ^a	58.63 ^{a,b}	51.94	49.17 ^c	60.60 ^a	55.47 ^{a,b,c}	50.75 ^c	29.65 ^d
Z-6-Nonenal	5713.79 ^a	5563.22 ^{a,b}	4002.71 ^c	3197.04 ^d	5713.79 ^a	5014.90 ^b	3137.88 ^e	1819.60 ^e
E-6-nonenal	993.54 ^a	821.78 ^{a,b}	690.36 ^{c,d}	508.47 ^{d,e}	993.54 ^a	817.63 ^{a,b}	559.59 ^{c,d}	426.99 ^e
2-Propen-1-ol, 3-fenil-	726.81 ^a	705.32 ^{a,b}	672.57 ^b	t.e.	726.81 ^a	664.15 ^b	t.e.	t.e.
6-Nonen-1-ol, asetat	3053.17 ^a	2564.52 ^b	2358.96 ^{b,c}	1942.67 ^{d,e}	3053.17 ^a	2385.79 ^{b,c}	2078.15 ^{c,d}	1639.57 ^e
Benzil bütanat	1464.83 ^a	1268.57 ^b	814.11 ^d	201.21 ^e	1464.83 ^a	1059.48 ^c	229.52 ^e	198.68 ^e
TOPLAM	25382.89 ^a	22760.95 ^{a,b}	17443.47 ^{cd}	11388.16 ^d	25382.89 ^a	20895.99 ^b	13115.98 ^d	7513.40 ^e

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Farklı yöntemler ile elde edilen karpuz aroması kapsülleri ile sıvı formdaki karpuz aromasının bileşenlerinin toplam alan değerlerinin kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak varyans analizi sonuçları Çizelge 4.46'da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde varyasyon kaynaklarının ve tüm interaksiyonlarının toplam aroma bileşenlerinin alanı üzerine $p < 0.01$ seviyesinde etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.46. Karpuz aromalarının toplam aroma bileşenlerinin alan değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	4	1480222929	17034**
S	1	163722900	1884**
D	3	927428258	10673**
K x S	4	21904825	252**
K x D	12	36284310	4417**
S x D	3	24668338	283**
K x S x D	12	5200724	59**
Hata	40		

(**) $p < 0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.47'de ticari olarak temin edilen karpuz aroması ile karpuz aromasından elde edilen mikrokapsüllerin toplam aroma bileşenlerinin alanlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları verilmiştir. Örneklerin aroma bileşenlerinin toplam alan değerleri üzerinde depolama sıcaklığının etkisi istatistiki açıdan önemli bulunmuş olup, 4 °C'de depolanan örneklerin aroma aktif bileşenlerinin alanlarının ortalama değeri 17.562×10^3 olarak belirlenirken, bu değer 25 °C'de depolanan örnekler için 14.701×10^3 olarak belirlenmiştir. Depolamanın başlangıcında aroma bileşenlerinin alanlarının ortalama değeri 24.339×10^3 olarak tespit edilmiş ve bu değer depolama sonunda 8.611×10^3 'e azalmıştır. Kontrol grubu örnekleri ile farklı yöntemlerle elde edilen aroma kapsüllerinin aroma alanı değerleri istatistiki açıdan birbirlerinden farklı bulunmuş olup, en yüksek aroma bileşeni alanının (31.596×10^3) koaservasyon yöntemi ile elde edilmiş mikrokapsüllerde, en düşük ortalamanın (6.314×10^3) ise kontrol grubu örneklerinde olduğu görülmektedir (Çizelge 4.47).

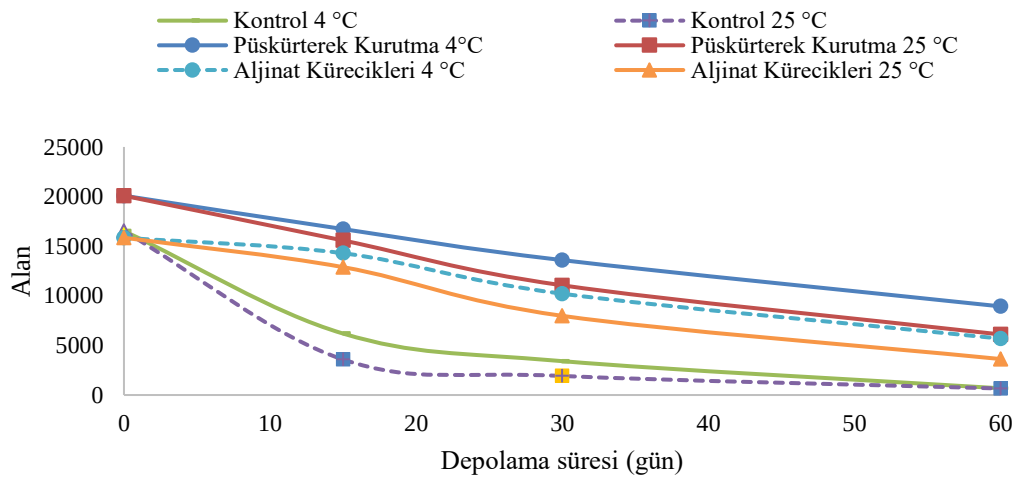
Çizelge 4.47. Karpuz aromasının depolama süresince toplam aroma bileşenlerinin alanının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ($\times 10^3$)

Depolama Sıcaklığı	4 °C	25 °C			
	17562±1764 ^a	14701±1700 ^b			
Depolama Süresi	0.gün	15 gün	30 gün	60 gün	
	24339±2374 ^a	18523±2465 ^b	13053±1871 ^c	8611±1594 ^d	
Kapsülasyon yöntemi	Koaservasyon	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	Aljinat kürecikleri	Kontrol
	31596±2703 ^a	17780±1495 ^b	14096±1211 ^c	10872±1135 ^d	6314±1653 ^e

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

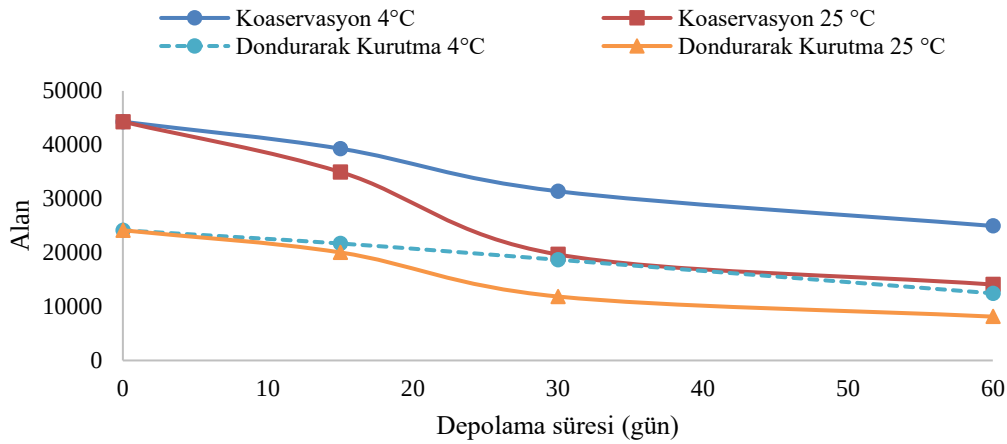
Şekil 4.26 ve 4.27'de farklı sıcaklıklarda (4 ve 25 °C) depolanan sıvı formdaki karpuz aroması ile 4 farklı yöntemle üretilen karpuz aroması kapsüllerinin 60 günlük depolama süresindeki aroma alanları değerlerindeki değişim gösterilmiştir. Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen aroma kapsüllerinin

depolama başlangıcındaki aroma alanı değerlerinin çilek aromasında olduğu gibi belirgin olmasa da kontrol ve diğer enkapsülasyon yöntemleriyle elde edilen kapsüllerin aroma alanı değerlerinden yüksek olduğu görülmektedir. Özellikle koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin aroma alan değerleri belirgin bir şekilde diğer uygulamalar ile elde edilen ürünlerden ayrılmaktadır. Şekil 4.26 incelendiğinde sıvı formdaki karpuz aromasının aroma bileşenlerine ait toplam alan değerinin her iki depolama sıcaklığında da depolamanın ilk 15 günlük süresi sonunda hızlı bir şekilde azaldığı, azalış hızının devam eden depolama sürelerinde yavaşladığı ve depolama süresi sonunda aroma bileşenlerinin hemen hemen tamamının salınmış olduğu görülmektedir. Püskürterek kurutma ve aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin depolama süresince her iki sıcaklıkta da stabilitelerini ticari çilek aromasına göre daha iyi koruduğu sonucuna ulaşılmıştır.



Şekil 4.26. Farklı yöntemlerle üretilen karpuz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin depolama süresince değişimi

Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin depolama süresince aroma alanları değerlerinin değişiminin gösterildiği Şekil 4.27 incelendiğinde, duyu analizi sonuçlarında tespit edilen yüksek aroma şiddetinin yoğun şekilde hissedildiği koaservasyon yönteminin aroma bileşenlerinin toplam alan değerinin de diğer metotlara göre oldukça yüksek olduğu görülmektedir. 4 °C'deki depolanan örneklerin depolama süresi sonundaki aroma bileşenlerinin alanları incelendiğinde depolama başlangıcındaki değere göre en fazla azalmanın (%65) aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerde, en düşük azalmanın (%49) ise koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerde meydana geldiği görülmüştür. Bu azalış dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen örneklerde %60, püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen örneklerde ise %58 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.27. Farklı yöntemlerle üretilen karpuz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin bileşiminin depolama süresince değişimi

4.8.3. Farklı yöntemlerle üretilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma içeriğinin değişimi

Ticari sıvı formdaki muz aromasının ve farklı yöntemlerle elde edilen aroma kapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak muz aromasında meyveli, tatlı, muz, olgun, tropikal, vb. aroma şeklinde tanımlanan aroma bileşenlerinin değişimi Çizelge 4.48 (ticari form), 4.49 (püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen), 4.50 (aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen), 4.51(koaservasyon yöntemi ile elde edilen ve 4.52 (dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen)’de verilmiştir.

Çizelge 4.48’de verilen ticari formdaki muz aromasının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak aroma aktif bileşenlerinin değişimi incelendiğinde, depolamanın başlangıcında muz aromasında oldukça baskın ve miktar açısından fazla olan “etil asetat”, “etil propanoat”, “etil bütirat”, “1-butanol, 3-metil-, propanoat”, “bütanoik asit, bütül ester”, “3-hekzen-1-ol, asetat, (Z)”, “hekzil asetat”, “1-hekzen-3-ol”, “bütanoik asit, hekzil ester”, “bütanoik asit, 3-hekzenyl ester”, “izoamil kaproat” bileşenlerinin alan değerlerinin her 2 sıcaklık için de depolama süresinin artmasına bağlı olarak özellikle 30. günden itibaren önemli oranda (>%95) azaldığı, yukarıdaki bileşenlerin ise tamamının 60. gün sonunda tespit edilemediği görülmektedir. Depolamanın ilk gününde muzun kendine has aromalara katkısı olan başlıca 21 bileşenin toplam alanı 341.398×10^3 iken, depolama süresi sonunda bu alanın 4°C’de depolanan muz aromalarında 3.928×10^3 ’e; 25°C’de depolananlarda ise 2.728×10^3 ’e azaldığı belirlenmiştir. Bu durum ticari olarak sıvı formda depolanan muz aromalarının 60 gün sonunda istenen özelliklerini kaybettiğini göstermektedir.

Çizelge 4.48. Sıvı formdaki muz aromasının bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Etil Asetat	701.40	t.e.	t.e.	t.e.	701.40	t.e.	t.e.	t.e.
Etil propanoat	57.99 ^a	40.26 ^b	30.45 ^c	t.e.	57.99 ^a	40.46 ^b	25.10 ^d	t.e.
Etil bütirat	1871.50 ^a	207.50 ^b	147.74 ^{b,c}	t.e.	1871.50 ^a	109.63 ^{b,c,d}	39.42 ^{c,d}	t.e.
1-Butanol, 3-metil-, asetat	151630.26 ^a	15241.45 ^b	4133.24 ^c	1652.19 ^d	151630.26 ^a	11770.22 ^b	2251.63 ^{c,d}	1554.02 ^d
Asetat -2-metilbütıl-	37803.16 ^a	2851.63 ^b	1608.91 ^b	848.65 ^b	37803.16 ^a	2560.45 ^b	942.52 ^b	326.61 ^b
Propiyonik asit, bütıl ester	641.04 ^a	598.61 ^a	331.10 ^b	129.70 ^d	641.04 ^a	578.46 ^a	236.66 ^c	75.31 ^d
Amil asetat	301.20 ^a	253.14 ^b	201.30 ^c	175.56 ^{c,d}	301.20 ^a	215.36 ^{b,c}	153.09 ^d	103.53 ^e
İzobütıl bütanat	200.14 ^a	153.47 ^b	100.23 ^b	119.99 ^b	200.14 ^a	136.02 ^b	86.30 ^b	81.24 ^b
1-Butanol, 3-metil-, propanoat	660.97 ^a	351.03 ^b	108.96 ^c	t.e.	660.97 ^a	339.45 ^b	96.81 ^c	t.e.
Bütanoik asit, bütıl ester	1889.08 ^a	1003.62 ^b	223.96 ^c	t.e.	1889.08 ^a	968.99 ^b	16.17 ^c	t.e.
3-Hekzen-1-ol, asetat, (Z)	1803.58 ^a	965.91 ^b	536.20 ^c	t.e.	1803.58 ^a	905.79 ^b	23.23 ^d	t.e.
Propiyonik asit, 2-metil-, Pentil ester	557.87 ^a	156.39 ^b	96.53 ^{b,c,d}	56.39 ^d	557.87 ^a	125.62 ^{b,c}	94.75 ^{c,d}	47.24 ^d
İzoamilbütirat	136323.16 ^a	100650.12 ^b	9854.65 ^c	522.56 ^c	136323.16 ^a	100324.89 ^b	677.36 ^c	251.47 ^c
Hekzil asetat	30.96 ^a	15.26 ^b	9.85 ^b	t.e.	30.96 ^a	12.57 ^b	9.65 ^b	t.e.
1-Hekzen-3-ol	265.23 ^a	12.01 ^b	9.62 ^b	t.e.	265.23 ^a	t.e.	t.e.	t.e.
Amil bütirat	2128.68 ^a	1532.12 ^b	566.66 ^c	292.57 ^d	2128.68 ^a	1256.35 ^b	326.21 ^d	172.88 ^d
İzoamil propanoat	915.33 ^a	532.20 ^b	251.13 ^d	94.22 ^e	915.33 ^a	406.53 ^c	125.36 ^e	85.70 ^e
İzoamil izovalerat	229.78 ^a	196.62 ^b	148.95 ^c	36.47 ^d	229.78 ^a	156.95 ^c	136.54 ^c	30.03 ^d
Bütanoik asit, hekzil ester	1552.21 ^a	1406.79 ^{a,b}	884.26 ^c	t.e.	1552.21 ^a	1365.84 ^b	765.14 ^c	t.e.
Bütanoik asit, 3-hekzenyl ester	172.54	106.49	t.e.	t.e.	172.54	t.e.	t.e.	t.e.
İzoamil kaproat	1661.95 ^a	1003.95 ^b	t.e.	t.e.	1661.95 ^a	t.e.	t.e.	t.e.
TOPLAM	341398.02 ^a	127278.57 ^b	19243.75 ^c	3928.29 ^c	341398.02 ^a	121273.57 ^b	6005.93 ^c	2728.02 ^c

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Püskürterek kurutma yönteminin tez kapsamında belirlenmiş olan optimum şartlarında üretilen muz mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi Çizelge 4.49’da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde muz aromasında etkili rol oynayan aroma bileşenlerinin toplam alanının depolamanın başlangıcında 855.334×10^3 olduğu, depolamanın sonunda 4°C ’de depolanan örneklerde bu alanın 372.065×10^3 ’e, 25°C ’de depolanan örneklerde ise 264.541×10^3 ’e azaldığı belirlenmiştir. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerde muz aromasına kendine has kokusunu veren ve literatürde “muz yağı” olarak tanımlanan izoamil asetat (1-Butanol, 3-metil, asetat) bileşeninin alanının depolamanın başlangıcında 130.560×10^3 olduğu, bu alanın depolamanın 15. gününde %8, depolamanın 30. gününde %23 ve depolamanın 60.gününde ise %35 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Muz aromasında baskın olarak bulunan bir diğer bileşen izoamil bütirat için ise 4°C ’deki depolama sonunda %52’sinin, 25°C ’deki depolama sonunda %33’ünün korunduğu görülmektedir. Çizelge 4.48’de verilen sıvı formdaki muz aroması bileşenlerine ait sonuçlar incelendiğinde bahsedilen 2 bileşenin de depolama sonunda $>\%99$ ’unun salındığı anlaşılmaktadır.

Literatürde muz suyunun püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülasyonunun araştırıldığı bir çalışmada taşıyıcı materyal olarak MD kullanılmış olup, yapılan kurutma verimliliği, nem ve SEM analizleri sonucunda muz suyunun mikrokapsülasyonu için optimum taşıyıcı konsantrasyonunun %20 MD olduğu ve hava giriş sıcaklığının ise 220°C olarak belirlendiği rapor edilmiş ancak çalışmada herhangi bir aroma analizi ve/veya depolama çalışması gerçekleştirilmemiştir (Chávez-Rodríguez vd. 2012). Benzer şekilde yine muz tozu üretiminin araştırıldığı başka bir çalışmada cevap yüzey metodu kullanılarak püskürterek kurutma için optimum koşullar araştırılmış olup, 170°C hava giriş sıcaklığının, %60 MD taşıyıcı materyal oranının optimum koşullar olduğu ve bu koşullarda kurutma verimliliğinin %48’e ulaştığı bildirilmiş olup, yapılan çalışmada herhangi bir aroma analizi gerçekleştirilmemiştir (Chen vd. 2010).

Tez kapsamında aroma materyallerinin kapsüllemesinde kullanılan bir diğer metot olan aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı değişiminin verildiği Çizelge 4.50 incelendiğinde muz aroması mikrokapsüllerinin depolamanın 15.gününde %85’inin, 30.gününde %75’inin korunduğu ancak depolamanın 60.gününde aroma bileşiminin %70’inin salındığı belirlenmiştir. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerde de üzerinde durulan izoamil asetat bileşenini depolamaya bağlı değişimi incelendiğinde depolamanın 15.gününde %6, depolamanın 60.gününde ise %45 oranında azaldığı gözlenmiştir. Muz aromasının diğer önemli aroma aktif bileşenleri olarak tanımlanan isobütil bütanat, izoamil bütirat ve izoamil kaproat bileşenlerinin aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin depolamaya bağlı alanları incelendiğinde bu bileşenlerin depolamanın 15.gününde sırasıyla %15, %11 ve %35 oranlarında azaldığı; depolamanın 60.gününde ise bu azalışın %30, %16 ve %70 olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4.49. Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Etil Asetat	661.43	t.e	t.e	t.e	661.43	t.e	t.e	t.e
Etil propanoat	52.32 ^a	41.95 ^b	35.47 ^{c,d}	25.47 ^e	52.32 ^a	40.57 ^{b,c}	30.55 ^{d,e}	11.24 ^f
Etil bütirat	596.31 ^a	437.46 ^b	406.59 ^{b,c}	349.07 ^{c,d}	596.31 ^a	306.59 ^{d,e}	300.05 ^e	228.21 ^f
1-Butanol, 3-metil-, asetat	130560.98 ^a	118118.50 ^{a,b}	101405.02 ^b	8587.61 ^c	130560.98 ^a	109147.07 ^b	75279.78 ^c	48610.10 ^c
Asetat -2-metilbütıl-	33280.97 ^a	31191.77 ^a	2599.95 ^b	2050.73 ^b	33280.97 ^a	30848.42 ^a	1401.49 ^b	1299.42 ^b
Amil asetat	252.70 ^a	218.43 ^{a,b}	205.50 ^{a,b}	158.23 ^c	252.70 ^a	221.79 ^{a,b}	200.36 ^{b,c}	t.e.
İzobütıl bütanat	198.33 ^a	155.99 ^b	135.50 ^{b,c}	105.74 ^c	198.33 ^a	107.20 ^c	105.57 ^c	t.e.
1-Butanol, 3-metil-, propanoat	65.05 ^a	38.67 ^b	28.47 ^b	11.12 ^c	65.05 ^a	30.65 ^b	26.89 ^b	t.e.
Bütanoik asit, bütıl ester	1724.28 ^a	1129.47 ^b	34.20 ^c	30.76 ^c	1724.28 ^a	1038.23 ^b	26.88 ^c	24.11 ^c
3-Hekzen-1-ol, asetat, (Z)	1792.48 ^a	1055.28 ^b	959.35 ^c	t.e.	1792.48 ^a	1006.32 ^{b,c}	948.27 ^c	t.e.
Propiyonik asit, 2-metil-, Pentil ester	226.89 ^a	212.67 ^a	110.68 ^b	t.e.	226.89 ^a	210.36 ^a	100.54 ^b	t.e.
İzoamilbütirat	677232.56 ^a	509846.64 ^b	406060.39 ^{b,c}	355555.38 ^c	677232.56 ^a	473951.74 ^b	306797.55 ^{c,d}	211150.98 ^d
Amil bütirat	1874.70 ^a	1854.13 ^a	1669.89 ^b	1284.90 ^c	1874.70 ^a	1715.62 ^b	1607.67 ^b	1048.42 ^c
Heptanoik asit, etil ester	1542.95 ^a	1269.58 ^b	1006.60 ^c	859.55 ^{d,e}	1542.95 ^a	1200.90 ^b	992.59 ^{c,d}	751.66 ^e
İzoamil propanoat	879.67 ^a	775.01 ^b	10.68 ^c	t.e.	879.67 ^a	742.58 ^b	9.82 ^c	t.e.
İzoamil izovalerat	612.89 ^a	594.68 ^a	558.98 ^b	506.37 ^c	612.89 ^a	487.22 ^{c,d}	466.51 ^d	403.16 ^e
İzopentil isopentanoat	141.18 ^a	137.84 ^a	106.51 ^b	49.70 ^c	141.18 ^a	135.65 ^a	t.e.	t.e.
Bütanoik asit, 3-hekzenyl ester (Z)	857.20 ^a	717.41 ^b	652.32 ^{b,c}	558.80 ^c	857.20 ^a	130.30 ^d	t.e.	t.e.
Bütanoik asit, hekzil ester	1445.20 ^a	1405.22 ^{a,b}	1306.61 ^b	889.58 ^c	1445.20 ^a	1404.00 ^{a,b}	t.e.	t.e.
İzopentil hekzanoat (İzoamil kaproat)	1656.83 ^a	1611.98 ^a	1485.65 ^b	1056.94 ^d	1656.83 ^a	1426.96 ^{b,c}	1384.76 ^c	1000.36 ^d
Bütanoik asit, heptil ester	106.70	69.49	65.87	t.e.	106.70	62.46	62.55	t.e.
Benzil bütanat	137.15	64.04	t.e.	t.e.	137.15	27.17	t.e.	t.e.
TOPLAM	855127.29 ^a	670300.52 ^b	518844.23 ^c	372065.69 ^{d,e}	855127.29 ^a	624241.78 ^b	389741.83 ^d	264541.87 ^e

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Çizelge 4.50. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Etil propanoat	428.62 ^a	406.58 ^a	385.65 ^{a,b}	t.e.	428.62	402.55 ^a	309.68 ^b	t.e.
Etil bütirat	392.03	177.83	94.52	3.95	392.03	142.76	81.45	3.66
1-Butanol, 3-metil-, asetat	134867.81 ^a	111241.95 ^{a,b}	8941.60 ^c	6308.79 ^c	134867.81 ^a	101418.66 ^b	8784.21 ^c	2777.98 ^c
Asetat -2-metilbütıl-	30794.60 ^a	28741.77 ^b	23379.53 ^d	1695.13 ^e	30794.60 ^a	25031.29 ^c	20182.94 ^d	825.19 ^e
Amil asetat	239.03 ^a	176.97 ^b	154.02 ^{b,c}	81.22 ^d	239.03 ^a	147.34 ^{b,c}	124.80 ^d	t.e.
İzobütıl bütanat	417.40 ^a	242.69 ^b	206.59 ^c	53.53 ^f	417.40 ^a	136.85 ^d	102.55 ^e	t.e.
Bütanoik asit, bütıl ester	1473.74 ^a	1342.13 ^b	1311.95 ^b	76.31 ^d	1473.74 ^a	1267.58 ^b	1040.14 ^{cd}	25.53
3-Hekzen-1-ol, asetat, (Z)	1649.08 ^a	1516.28 ^{a,b}	1354.86 ^c	56.68 ^e	1649.08 ^a	1379.86 ^{b,c}	1034.49 ^d	16.60 ^e
İzoamil propanoat	276.95 ^a	181.31 ^b	154.69 ^b	52.95 ^c	276.95 ^a	179.85 ^b	153.10 ^b	60.57 ^c
İzoamilbütirat	204722.74 ^a	134880.11 ^b	104418.57 ^{b,c}	64764.68 ^{d,e}	204722.74 ^a	94914.09 ^{b,c,d}	80462.31 ^{c,d,e}	54340.67 ^e
Hekzil asetat	29.20 ^a	27.00 ^{a,b}	24.50 ^b	20.83 ^c	29.20 ^a	26.97 ^{a,b}	20.39 ^c	t.e.
Amil bütirat	637.36 ^a	617.25 ^a	474.62 ^b	63.37 ^c	637.36 ^a	496.69 ^b	454.89 ^b	40.0 ^c
İzoamil izovalerat	1064.59 ^a	826.45 ^b	715.46 ^b	250.73 ^c	1064.59 ^a	819.78 ^b	706.90 ^b	156.31 ^c
Propiyonik asit, 2-metil-, bütıl ester	50.66 ^a	44.29 ^{a,b}	41.63 ^{a,b}	40.25 ^c	50.66 ^a	44.12 ^{a,b}	39.46 ^c	t.e.
Bütanoik asit, 3-hekzenyl ester	186.51 ^a	136.45 ^{a,b}	109.63 ^{a,b}	t.e.	186.51 ^a	130.59 ^b	69.76 ^c	t.e.
Bütanoik asit, hekzil ester	516.61 ^a	329.21 ^b	44.52 ^d	41.25 ^d	516.61 ^a	213.11 ^c	37.79 ^d	24.42 ^d
Bütanoik asit, 1-metilhekzil ester	887.10 ^a	339.42 ^b	t.e.	t.e.	887.10 ^a	182.05 ^c	t.e.	t.e.
İzoamil kaproat	612.91 ^a	412.42 ^b	82.58 ^d	60.57 ^d	612.91 ^a	146.54 ^c	54.89 ^d	52.06 ^d
Benzil bütanat	86.12 ^a	58.37 ^b	t.e.	t.e.	86.12 ^a	23.80 ^c	t.e.	t.e.
TOPLAM	379333.05 ^a	281698.48 ^{a,b}	141894.91 ^{c,d}	73570.22 ^{d,e}	379333.05 ^a	227104.47 ^{b,c}	113659.74 ^{d,e}	58323.00 ^e

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Çizelge 4.51 ve 4.52’de koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin depolama koşullarına bağlı olarak aroma aktif bileşenlerin alanının değişimleri verilmiştir.

Dondurarak kurutma yöntemi ile üretilen muz mikrokapsüllerinin toplam aroma bileşenlerinin alanı depolamanın başlangıcında 93.919×10^3 iken 4°C ’deki depolamanın 15. gününde %15 kayıpla 78182×10^3 ’e, 30. gününde %26 kayıpla 70.660×10^3 ’e ve 60.gününde ise %40 kayıpla 56588×10^3 ’e azaldığı tespit edilmiştir. Muz aromasında önemli aroma aktif bileşenlerden olan ve muz aromasındaki yüksek oranda bulunan izoamil asetat, izoamil bütirat ve izoamil kaproat bileşenlerinin 4°C ’de depolamanın 15.gününde sırasıyla %94, 90, 70 oranlarında; depolamanın 30.gününde sırasıyla %75, 88, 55 oranlarında; depolamanın sonunda ise %55, 86, 35 oranlarında korunduğu belirlenmiştir. Wang vd. (2007) tarafından yapılan bir çalışmada muz püresinin vakumlu bant, dondurarak ve hava akımında kurutma yöntemleri ile muz tozu üretimi araştırılmış ve elde edilen tozlarda aroma analizleri gerçekleştirilmiştir. Araştırmada izoamil asetat, izoamil bütirat ve izoamil izovalerat bileşenlerinin muz aromasındaki ana esterler olduğu bildirilmiş olup ayrıca çalışma sonucunda muz tozlarında en yüksek aroma oranının dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen tozlarda olduğu, hava akımında kurutma yönteminin ise en kötü sonuçları verdiği bildirilmiştir. Dondurarak, sıcak hava ve mikrodalga yöntemleriyle muz cipsi üretiminin araştırıldığı başka bir çalışmada da dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen muz cipslerinin aromaların daha iyi korunduğu, taze muzda %1.92, 0.31, 4 ve 3.26 oranlarında bulunun izoamil asetat, isobütil bütanat, 2-hekzenal ve etil asetat bileşenlerinin dondurarak kurutma sonrasında %1.20, 0,09, 3.77 ve 1.62 oranlarında belirlendiği belirtilmiştir (Mui vd. 2002).

Koaservasyon yöntemi ile elde edilen muz mikrokapsüllerinde toplam aroma bileşenlerinin alanı incelendiğinde depolamanın başlangıcında 107.032×10^3 olarak belirlenen aroma bileşenlerinin alanlarının depolamanın sonunda 4°C ’de depolanan örnekler için 83.209×10^3 ’e, 25°C ’de depolanan örnekler için ise 75.551×10^3 ’e azaldığı tespit edilmiştir. 4°C ’de depolanan örneklerin depolamanın 15. gününde aroma bileşenlerinin %78’inin, 30. gününde ise %65’inin korunduğu; ayrıca depolama başlangıcında tespit edilen bileşenlerden yalnızca “bütanoik asit, 3-hekzenyl ester” bileşeninin depolama sonunda tespit edilemediği görülmüştür. Muz aromasının önemli bileşenlerinden olan “izoamil asetat”, “izoamil bütirat”, “izoamil kaproat” ve “hekzil asetat” bileşenlerinin 4°C ’de depolamanın 15.gününde sırasıyla %88, 70 88 ve 95 oranlarında; depolamanın 30.gününde sırasıyla %78, 55, 80 ve 88 oranlarında; depolamanın sonunda ise %70, 40, 60 ve 75 oranlarında korunduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.51. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Etil propanoat	623.16 ^a	452.17 ^{a,b}	344.62 ^{b,c}	327.47 ^{b,c}	623.16 ^a	344.62 ^{b,c}	306.55 ^{b,c}	285.87 ^c
Etil bütirat	2745.83 ^a	1860.46 ^b	1398.03 ^{b,c,d}	1103.05 ^{c,d}	2745.83 ^a	1568.03 ^{b,c}	1345.02 ^{c,d}	1050.73 ^d
Asetik asit, bütıl ester	1532.50 ^a	1225.50 ^{a,b}	1104.73 ^{a,b,c}	968.47 ^{c,d}	1532.50 ^a	1220.98 ^{a,b}	1094.51 ^{c,d}	884.68 ^d
1-Butanol, 3-metil-, asetat	5613.47 ^a	4952.36 ^{a,b}	4344.39 ^{b,c}	3860.45	5613.47 ^a	4794.46 ^{a,b}	4276.68 ^{b,c}	3507.58 ^c
Asetat-2-metilbütıl-	3719.19 ^a	3309.75 ^{a,b}	249.15 ^c	207.46 ^c	3719.19 ^a	3063.08 ^b	297.67 ^c	189.10 ^c
Propiyonik asit, bütıl ester	541.04 ^a	364.82 ^b	364.20 ^b	306.85 ^b	541.04 ^a	356.98 ^b	353.9 ^b	159.11 ^c
Amil asetat	239.03 ^a	194.67 ^{a,b}	175.69 ^{b,c}	153.88 ^{b,c}	239.03 ^a	156.96 ^{b,c}	151.01 ^{b,c}	140.80 ^c
İzobütıl bütanat	641.56 ^a	587.60 ^a	506.72 ^b	427.97 ^{c,d}	641.56 ^a	584.66 ^a	486.42 ^{b,c}	407.58 ^d
Bütanoik asit, bütıl ester	76.55 ^a	73.12 ^a	50.64 ^b	45.38 ^b	76.55 ^a	70.65 ^a	48.63 ^b	46.20 ^b
3-Hekzen-1-ol, asetat, (Z)	2069.12 ^a	1954.73 ^{a,b}	1706.49 ^{b,c}	1537.08 ^c	2069.12 ^a	1904.68 ^{a,b}	1606.25 ^c	1437.58 ^c
Propiyonik asit, 2-metil-, Pentil ester	53.65 ^a	49.38 ^{a,b}	40.57 ^b	36.59 ^c	53.65 ^a	40.52 ^b	38.45 ^{b,c}	35.59 ^c
İzoamil propanoat	330.98 ^a	300.84 ^{a,b}	285.61 ^b	258.68 ^b	330.98 ^a	303.66 ^{a,b}	282.06 ^b	204.68 ^c
İzoamilbütirat	30253.20 ^a	20051.04 ^b	15590.26 ^c	12344.62 ^{c,d}	30253.20 ^a	15717.27 ^c	12053.59 ^{c,d}	10047.75 ^d
Hekzil asetat	34.57 ^a	32.65 ^a	30.12 ^{a,b}	25.90 ^b	34.57 ^a	32.04 ^a	29.65 ^{a,b}	20.58 ^c
1-Hekzen-3-ol	315.27 ^a	304.27 ^a	287.46 ^{a,b}	239.78	315.27 ^a	301.92 ^a	256.46 ^{b,c}	203.57 ^d
Bütanoik asit, Pentil ester	14594.82 ^a	11044.49 ^{a,b}	10621.01 ^{a,b}	10021.01 ^{a,b}	14594.82 ^a	11031.72 ^{a,b}	9526.52 ^{b,c}	8926.52 ^c
1-Butanol, 3-metil-, propanoat	1005.68 ^a	952.13 ^a	688.72 ^b	539.83 ^{b,c}	1005.68 ^a	904.65 ^a	625.47 ^{b,c}	507.38 ^c
İzoamil izovalerat	38907.83 ^a	32244.65 ^{a,b}	27630.56 ^{b,c}	20766.08	38907.83 ^a	30202.74 ^b	25507.35 ^{b,c}	20433.36 ^c
Bütanoik asit, 3-hekzenyl ester	156.30 ^a	145.24 ^b	t.e.	t.e.	156.30 ^a	100.95 ^c	t.e.	t.e.
Bütanoik asit, hekzil ester	1756.46 ^a	1536.21 ^{a,b}	1484.14 ^b	1149.15 ^c	1756.46 ^a	1506.95 ^{a,b}	1456.37 ^b	1048.68 ^c
İzoamil kaproat	1824.65 ^a	1569.54 ^b	1462.46 ^{b,c}	1064.20 ^{d,e}	1824.65 ^a	1256.51 ^{c,d}	1136.45 ^{d,e}	947.37 ^e
TOPLAM	107032.09	83209.03 ^b	68297.83 ^c	55383.86 ^c	107032.09 ^a	75551.29 ^c	60946.79 ^c	41484.69 ^d

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Çizelge 4.52. Dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin aroma bileşiminin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi (alan x 10³)

Bileşen	4°C				25°C			
	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün	0. gün	15. gün	30. gün	60. gün
Etil Asetat	214.52 ^a	202.34 ^a	155.61 ^b	t.e.	214.52 ^a	200.86 ^a	143.63 ^b	t.e.
Etil propanoat	54.60 ^a	43.47 ^b	21.63 ^c	t.e.	54.60 ^a	40.93 ^b	20.74 ^c	t.e.
Etil bütirat	4420.09 ^a	3915.41 ^b	3052.59 ^c	370.21 ^d	4420.09 ^a	3972.68 ^b	3025.14 ^c	278.61 ^d
1-Butanol, 3-metil-, asetat	4893.94 ^a	4623.03 ^a	3568.92 ^b	2498.31 ^d	4893.94 ^a	4615.84 ^a	3210.39 ^c	2787.44 ^d
Asetat -2-metilbütıl-	202.94 ^a	193.63 ^a	129.50 ^b	118.26 ^b	202.94 ^a	192.64 ^a	126.58 ^b	122.82 ^b
Amil asetat	1454.04 ^a	1331.30 ^b	251.61 ^d	205.86 ^d	1454.04 ^a	1221.31 ^c	245.80 ^d	184.69 ^d
İzobütıl bütanat	795.70 ^a	649.20 ^b	604.46 ^{b,c}	553.81 ^c	795.70 ^a	648.24 ^b	600.13 ^{b,c}	t.e.
1-Butanol, 3-metil-, propanoat	90.44 ^a	88.75 ^a	70.37 ^b	65.05 ^{b,c}	90.44 ^a	85.36 ^a	66.34 ^b	55.84 ^c
Bütanoik asit, bütıl ester	88.44 ^a	86.79 ^a	79.94 ^{a,b}	70.52 ^c	88.44 ^a	86.29 ^a	72.48 ^{b,c}	44.33 ^d
3-Hekzen-1-ol, asetat, (Z)	620.15 ^a	617.71 ^a	558.69 ^{a,b}	493.77 ^b	620.15 ^a	610.65 ^a	550.63 ^{a,b}	129.72 ^c
Propiyonik asit, 2-metil-, Pentıl ester	340.85 ^a	316.45 ^a	300.49 ^{a,b}	253.87 ^c	340.85 ^a	271.04 ^{b,c}	250.16 ^c	20.95 ^d
2-Hekzen-1-ol, asetat, (E)-	140.36 ^a	138.80 ^a	122.80 ^{b,c}	120.31 ^{b,c}	140.36 ^a	130.01 ^{a,b}	121.68 ^{b,c}	110.54 ^c
İzoamilbütirat	45603.20 ^a	41631.67 ^b	40584.56 ^{b,c}	39603.20 ^c	45603.20 ^a	40983.75 ^b	40077.62 ^{b,c}	35438.09 ^d
Bütanoik asit, Pentıl ester	585.10 ^a	541.04 ^a	535.44 ^a	38.42 ^b	585.10 ^a	529.67 ^a	538.82 ^a	38.01 ^b
İzoamil propanoat	989.31 ^a	883.61 ^{a,b}	853.14 ^b	112.65 ^c	989.31 ^a	880.78 ^{a,b}	836.91 ^b	96.61 ^c
İzoamil izovalerat	905.35 ^a	886.91 ^a	804.36 ^b	798.57 ^b	905.35 ^a	880.42 ^a	793.94 ^b	611.96 ^c
Bütanoik asit, 3-hekzenıl ester	110.10 ^a	95.10 ^a	88.73 ^b	80.57 ^c	110.10 ^a	94.87 ^{a,b}	83.08 ^c	t.e.
Bütanoik asit, hekzil ester	503.72 ^a	501.41 ^a	486.46 ^{a,b}	t.e.	503.72 ^a	456.80 ^b	t.e.	t.e.
Bütanoik asit, 1-metilhekzil ester	623.05 ^a	618.71 ^b	510.36 ^{b,c}	501.86 ^c	623.05 ^a	600.17 ^b	544.58 ^c	441.29 ^d
İzoamil kaproat	35117.75 ^a	21787.15 ^b	17853.64 ^{b,c,d}	11057.87 ^{c,d}	35117.75 ^a	20280.15 ^{b,c}	12806.44 ^{b,c,d}	9910.77 ^d
Benzıl bütanat	191.88 ^a	122.36 ^{a,b}	73.26 ^{b,c}	63.85 ^{b,c}	191.88 ^a	111.68 ^b	24.64 ^c	17.41 ^c
TOPLAM	97945.52 ^a	79202.49 ^b	70138.60 ^{c,d}	56905.00 ^e	97945.52 ^a	76354.26 ^{b,c}	64646.66 ^d	50289.07 ^e

t.e.: tespit edilemedi. Her bir depolama sıcaklığı için aynı satırdaki farklı harfler bileşenlerin depolama süresine bağlı olarak $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Farklı yöntemler ile elde edilen muz aroması kapsülleri ile sıvı formdaki muz aroması bileşenlerinin toplam alan değerlerinin kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak varyans analizi sonuçları Çizelge 4.53’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı ve depolama süresi ile bu değişkenlerin tüm interaksiyonlarının toplam aroma bileşenlerinin alanı üzerine $p<0.01$ seviyesinde etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.53. Muz aromalarının toplam aroma bileşenlerinin alan değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	4	8488483164	17696 ^{**}
S	1	559846901	11.67 ^{**}
D	3	5394831478	112.47 ^{**}
K x S	4	381986343	7.96 ^{**}
K x D	12	262328959	5.47 ^{**}
S x D	3	443900648	9.225 ^{**}
K x S x D	12	4321663277	7.51 ^{**}
Hata	40		

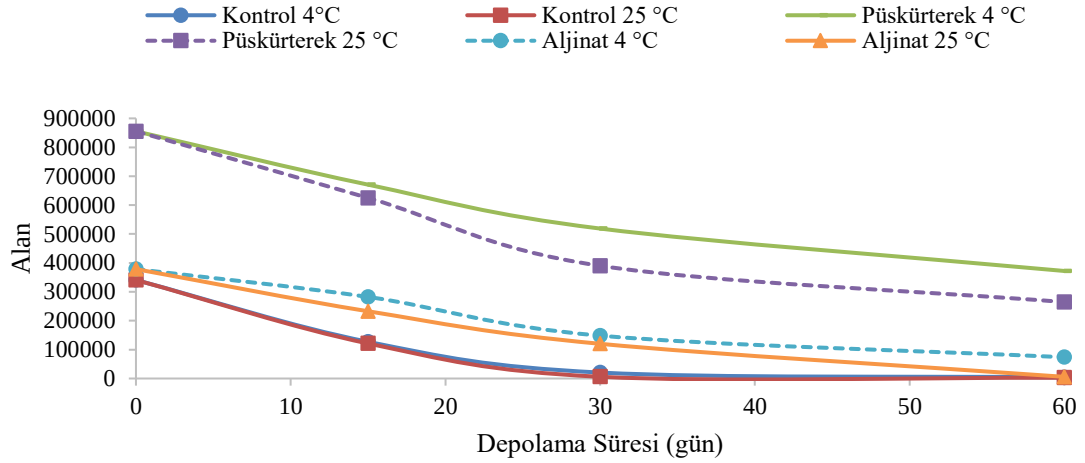
(**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.54’te ticari olarak temin edilen muz aroması ile muz aromasından elde edilen mikrokapsüllerin toplam aroma bileşenlerinin alanlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları verilmiştir. 4°C’de depolanan örneklerin aroma bileşenlerinin alanının ortalama değeri 44.978×10^3 olarak belirlenirken, bu değer 25°C’de depolanan örneklerin için 39687×10^3 olarak belirlenmiş ve depolama sıcaklıklarının muz aromasının toplam alan değerleri üzerinde istatistiksel olarak önemli derecede ($p<0.05$) etki ettiği görülmüştür. Depolamanın başlangıcında aroma bileşenlerinin alanlarının ortalama değeri 63.953×10^3 olarak tespit edilmiş 60 günlük depolama sonucunda bu değer %55 kayıpla 28.447×10^3 ’e azaldığı sonucuna ulaşılmıştır. Kontrol grubu örnekleri ile muz aromalı kapsüllerin ortalamaları incelendiğinde ise en yüksek aroma bileşeni alanının (85.392×10^3) koaservasyon yöntemi ile elde edilmiş mikrokapsüllerde olduğu, en düşük ortalama aroma bileşenlerinin değerlerinin ise kontrol grubu örneklerinde ($12041 \pm 3507 \times 10^3$) olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.54. Muz aromasının depolama süresince toplam aroma bileşenlerinin alanının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ($\times 10^3$)

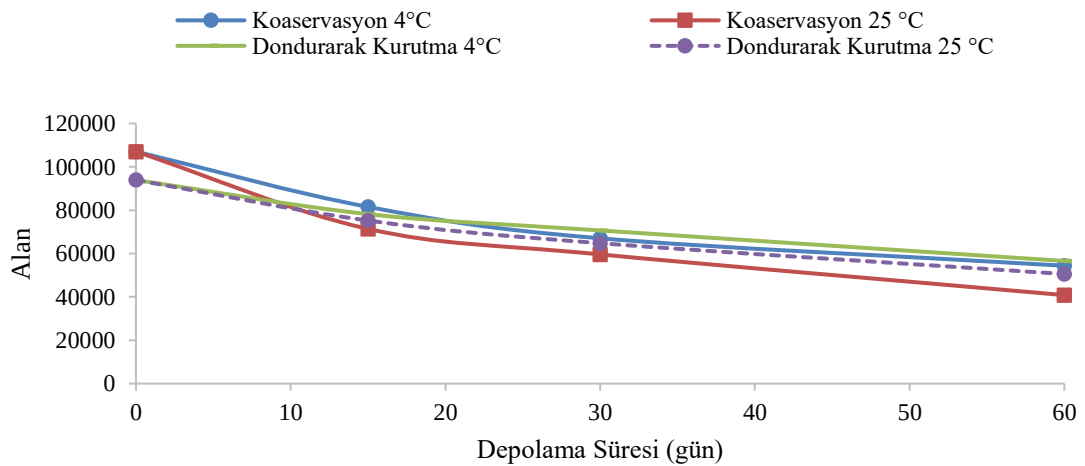
Depolama Sıcaklığı	4°C	25°C			
Depolama Süresi	0.gün	15 gün	30 gün	60 gün	
	63953±5585 ^a	54084±2500 ^b	46181±5948 ^c	28447±5267 ^d	
Kapsülasyon yöntemi	Koaservasyon	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	Aljinat kürecikleri	Kontrol
	85392±2915 ^a	65809±6882 ^a	56223±4028 ^{a,b}	24039±2666 ^c	12041±3507 ^d

Farklı yöntemlerde elde edilen muz aromalı mikrokapsüllerin 4°C ve 25°C’de depolanması sırasında aroma aktif bileşenlerinin toplam değerlerinin değişimi Şekil 4.28 ve Şekil 4.29’da gösterilmiştir. Şekil 4.28’de ticari olarak temin edilen muz aromasının, aljinat kürecikleri ve püskürterek kurutma yöntemleri ile elde edilen mikrokapsüllerin değişimi gözlenmekte olup, püskürterek kurutmanın aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerden daha yüksek aroma miktarına sahip olduğu ayrıca aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen kapsüllerin 15.güne kadar aroma içeriğini koruduğu ancak daha sonra azalmaya başladığı görülmektedir.



Şekil 4.28. Farklı yöntemlerle üretilen muz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin depolama süresince değişimi

Koaservasyon ve dondurarak kurutma yöntemleri ile elde edilen muz mikrokapsüllerinin depolama süresince aroma miktarının değişiminin izlendiği Şekil 4.29 incelendiğinde, 4°C’de depolanan örneklerde en iyi sonucun koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerde elde edildiği görülmektedir.



Şekil 4.29. Farklı yöntemlerle üretilen muz mikrokapsüllerinin aktif aroma bileşiminin depolama süresince değişimi

4.8.4. Farklı yöntemlerle üretilen aroma mikrokapsüllerinin depolama şartlarına bağlı olarak parçacık boyutu dağılımı

Kapsüllerin boyut ve boyut dağılımı gıdaların dokusunu ve duyuşal özelliklerini etkilemekte olup, gıda endüstrisinde ürünlere işlenen kapsüllenmiş bileşenlerin gıdanın dokusunu, duyuşal özelliklerini, rengini veya tadını etkilememesi arzu edilmektedir. Tez kapsamında optimum şartlarda üretilen ve farklı sıcaklıklarda depolanan aroma kapsüllerinin parçacık boyutu dağılımı depolama süresince ölçülerek, uygulanan enkapsülasyon yöntemlerinin ve depolama şartlarının kapsüllerin boyutu üzerindeki etkisi ortaya koyulmuştur. Bu bağlamda aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen kapsüller dışındaki toz ürünlerin $D_{[4.3]}$ [hacim ağırlıklı ortalama (HAO)], $D_{[3.2]}$ [yüzey ağırlıklı ortalama (YAO)], D_{10} , D_{50} ve D_{90} değerleri ölçülmüştür. $D_{[4.3]}$ değeri genellikle parçacık sayısının önemsiz olduğu durumlarda kullanılmakta iken, aktif yüzeylere sahip parçacıklarda veya yüzey alanının önemli olduğu durumlarda $D_{[3.2]}$ değeri kullanılmaktadır. Ayrıca tez kapsamında parçacık büyüklüğünü ifade etmek için kullanılan D_{10} , D_{50} ve D_{90} değerleri sırasıyla mikrokapsül çaplarının %10'unun, %50'sinin ve %90'ının belirtilen değere eşit ya da bu değerlerin altında bir değer olduğunu belirtmektedir.

Farklı yöntemlerle (püskürterek kurutma, dondurarak kurutma ve koaservasyon) optimum koşullarda üretilen çilek mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişiminin sonuçları Çizelge 4.55'te verilmiştir. Çizelge incelendiğinde görüldüğü üzere depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüllerin D_{10} değerleri 1.17-2.35 μm , D_{50} değerleri 10.14-12.93 μm , D_{90} değerleri 22.91-28.28 μm , $D_{[3.2]}$ değerleri 3.61-5.11 μm , $D_{[4.3]}$ değerleri ise 11.83-15.02 μm arasında; dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen kapsüllerin D_{10} değerleri 55.95-75.05 μm , D_{50} değerleri 156.42-204.14 μm , D_{90} değerleri 326.83-507.23 μm , $D_{[3.2]}$ değerleri 89.54-143.02 μm , $D_{[4.3]}$ değerleri ise 177.91-208.00 μm arasında; koaservasyon yöntemiyle elde edilen kapsüllerin ise D_{10} değerleri 32.68-66.90 μm , D_{50} değerleri 214.08-301.43 μm , D_{90} değerleri 562.23-713.30 μm , $D_{[3.2]}$ değerleri 71.60-119.15 μm ve $D_{[4.3]}$ değerleri ise 300.24-365.49 μm arasında belirlenmiştir. Genel olarak bakıldığında püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin parçacık boyutlarının dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen mikrokapsüllere göre daha küçük olduğu, depolama süresine bağlı olarak parçacık boyutunun arttığı ve yüksek sıcaklıklarda depolanan özellikle dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen mikrokapsüllerin parçacık boyutunun daha büyük olduğu görülmektedir. Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen ve başlangıç D_{50} değeri 10.14 μm çilek mikrokapsüllerinin depolama süresi sonunda bu değerinin 4 °C'de depolanan örneklerde 11.77 μm 'ye ve 25 °C'de depolanan örneklerde ise 12.93 μm 'ye arttığı görülmektedir.

Çizelge 4.55. Farklı yöntemlerde elde edilmiş olan çilek mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişimi (µm)

Çilek aroması		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	D _[3,2]	D _[4,3]	
Püskürterek Kurutma	4°C	0.gün	1.17±0.01	10.14±0.47	22.91±0.06	3.61±0.01	12.86±0.10
		15.gün	1.82±0.21	10.35±0.01	25.82±0.19	4.60±0.02	11.83±0.01
		30.gün	1.99±0.01	10.42±0.14	26.07±0.14	4.60±0.01	12.76±0.03
		60.gün	1.32±0.17	11.77±0.07	28.28±0.65	4.12±0.26	15.02±0.88
	25°C	0.gün	1.17±0.01	10.14±0.47	22.91±0.06	3.61±0.01	12.86±0.10
		15.gün	2.16±0.11	11.16±0.03	27.29±0.58	3.83±0.04	14.84±0.16
		30.gün	2.14±0.04	12.30±0.04	27.42±0.23	4.79±0.05	14.03±0.22
		60.gün	2.35±0.17	12.93±0.02	27.87±0.56	5.11±0.03	14.57±0.24
Dondurarak Kurutma	4°C	0.gün	55.95±1.98	156.42±2.44	326.83±49.74	89.54±2.85	188.00±4.82
		15.gün	58.21±1.58	161.24±1.46	343.27±13.67	90.96±3.70	177.91±4.41
		30.gün	63.84±1.41	172.07±5.74	377.22±19.43	105.89±3.18	206.05±6.67
		60.gün	71.38±1.66	204.14±4.58	406.36±12.52	122.40±4.35	208.00±10.79
	25°C	0.gün	55.95±1.98	156.42±2.44	326.83±49.74	89.54±2.85	188.00±4.82
		15.gün	64.80±1.15	168.12±2.98	346.65±28.85	120.68±2.73	207.39±12.62
		30.gün	74.99±1.33	199.15±4.94	478.54±24.39	140.22±3.14	248.03±5.40
		60.gün	75.05±1.47	203.91±4.99	507.23±19.98	143.02±3.27	257.97±10.97
Koaservasyon	4°C	0.gün	32.68±1.68	214.08±27.09	562.23±32.32	71.60±4.52	300.24±24.39
		15.gün	41.16±1.94	235.01±18.70	639.45±37.07	74.06±4.52	302.45±15.66
		30.gün	43.78±2.34	236.04±19.66	676.77±63.87	84.34±4.17	317.41±29.15
		60.gün	45.39±2.57	247.42±17.95	713.30±50.13	89.57±4.44	317.41±29.15
	25°C	0.gün	32.68±1.68	214.08±27.09	562.23±32.32	71.60±4.52	300.24±24.39
		15.gün	52.92±3.11	276.54±18.17	644.97±40.87	103.16±6.43	319.86±12.41
		30.gün	62.86±3.86	278.64±21.95	655.76±21.06	115.75±6.52	348.72±38.50
		60.gün	66.90±3.86	301.43±28.48	702.79±41.30	119.15±5.75	365.49±33.77

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir.

Depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak belirlenen ve parçacık boyutunu temsil eden değerlerden D₉₀ değeri istatistiksel analizler için kullanılmış olup, çilek aroması ile elde edilmiş toz mikrokapsüllerin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları Çizelge 4.56’da verilmiştir. Çizelgede görüldüğü üzere örneklerin parçacık boyutu değerlerinden D₉₀ değerleri üzerine kapsülasyon yöntemi, depolama süresi, kapsülasyon yöntemi x depolama süresi etkileşimlerinin $p<0.01$ düzeyinde etkili olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.56. Çilek aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	2	5771457	252.32**
S	1	70938	3.10
D	3	165353	7.23**
K x S	2	21843	0.95
K x D	6	101311	4.43**
S x D	3	12930	0.57
K x S x D	6	53636	2.34
Hata	23		

(**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.57’de verilen Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre; farklı yöntemlerle elde edilen ve 4 °C’de depolanan örneklerin (403.47 µm) D₉₀ değerlerinin 25 °C’de depolanan örneklerden (452.11 µm) daha düşük olduğu ancak istatistiksel olarak aralarında fark olmadığı, depolama süresinin artması ile birlikte D₉₀ değerlerinin de arttığı, depolama başlangıcında 385.47 µm olan değerin 15. gün sonunda 290.98 µm, 30. gün sonunda 395.77 µm ve 60. gün sonunda ise 538.87 µm olduğu belirlenmiştir. Enkapsülasyon yöntemlerine göre ise D₉₀ değerleri karşılaştırıldığında püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin D₉₀ değeri 26.50 µm, dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin 475.08 µm ve koaservasyon yöntemiyle elde edilenlerin ise 781.78 µm olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.57. Çilek aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (µm)

Depolama Sıcaklığı	25°C	4°C		
Kapsülasyon yöntemi	Koaservasyon	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	
	781.78±41.74 ^a	475.08±26.03 ^b	26.5±0.29 ^c	
Depolama Süresi	60. gün	30. gün	15. gün	0.gün
	538.87±79.27 ^a	395.77±55.88 ^b	390.98±52.87 ^b	385.47±69.56 ^b

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Depolama süresi ve sıcaklığının artması ile çilek aroması mikrokapsüllerinin parçacık boyutundaki artış nem absorpsiyonuna bağlı gerçekleşen ve topaklanma olarak adlandırılan partiküllerin birbirine yapışması ile ilişkilendirilmiştir. Partikül boyutunun depolama koşullarından etkilenebileceği, artan sıcaklıkla birlikte, depolanan materyalin özelliğine bağlı olarak partikül boyutunun azalabileceği ya da artabileceği rapor edilmiştir (Koç, 2015). Parçacık boyutunun depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak dondurarak kurutulan mikrokapsüllerde daha fazla artmasının nedeni olarak dondurarak kurutulmuş ürünlerin süngerimsi yapısına bağlı olarak daha fazla nem absorpsiyonunun gerçekleşmiş olmasıyla ilişkilendirilmektedir. Çizelge 4.56’da verilen varyans analiz sonuçları incelendiğinde kapsülasyon yönteminin mikrokapsüllerin parçacık boyutu değerleri üzerinde önemli ölçüde ($p < 0.01$) etkili olduğu, Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarında ise püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerinin en küçük değerlere (26.5 µm) sahip olduğu görülmektedir. Püskürterek kurutma şartlarından olan püskürtülen damlacıkların boyutu, hava giriş sıcaklığı ve hava hızı son ürünün parçacık boyutunu etkileyen faktörlerdendir. Püskürterek, dondurarak ve akışkan yatak kurutucuda çilek aromasının kurutulduğu bir çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin parçacık boyutu dağılımı incelenmiş olup elde edilen sonuçlarda püskürterek kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin D₉₀ değerinin 17.5 µm, dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin 1340 µm, akışkan yatak kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin ise 835.00 µm olduğu bildirilmiştir (Pellicer vd. 2019). Rapor edilen sonuçlarla tez kapsamında elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen partiküllerin D₉₀ değerlerinin birbirine yakın, dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin boyutlarının ise tez kapsamında daha düşük bulunduğu görülmektedir. Bu durumun da dondurarak kurutma sonrası ürünün eldesi aşamasındaki parçalama

işleminin farklılığından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Limonen aromasının püskürterek kurutma yöntemi ile mikrokapsülasyonunun çalışıldığı bir çalışmada taşıyıcı materyal olarak arabik gam kullanılmış olup, hava giriş ve çıkış sıcaklıkları sırasıyla 150 ve 93°C olarak belirlenmiştir. Çalışma sonucunda örneklerin D₅₀ değerinin 15.7 ile 23.2 µm arasında değiştiği bildirilmiştir (Bertolini vd. 2001). Tez kapsamında püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen partiküllerin D₅₀ değeri 10.14 µm olarak belirlenmiş olup, sonuçların literatürle kısmen uyumlu olduğu görülmüştür. Aradaki farklılıkların kullanılan taşıyıcıların miktarı ve diğer işlem parametrelerinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Koaservasyon yöntemi ile elde edilen çilek mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ise en yüksek değerlere (781.78 µm) sahip olduğu belirlenmiş olup, koaservasyonda son basamak olan dondurarak kurutma aşamasının parçacık boyutu değerlerini önemli ölçüde etkilediği düşünülmektedir. Polimer olarak jelatin ve arap zamburakının kullanıldığı koaservasyon yönteminde elde edilen mikropartiküllerin boyutu, karıştırma hızı, çözelti viskozitesi, çekirdek / polimer oranı, su miktarı, vb. gibi birçok parametreden etkilenmektedir (Yan ve Zhang 2014). Ayrıca koaservasyon aşamasında uygulanan soğutma işlemi de koaservatların boyutunu etkileyen bir diğer unsurdur. Mascarenhas (2010) tarafından yapılan bir çalışmada kontrollü şartlar altında soğutulan koaservatların parçacık boyutunun buz banyosunda soğutulan koaservatlara göre daha küçük olduğu bildirilmiştir. Kompleks koaservasyon yöntemi ile limonen aromasının kapsüllendiği bir çalışmada (Leclercq vd. 2008) çapraz bağlayıcı olarak gluteralehit kullanılmış ve elde edilen kapsüller dondurarak kurutulmuştur. Kapsüllerin partikül boyutu incelendiğinde 219-325 (µm) arasında değiştiği bildirilmiştir. Tez çalışmasında dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen aroma mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin depolama süresince 326.83-507.26 µm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Vanilin aromasının dondurarak kurutma yöntemi ile kapsüllendiği bir çalışma da ise taşıyıcı materyal olarak β-SD ve karnauba vaks kullanılmıştır. Çalışmada (Özdemir, 2015) elde edilen mikrokapsüllerin parçacık boyutu dağılımı sonuçları incelendiğinde D₉₀ değerinin 91.3 ile 270.7 µm arasında değiştiği görülmüştür.

Farklı yöntemlerle optimum koşullarda üretilen karpuz mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutunun değişiminin sonuçları Çizelge 4.58’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüllerin D₁₀ değerlerinin 1.04-2.44 µm, D₅₀ değerlerinin 9.95-12.30 µm, D₉₀ değerlerinin 21.43-24.29 µm, D_[3.2] değerlerinin 3.37-5.04 µm, D_[4.3] değerlerinin ise 11.11-12.94 µm arasında; dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen kapsüllerin D₁₀ değerlerinin 52.11-67.83 µm, D₅₀ değerlerinin 213.74-225.39 µm, D₉₀ değerlerinin 713.54-813.90 µm, D_[3.2] değerlerinin 111.44-147.18 µm, D_[4.3] değerlerinin ise 295.94-338.98 µm arasında; koaservasyon yöntemiyle elde edilen kapsüllerin ise D₁₀ değerlerinin 42.90-51.63 µm, D₅₀ değerlerinin 155.01-220.69 µm, D₉₀ değerlerinin 618.15-666.13 µm, D_[3.2] değerlerinin 83.85-114.88 µm ve D_[4.3] değerlerinin ise 264.45-305.46 µm arasında olduğu görülmektedir. Tez sonuçları püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin parçacık boyutunun dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen mikrokapsüllere göre daha küçük olduğunu göstermiştir. Her iki yöntemle de elde edilen mikrokapsüllerin parçacık büyüklüklerinin birbirlerine yakın olması koaservasyon yöntemiyle enkapsülasyon işleminin son basamağının da dondurarak kurutma olduğu göz önüne alındığında beklenen bir sonuç olarak değerlendirilmektedir. Çilek mikrokapsüllerindeki

değişime benzer şekilde karpuz mikrokapsüllerinin parçacık boyutu değerlerinin de depolama süresinin artmasıyla arttığı, yüksek sıcaklıklarda bu artışın daha belirgin olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Çizelge 4.58. Farklı yöntemlerde elde edilmiş olan karpuz mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişimi (μm)

Karpuz Aroması		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	D _[3,2]	D _[4,3]	
Püskürterek Kurutma	4°C	0.gün	1.04±0.01	9.95±0.01	21.84±0.05	3.37±0.01	11.11±0.03
		15.gün	1.05±0.01	10.21±0.03	22.45±0.07	4.50±0.04	12.94±0.06
		30.gün	2.13±0.01	11.38±0.01	23.86±0.05	4.60±0.01	12.24±0.15
		60.gün	2.16±0.01	11.50±0.03	24.29±0.08	4.83±0.01	12.44±0.08
	25°C	0.gün	1.04±0.01	9.95±0.01	21.84±0.05	3.37±0.01	11.11±0.03
		15.gün	1.11±0.23	10.13±0.10	21.43±0.10	3.68±0.39	11.31±0.11
		30.gün	2.16±0.01	10.21±0.03	22.45±0.07	4.60±0.01	11.59±0.36
		60.gün	2.44±0.07	12.30±0.03	24.14±0.14	5.04±0.07	11.74±0.04
Dondurarak Kurutma	4°C	0.gün	52.11±1.28	213.74±5.56	713.54±64.01	111.44±6.28	295.94±5.93
		15.gün	54.16±1.53	219.45±12.19	728.27±143.10	122.02±5.02	304.90±35.49
		30.gün	55.95±1.59	222.52±12.69	739.49±56.95	125.59±4.97	308.38±27.24
		60.gün	55.19±1.62	224.12±11.49	740.63±124.67	127.32±4.23	316.51±38.78
	25°C	0.gün	52.11±1.28	213.74±5.56	713.54±64.01	111.44±6.28	295.94±5.93
		15.gün	62.28±1.63	216.01±16.15	763.84±64.35	132.83±7.13	301.48±62.11
		30.gün	63.26±2.61	221.98±16.15	785.31±68.58	134.32±7.04	311.70±55.56
		60.gün	67.83±2.58	225.39±26.03	813.90±205.74	147.18±11.47	338.98±69.16
Koaservasyon	4°C	0.gün	43.17±1.51	155.01±8.05	618.15±59.81	83.85±3.12	264.45±21.96
		15.gün	43.92±2.21	160.54±7.12	629.76±22.57	84.08±2.21	267.67±34.46
		30.gün	42.90±1.05	164.67±6.05	631.20±39.32	84.10±2.36	273.77±24.47
		60.gün	44.71±1.08	172.83±5.66	649.06±68.19	85.89±2.07	274.13±24.83
	25°C	0.gün	43.17±1.51	155.01±8.05	618.15±59.81	83.85±3.12	264.45±21.96
		15.gün	41.26±0.96	172.83±5.66	617.30±43.02	84.42±2.18	280.83±45.80
		30.gün	42.28±2.16	174.54±8.83	624.65±37.00	86.18±5.59	283.85±54.27
		60.gün	51.63±3.32	220.69±21.64	666.13±40.04	114.88±9.52	305.46±18.67

Değerler ortalama±standart hata olarak verilmiştir.

Karpuz aroması ile elde edilmiş toz mikrokapsüllerin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları incelendiğinde D₉₀ değerleri üzerinde depolama süresinin $p<0.05$ seviyesinde, kapsülasyon yöntemleri ve depolama sıcaklığı ile bu faktörlerin interaksiyonlarının ise $p<0.01$ seviyesinde etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.59. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	2	6351005	180.86**
S	1	246808	7.03**
D	3	106727	73.04*
K x S	2	302361	8.61**
K x D	6	263506	7.50**
S x D	3	224301	6.39**
K x S x D	6	180146	5.13**
Hata	23		

(*), $p<0.05$ seviyesinde; (**), $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.60’da verilen Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre aralarındaki fark istatistiksel açıdan önemli olmak üzere 25 °C’de depolanan örneklerin D₉₀ değerlerinin 4 °C’de depolanan örneklerden daha fazla olduğu, depolama süresinin artmasıyla arttığı sonucuna ulaşılmıştır. Enkapsülasyon yöntemleri açısından D₉₀ değerleri değerlendirildiğinde ise püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin D₉₀ değerleri 22.78 µm, dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin 692.22 µm ve koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin ise 731.95 µm olarak belirlenmiştir. İstatistiksel açıdan püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin D₉₀ değerleri diğerlerinden farklı bulunurken, dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen kapsüllerin aralarındaki fark istatistiksel açıdan önemli bulunmamıştır.

Çizelge 4.60. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (µm)

Depolama Sıcaklığı	25°C	4°C		
Kapsülasyon yöntemi	Koaservasyon	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	
	731.95±44.68 ^a	692.22±55.24 ^a	22.78±0.10 ^b	
Depolama Süresi	60. gün	30. gün	15. gün	0.gün
	565.71±96.98 ^a	470.36±63.43 ^{a,b}	469.28±71.76 ^{a,b}	423.97±68.63 ^b

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların p<0.05 seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Farklı enkapsülasyon yöntemlerinin optimum şartlarında elde edilen muz mikrokapsüllerinin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak parçacık boyutlarının değişiminin sonuçları Çizelge 4.61’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen kapsüllerin D₁₀ değerlerinin 1.12-2.19 µm, D₅₀ değerlerinin 10.39-11.89 µm, D₉₀ değerlerinin 24.04-24.99 µm, D_[3.2] değerlerinin 3.65-4.72 µm, D_[4.3] değerlerinin ise 12.57-13.29 µm arasında; dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen kapsüllerin D₁₀ değerlerinin 83.64-87.43 µm, D₅₀ değerlerinin 279.76-296.20 µm, D₉₀ değerlerinin 616.08-729.45 µm, D_[3.2] değerlerinin 167.48-203.14 µm, D_[4.3] değerlerinin ise 324.89-386.45 µm arasında; koaservasyon yöntemiyle elde edilen kapsüllerin ise D₁₀ değerlerinin 25.77-29.49 µm, D₅₀ değerlerinin 109.36-122.52 µm, D₉₀ değerlerinin 428.30-492.58 µm, D_[3.2] değerlerinin 51.74-61.03 µm ve D_[4.3] değerlerinin ise 172.96-236.87 µm arasında olduğu görülmektedir. Çilek ve karpuz mikrokapsülleri sonuçlarında olduğu gibi püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen muz mikrokapsüllerinin parçacık boyutu değerleri dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen mikrokapsüllerden daha düşük bulunmuştur. Yinse diğer aroma mikrokapsüllerininkine benzer şekilde depolama süresinin artmasıyla parçacık boyutu değerlerinin genel olarak arttığı, bu artışın yüksek sıcaklıkta depolanan örneklerde daha fazla olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Çizelge 4.61. Farklı yöntemlerde elde edilmiş muz mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı parçacık boyutu değişimi (μm)

Muz aroması		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	D _[3.2]	D _[4.3]	
Püskürterek Kurutma	4°C	0.gün	1.12±0.03	10.39±0.02	24.53±0.07	3.65±0.01	12.57±0.14
		15.gün	1.36±0.03	11.47±0.01	24.99±0.41	3.75±0.02	12.58±0.15
		30.gün	1.90±0.13	11.89±0.01	24.12±0.10	4.43±0.14	12.72±0.16
		60.gün	2.16±0.20	11.78±0.12	24.24±0.40	4.68±0.23	13.29±0.20
	25°C	0.gün	1.12±0.03	10.39±0.02	24.53±0.07	3.65±0.01	12.57±0.14
		15.gün	1.54±0.15	10.61±0.39	24.23±0.06	4.57±0.21	12.67±0.18
		30.gün	2.09±0.18	11.25±0.01	24.04±0.03	4.65±0.04	12.80±0.32
		60.gün	2.19±0.03	11.44±0.01	24.16±0.35	4.72±0.45	12.99±0.33
Dondurarak Kurutma	4°C	0.gün	83.64±4.14	280.68±13.22	682.93±44.17	167.48±6.94	324.89±25.64
		15.gün	84.17±1.62	284.24±10.37	689.18±60.14	173.17±4.85	348.09±24.65
		30.gün	85.26±1.31	288.50±8.98	690.81±59.25	175.62±3.92	350.70±19.11
		60.gün	87.43±0.85	291.42±1.25	729.45±39.36	179.59±2.59	383.10±17.50
	25°C	0.gün	83.64±4.14	280.68±13.22	682.93±44.17	173.17±4.85	324.89±25.64
		15.gün	85.88±2.36	279.76±16.52	616.08±41.56	176.30±6.55	340.25±21.34
		30.gün	85.28±2.26	287.50±12.67	635.01±50.01	182.23±7.87	353.74±42.99
		60.gün	97.55±4.61	296.20±39.31	727.10±47.47	203.14±15.72	386.45±66.61
Koaservasyon	4°C	0.gün	26.18±0.48	109.36±2.78	428.30±43.72	51.74±1.05	172.96±11.64
		15.gün	25.77±0.26	114.72±3.65	433.23±37.38	57.22±1.48	177.87±9.78
		30.gün	27.44±0.66	116.09±3.23	437.00±36.26	58.40±1.42	187.94±7.70
		60.gün	27.77±1.15	115.90±8.73	436.12±32.42	59.05±3.76	196.45±13.78
	25°C	0.gün	26.18±0.48	109.36±2.78	428.30±43.72	51.74±1.05	172.96±11.64
		15.gün	28.30±1.15	119.44±7.21	444.97±46.16	58.54±3.07	185.05±26.42
		30.gün	28.60±1.04	122.52±6.12	468.54±96.81	58.94±2.87	219.16±34.57
		60.gün	29.49±1.51	121.30±7.76	492.58±82.65	61.03±4.95	236.87±13.69

Muz aroması ile farklı yöntemlerle elde edilmiş mikrokapsüllerin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları incelendiğinde D₉₀ değerleri üzerine yalnızca kapsülasyon yönteminin önemli düzeyde ($p<0.01$) etki ettiği görülmektedir (Çizelge 4.62).

Çizelge 4.62. Muz aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	2	443647	180.86**
S	1	219	7.03
D	3	6541	3.04
K x S	2	8383	8.61
K x D	6	3582	7.50
S x D	3	1974	6.39
K x S x D	6	1508	5.13
Hata	23		

(**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. (*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.63’de farklı yöntemlerle elde edilen ve farklı sıcaklıklarda depolanan muz aroması kapsüllerinin D₉₀ değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları verilmiştir. Depolama sıcaklığına bağlı olarak muz aroması mikrokapsüllerinin D₉₀ değerlerinin istatistiksel açıdan önemli derecede değişmediği görülmüş olup, depolama süresinin artmasıyla da D₉₀ değerlerinin arttığı ancak bu artışın depolama sıcaklığında olduğu gibi istatistiksel açıdan önemli olmadığı belirlenmiştir. En yüksek

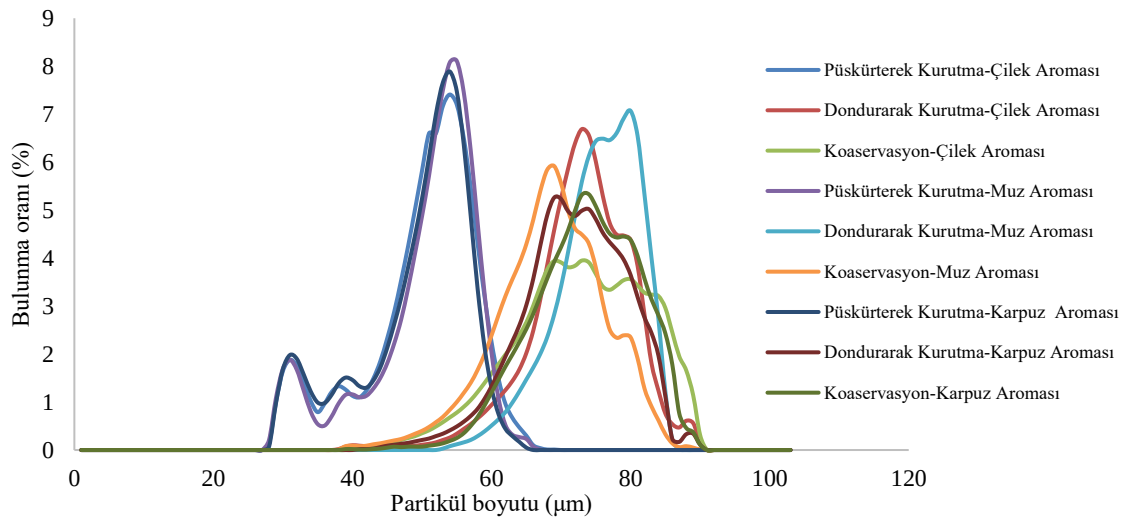
(681.76 μm) D_{90} değeri koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerde ölçülürken, en düşük (24.35 μm) ise püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerde ölçülmüştür.

Çizelge 4.63. Muz aroması mikrokapsüllerinin D_{90} değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (μm)

Depolama Sıcaklığı	25°C	4°C		
	387.10±37.30	385.705±37.29		
Kapsülasyon yöntemi	Koaservasyon	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	
	681.76±23.77 ^a	446.19±18.2 ^b	24.35±0.10 ^b	
Depolama Süresi	60. gün	30. gün	15. gün	0.gün
	405.60±54.44	379.91±53.22	378.59±52.07	372.11±50.63

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Yukarıda verilen çilek, karpuz ve muz aroması mikrokapsüllerinin parçacık boyutu değerlerine ait dağılım grafiksel olarak Şekil 4.30'da gösterilmiştir. Şekil incelendiğinde de püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin partikül dağılımının dondurarak ve koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin dağılımından farklı olduğu açıkça görülmektedir.



Şekil 4.30. Farklı yöntemlerle elde edilmiş aroma kapsüllerinin parçacık boyutu dağılımları

4.8.5. Farklı yöntemlerle üretilen aroma mikrokapsüllerinin depolama şartlarına bağlı olarak yığın yoğunluğu değerleri

Tez kapsamında optimum şartlarda üretilen aroma kapsüllerinin yığın yoğunluğu değerleri depolama süresince izlenerek uygulanan farklı enkapsülasyon yöntemlerinin elde edilen ürünlerin morfolojisi üzerindeki etkisi açıklanmaya çalışılmıştır. Yığın yoğunluğu toz ürünlerde üretim, taşıma, depolama ve satış aşamalarında oldukça önemli bir kriter olup, yüksek yığın yoğunluğa sahip olan toz partiküllerin düşük yığın yoğunluğa

sahip partiküllerle kıyaslandığında daha küçük hacimli ambalajlarda taşınabildiği ve aynı zamanda daha küçük ambalaj materyallerine daha çok ürün sığdırılabildiği bildirilmektedir (Mahdavi vd. 2016; Güner 2018).

Yığın yoğunluğu değerlerinin yer aldığı Çizelge 4.64 incelendiğinde püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığına ve süresine bağlı olarak kitle yoğunluğu değerlerinin 344.57-351.60 kg/m³ arasında, muz aroması mikrokapsüllerinin 308.10-335.64 kg/m³ arasında ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin ise 341.07-347.27 kg/m³ arasında değiştiği; dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin 589.72-620.51 kg/m³ arasında, muz aroması mikrokapsüllerinin 669.73-706.66 kg/m³ arasında ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin ise 449.00-457.80 kg/m³ arasında değiştiği; koaservasyon yöntemiyle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin 143.36-148.51 kg/m³ arasında, muz aroması mikrokapsüllerinin 200.78-211.51 kg/m³ arasında ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin ise 214.67-233.69 kg/m³ arasında değiştiği görülmektedir.

Çizelge 4.64. Farklı yöntemlerle elde edilen aroma mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerleri (kg/m³)

Aroma	Sıcaklık	Depolama Süresi	Püskürterek Kurutma	Dondurarak Kurutma	Koaservasyon
Çilek	4°C	0.gün	351.60±1.76	620.51±3.57	148.51±5.48
		15.gün	350.44±5.60	592.25±1.54	144.86±0.09
		30.gün	348.77±1.39	589.86±16.00	143.89±2.18
		60.gün	347.59±2.93	589.72±0.84	143.36±0.33
	25°C	0.gün	351.60±1.76	620.51±3.57	148.51±5.48
		15.gün	350.83±11.27	615.03±8.64	147.54±0.27
		30.gün	348.82±0.38	611.42±0.09	147.47±0.06
		60.gün	344.57±1.13	609.15±1.94	145.74±2.00
Muz	4°C	0.gün	316.67±3.20	706.66±4.97	211.51±4.31
		15.gün	314.58±9.46	693.75±25.25	211.31±14.48
		30.gün	311.46±4.01	676.17±2.03	203.99±1.36
		60.gün	308.10±1.13	669.73±0.23	203.96±1.09
	25°C	0.gün	316.67±3.20	706.66±4.97	211.51±4.31
		15.gün	335.64±3.64	682.13±7.57	203.17±2.44
		30.gün	334.17±9.26	680.32±8.85	201.85±1.63
		60.gün	333.09±1.88	675.32±0.02	200.78±0.63
Karpuz	4°C	0.gün	343.12±4.82	454.86±3.82	233.69±3.81
		15.gün	341.07±3.83	451.66±13.25	224.29±0.33
		30.gün	346.47±0.78	451.27±7.01	217.35±1.09
		60.gün	346.66±1.83	449.00±9.87	214.67±0.20
	25°C	0.gün	343.12±4.82	454.86±3.82	233.69±3.81
		15.gün	347.27±8.07	457.80±0.34	220.75±2.45
		30.gün	346.76±0.55	457.28±1.67	215.71±5.61
		60.gün	344.14±4.54	456.84±0.93	215.41±1.16

Çilek aroması ile elde edilen mikrokapsüllerin depolama süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.65'te verilmiştir. Çizelge 4.65 incelendiğinde kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı ve kapsülasyon yöntemi x depolama sıcaklığı intertaksiyonunun yığın yoğunluğu değeri üzerine önemli derecede ($p<0.01$) etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.65. Çilek aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	2	824925	16274**
S	1	430	8.49**
D	3	29	0.58
K x S	2	302	5.97**
K x D	6	33	0.67
S x D	3	52	1.04
K x S x D	6	34	0.69
Hata	23		

(**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. (*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Farklı yöntemlerle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerine ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları da Çizelge 4.66'da verilmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde depolama süresinin yığın yoğunluğu üzerinde istatistiksel açıdan önemsiz olduğu ancak kapsülasyon yönteminin ve depolama sıcaklığının ise yığın yoğunluğu değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli etkisinin olduğu görülmektedir. 4 °C ve 25 °C'de depolanan örneklerin yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 362.11 kg/m³ ve 368.10 kg/m³ olarak belirlenmiştir. Dondurarak kurutma, püskürterek kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerinin sırasıyla 599.56, 349.53 ve 146.23 kg/m³ olduğu görülmüştür. Depolama başlangıcında 364.75 kg/m³ olarak belirlenen yığın yoğunluğu değerleri depolama sonunda 363.54 kg/m³ olarak belirlenmiş, diğer depolama periyotlarında da yığın yoğunluğu değerleri bu değerlere yakın olarak ölçülmüştür.

Çizelge 4.66. Çilek aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (kg/m³)

Depolama Sıcaklığı	25 °C	4 °C		
Kapsülasyon yöntemi	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	Koaservasyon	
	599.56±3.07 ^a	349.53±1.37 ^b	146.23±0.91 ^c	
Depolama Süresi	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün
	364.75±54.98	367.16±56.47	365.04±56.18	363.54±56.14

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Muz aroması ile farklı yöntemlerde elde edilen mikrokapsüllerin depolama süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.67'de

verilmiştir. Çizelge 4.67 incelendiğinde kapsülasyon yönteminin yığın yoğunluğu değeri üzerine çok önemli ($p<0.01$), depolama süresi ile kapsülasyon yöntemi x depolama sıcaklığı ve kapsülasyon yöntemi x depolama sıcaklığı interaksiyonlarının yığın yoğunluğu değeri üzerine önemli derecede ($p<0.05$) etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.67. Muz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	2	1006041	9177**
S	1	237	2.17
D	3	407	3.71*
K x S	2	495	4.52*
K x D	6	306	2.89*
S x D	3	72	0.66
K x S x D	6	67	0.61
Hata	23		

(**) $p<0.01$, (*) $p<0.05$ seviyesinde farklılık ifade eder. (*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Muz aroması ile elde edilmiş mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları da Çizelge 4.68’de verilmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde depolama sıcaklığının yığın yoğunluğu üzerinde istatistiksel açıdan önemsiz olduğu ancak kapsülasyon yönteminin ve depolama süresinin ise yığın yoğunluğu değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli etkisinin olduğu görülmektedir. 4 °C ve 25 °C’de depolanan örneklerin yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 402.76 kg/m³ ve 406.77 kg/m³ olarak belirlenmiştir. Dondurarak kurutma, püskürterek kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen muz aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerinin sırasıyla 686.34, 321.303 ve 206.01 kg/m³ olduğu görülmüştür. Depolama başlangıcında 411.61 kg/m³ olarak belirlenen yığın yoğunluğu değerleri depolama sonunda 398.5 kg/m³ olarak belirlenmiştir.

Çizelge 4.68. Muz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (kg/m³)

Depolama	4°C	25°C		
Sıcaklığı	402.76±42.94	406.77±42.60		
Kapsülasyon yöntemi	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	Koaservasyon	
	686.34±4.34 ^a	321.303±3.08 ^b	206.01±1.85 ^c	
Depolama Süresi	0.gün	15. gün	30. gün	60. gün
	411.61±64.24 ^a	406.76±61.84 ^{a,b}	401.32±60.91 ^b	398.50±60.25 ^b

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Karpuz aroması ile elde edilen mikrokapsüllerin depolama süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.69’da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde kapsülasyon yöntemi yığın yoğunluğu değeri üzerine önemli derecede ($P<0.01$) etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.69. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	SD	KO	F
K	2	216003	4507**
S	1	31	0.66
D	3	82	1.72
K x S	2	38	0.80
K x D	6	108	2.27
S x D	3	4	0.09
K x S x D	6	12	0.26
Hata	23		

(**) p<0.01 seviyesinde farklılık ifade eder. (*), p<0.05 seviyesinde; (**) p<0.01, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Karpuz aroması kullanılarak farklı yöntemlerle elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları Çizelge 4.70’de verilmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde depolama süresi ve sıcaklığının yığın yoğunluğu üzerinde istatistiksel açıdan önemsiz olduğu ancak kapsülasyon yönteminin ise yığın yoğunluğu değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli etkisinin olduğu görülmektedir. 4 °C ve 25 °C’de depolanan örneklerin yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla 339.51± kg/m³ ve 341.14 kg/m³ olarak belirlenmiştir. Dondurarak kurutma, püskürterek kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen karpuz mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yığın yoğunluğu değerlerinin sırasıyla 454.20, 344.82 ve 221.95 kg/m³ olduğu görülmüştür. Depolama başlangıcında 343.90 kg/m³ olarak belirlenen yığın yoğunluğu değerleri depolama sonunda 337.78 kg/m³ olarak belirlenmiş, diğer depolama periyotlarında da yığın yoğunluğu değerleri bu değerlere yakın olarak ölçülmüştür.

Çizelge 4.70. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (kg/m³)

Depolama	4°C	25°C	
Sıcaklığı	339.51±19.58	341.14±20.08	
Kapsülasyon yöntemi	Dondurarak kurutma	Püskürterek kurutma	Koaservasyon
	454.20±1.89 ^a	344.82±1.26 ^b	221.95±2.06 ^c
Depolama Süresi	0.gün	15. gün	30. gün
	343.90±27.25	340.47±28.66	339.14±34
			60. gün
			337.78±29.37

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların p<0.05 seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

4.8.6. Farklı yöntemlerle üretilen aroma mikrokapsüllerinin depolama şartlarına bağlı olarak nem ve su aktivitesi değerleri

Toz ürünlerin nem içeriği ve su aktivitesi değerleri depolama stabilitesi açısından önem taşımaktadır. Su aktivitesi değerinin 0.65'nin altında olması ürünlerin mikrobiyal açıdan güvenli olması için yeterli olup, enzimatik reaksiyonlar, Maillard reaksiyonları gibi enzimatik olmayan reaksiyonlar ve lipid oksidasyonu gibi diğer kimyasal ve biyokimyasal değişimler için 0.2-0.3 su aktivitesi değeri güvenilir aralık olarak kabul edilmektedir (Cemeroğlu 1999). Bu bağlamda optimum şartlarda elde edilen mikrokapsüllerin nem ve su aktivitesi değerleri ölçülmüş, elde edilen sonuçlar Çizelge 4.71'de verilmiştir. Çizelge 4.71 incelendiğinde püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak nem miktarı ve su aktivitesi değerlerinin sırasıyla %3.36-4.53 ve 0.14-0.39 arasında, karpuz mikrokapsüllerinin %4.06-6.01 ve 0.13-0.32 arasında, muz mikrokapsüllerinin ise %2.25-6.03 ve 0.13-0.33 arasında olduğu görülmektedir. Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin depolama süresine ve sıcaklığına bağlı olarak nem içeriği ve su aktivitesi değerleri sırasıyla %0.17-5.06 ve 0.07-0.38 arasında, karpuz mikrokapsüllerinin %0.26-6.01 ve 0.02-0.29 arasında, muz mikrokapsüllerinin ise 0.50-5.64 ve 0.02-5.38 arasında belirlenmiştir. Koaservasyon yöntemiyle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak nem ve su aktivitesi değerlerinin sırasıyla %4.27-6.77 ve 0.02-0.41 arasında, karpuz aroması mikrokapsüllerinin %2.80-6.34 ve 0.02-0.36 arasında, muz aroması mikrokapsüllerinin ise %1.84-6.24 ve 0.05-0.42 arasında olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.71. Farklı yöntemlerle elde edilmiş olan çilek mikrokapsüllerinin depolamaya bağlı nem ve su aktivitesi değişimi

Aroma	Sıcaklık	Süre	Püskürterek Kurutma		Dondurarak Kurutma		Koaservasyon	
			Nem içeriği (%)	aw	Nem miktarı (%)	aw	Nem miktarı (%)	aw
Çilek	4°C	0.gün	3.36±0.21	0.14±0.01	0.17±0.01	0.07±0.02	4.27±0.27	0.02±0.00
		15.gün	4.02±0.06	0.22±0.06	0.20±0.05	0.15±0.04	5.07±0.09	0.07±0.05
		30.gün	4.21±0.26	0.29±0.07	2.09±0.06	0.29±0.06	5.10±0.11	0.30±0.03
		60.gün	4.43±0.28	0.37±0.03	4.53±0.02	0.36±0.01	5.50±0.14	0.36±0.02
	25°C	0.gün	3.36±0.21	0.18±0.01	0.17±0.01	0.07±0.02	4.27±0.27	0.02±0.00
		15.gün	3.78±0.18	0.27±0.03	3.63±0.39	0.24±0.00	5.75±0.10	0.04±0.01
		30.gün	4.07±0.05	0.34±0.00	4.18±0.06	0.26±0.01	6.52±0.19	0.25±0.00
		60.gün	4.39±0.24	0.39±0.00	5.06±0.06	0.38±0.02	6.77±0.12	0.41±0.01
Karpuz	4°C	0.gün	4.06±0.06	0.13±0.02	0.26±0.08	0.02±0.00	2.80±0.02	0.02±0.00
		15.gün	4.24±0.09	0.15±0.01	2.59±0.05	0.01±0.00	3.65±0.00	0.15±0.00
		30.gün	5.02±0.02	0.24±0.00	4.65±0.00	0.16±0.05	4.40±0.25	0.27±0.06
		60.gün	5.98±0.23	0.32±0.00	4.99±0.00	0.22±0.01	5.40±0.25	0.30±0.05
	25°C	0.gün	4.06±0.06	0.13±0.02	0.26±0.08	0.02±0.00	2.80±0.02	0.02±0.00
		15.gün	4.99±0.00	0.17±0.01	4.99±0.00	0.21±0.03	4.80±0.15	0.15±0.01
		30.gün	5.19±0.06	0.23±0.02	5.19±0.06	0.26±0.01	5.01±0.13	0.25±0.01
		60.gün	6.01±0.11	0.26±0.01	6.01±0.11	0.29±0.01	6.34±0.12	0.36±0.02
Muz	4°C	0.gün	2.25±0.10	0.13±0.02	0.50±0.17	0.02±0.00	1.84±0.69	0.05±0.04
		15.gün	3.25±0.11	0.14±0.01	0.89±0.23	0.12±0.01	3.71±0.24	0.13±0.02
		30.gün	5.08±0.13	0.20±0.00	2.78±0.06	0.22±0.01	4.40±0.30	0.24±0.01
		60.gün	5.95±0.24	0.33±0.01	4.19±0.02	0.33±0.02	5.05±0.18	0.33±0.03
	25°C	0.gün	2.25±0.10	0.13±0.02	0.50±0.17	0.02±0.00	1.84±0.69	0.05±0.04
		15.gün	4.08±0.35	0.17±0.02	2.40±0.09	0.11±0.01	4.36±0.14	0.14±0.01
		30.gün	5.26±0.05	0.24±0.01	4.61±0.25	0.32±0.00	5.41±0.26	0.28±0.04
		60.gün	6.03±0.15	0.33±0.03	5.64±0.52	0.38±0.02	6.24±0.22	0.42±0.01

Sonuçlar genel olarak incelendiğinde püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen aroma mikrokapsüllerinin başlangıç su aktivitesi değerlerinin dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen mikrokapsüllere göre daha yüksek olduğu, depolama süresine bağlı olarak nem değerlerinin arttığı ve yüksek sıcaklıklarda depolanan mikrokapsüllerin nem değerinin daha yüksek olduğu görülmüştür.

Farklı yöntemlerle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak nem içeriği ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait varyans analiz sonuçları Çizelge 4.72’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı, depolama süresi ve bu değişkenlerin tüm interaksiyonlarının nem içeriği ve su aktivitesi değerleri üzerinde önemli derecede ($p<0.01$) etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.72. Çilek aroması mikrokapsüllerinin nem içeriği ve su aktivitesi değerleri ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	Nem miktarı			aw		
	SD	KO	F	SD	KO	F
K	2	33**	554	2	0.00	21**
S	1	8**	139	1	0.00	13**
D	3	11**	183	3	0.23	12**
K x S	2	1**	30	2	0.01	27**
K x D	6	3**	56	6	0.00	5**
S x D	3	1**	6	3	0.00	5**
K x S x D	6	1**	27	6	0.0	5**
Hata	23			23		

(**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. (*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Farklı yöntemlerle elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin nem ve aw değerlerine ait Duncan çoklu karşılaştırma Testi sonuçları Çizelge 4.73’de verilmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde kapsülasyon yönteminin a_w değeri üzerinde etkisinin istatistiksel açıdan önemsiz, nem miktarı üzerindeki etkisinin ise önemli olduğu görülmektedir. Dondurarak kurutma, püskürterek kurutma ve koaservasyon yöntemleriyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin nem içeriği değerleri sırasıyla %2.50, 4.08 ve 5.40 olarak belirlenirken, 4 ve 25 °C’de depolanan örneklerin nem içeriği değerleri sırası ile %3.58 ve 4.41, aw değerleri ise sırasıyla 0.30 ve 0.37 olarak belirlenmiştir. Depolama başlangıcında %2.86 olan çilek mikrokapsüllerinin nem içeriği, depolamanın 15., 30. ve 60. günlerinde sırasıyla %3.66, 4.36 ve 5.11 olarak bulunmuştur. Depolama süresine bağlı olarak farklı yöntemlerle üretilen ve farklı sıcaklıklarda depolanan çilek mikrokapsüllerinin su aktivitesi değerleri incelendiğinde, depolama süresinin artmasıyla su aktivitesi değerlerinin arttığı, depolama başlangıcında 0.12 olan su aktivitesi değerinin depolama sonunda 0.35 değerine ulaştığı görülmüştür.

Çizelge 4.73. Çilek aroması mikrokapsüllerinin nem miktarı ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Depolama Sıcaklığı	Nem	25°C	4°C		
		aw	aw		
Kapsülasyon yöntemi	Nem	4.41±0.34 ^a	3.58±0.35 ^b		
	aw	0.37±0.25 ^a	0.30±0.08 ^b		
Kapsülasyon yöntemi	Nem	Koaservasyon	Püskürterek kurutma	Dondurarak kurutma	
	aw	5.40±0.22 ^a	4.08±0.15 ^b	2.50±0.50 ^c	
Depolama Süresi	Nem	60.gün	30. gün	15. gün	0. gün
	aw	5.11±0.29 ^a	4.36±0.40 ^b	3.66±0.53 ^c	2.86±0.58 ^d
Depolama Süresi	Nem	0.35±0.12 ^a	0.28±0.35	0.26±0.03	
	aw	0.35±0.12 ^a	0.34±0.08 ^a	0.28±0.11 ^b	0.12±0.04 ^b

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Karpuz aroması ile elde edilen mikrokapsüllerin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak nem miktarı ve aw değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.74’de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde nem miktarı değerleri üzerine tüm bağımsız değişkenlerin ve bu değişkenlerin interaksiyonlarının $p<0.01$ düzeyinde etkisinin olduğu görülmekte iken; kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı, depolama süresi, kapsülasyon yöntemi x depolama sıcaklığı interaksiyonunun aw değeri üzerine $p<0.01$ düzeyinde, kapsülasyon yöntemi x depolama sıcaklığı x depolama süresi interaksiyonunun ise $p<0.05$ düzeyinde etkisinin olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.74. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin nem ve su aktivitesi değerleri ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	Nem içeriği			aw		
	SD	KO	F	SD	KO	F
K	2	26	842**	2	0.00	6.67**
S	1	5	170**	1	0.00	9.29**
D	3	23	737**	3	0.16	169.09**
K x S	2	1	24**	2	0.01	12.47**
K x D	6	2	61**	6	0.00	1.23
S x D	3	3	30**	3	0.00	2.40
K x S x D	6	2	5**	6	0.0	3.31*
Hata	23			23		

(*) $p<0.05$, seviyesinde farklılık ifade eder. (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. (*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Karpuz aroması ile elde edilen mikrokapsüllerinin nem ve aw değerlerine ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları Çizelge 75’de verilmiştir. 4 ve 25 °C’de depolanan örneklerinin nem değerleri sırasıyla %3.60 ve 4.28; aw değerleri ise 0.16 ve 0.18 olarak belirlenmiştir. Koaservasyon, püskürterek kurutma ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen karpuz aroması mikrokapsüllerinin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak nem değerleri sırasıyla %4.95, 4.40 ve 2.88; aw değerleri ise sırasıyla 0.19, 0.17 ve 0.15 olarak bulunmuştur. Depolama başlangıcında %2.36 olarak belirlenen nem değerleri depolama sonunda %5.62 olarak belirlenmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde karpuz aroması ile elde edilen mikrokapsüllerin nem ve aw değerlerinin çilek aroması ile elde edilen mikrokapsüllerin nem ve aw

değerlerinin sonuçlarının benzer olduğu, kapsülasyon yöntemi ve depolamaya bağlı olarak her iki değerin istatistiksel olarak farklılık gösterdiği gözlenmiştir.

Çizelge 4.75. Karpuz aroması mikrokapsüllerinin nem miktarı (%) ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Depolama		25°C	4°C		
Sıcaklığı	Nem	4.28±0.34 ^a	3.60±0.37 ^b		
	aw	0.18±0.02	0.16±0.02		
Kapsülasyon yöntemi		Koaservasyon	Püskürterek kurutma	Dondurarak kurutma	
	Nem	4.95±0.30 ^a	4.40±0.19 ^{a,b}	2.48±0.50 ^b	
	aw	0.19±0.04 ^a	0.17±0.03 ^{a,b}	0.15±0.03 ^b	
Depolama Süresi		60.gün	30. gün	15. gün	0. gün
	Nem	5.62±0.18 ^a	4.41±0.26 ^b	3.38±0.46 ^c	2.36±0.48 ^d
	aw	0.29±0.15 ^a	0.23±0.01 ^a	0.13±0.02 ^b	0.02±0.0 ^c

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

Muz aroması ile elde edilen mikrokapsüllerin depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak nem ve aw değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.76’da verilmiştir. Çizelge incelendiğinde nem değeri üzerine kapsülasyon yöntemi, depolama sıcaklığı, kapsülasyon yöntemi x depolama sıcaklığı interaksiyonlarının $p<0.01$ düzeyinde, depolama süresi, kapsülasyon yöntemi x depolama süresi, depolama sıcaklığı x depolama süresi interaksiyonlarının ise $p<0.05$ düzeyinde etkisinin olduğu görülmektedir. Varyasyon kaynaklarının aw değerleri üzerine etkisi incelendiğinde ise depolama sıcaklığı ve depolama süresinin $p<0.01$ düzeyinde, kapsülasyon yöntemi x depolama süresi, depolama sıcaklığı x depolama süresi interaksiyonlarının ise $p<0.05$ düzeyinde etkisinin olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.76. Muz aroması mikrokapsüllerinin nem ve su aktivitesi değerleri ortalamalarına ait varyans analiz testi sonuçları

Varyasyon kaynakları	Nem içeriği			aw		
	SD	KO	F	SD	KO	F
K	2	12	74**	2	0.00	2.20
S	1	6	39**	1	0.00	12.15**
D	3	36	225*	3	0.22	287.88**
K x S	2	1	39**	2	0.01	0.62
K x D	6	1	3*	6	0.00	2.60*
S x D	3	1	4*	3	0.00	3.15*
K x S x D	6	1	1	6	0.00	1.39
Hata	23			23	0.00	

(*) $p<0.05$, seviyesinde farklılık ifade eder. (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. (*), $p<0.05$ seviyesinde; (**) $p<0.01$, seviyesinde farklılık ifade eder. Kapsülasyon Yöntemi (K), Depolama Sıcaklığı (S), Depolama Süresi (D)

Çizelge 4.77’de farklı yöntemlerle elde edilen ve farklı sıcaklıklarda depolanan muz aroması kapsüllerinin nem ve aw değerleri ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma Testi sonuçları verilmiştir. Depolama sıcaklığına ve süresine bağlı olarak bağlı olarak muz aroması ile elde edilen mikrokapsüllerinin nem ve aw değerlerinin istatistiksel açıdan değiştiği, en yüksek (%4.24) nem miktarı değeri koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerde belirlenirken, en düşük (%2.60) nem içeriği değeri ise dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerde belirlenmiştir.

Çizelge 4.77. Muz aroması mikrokapsüllerinin nem içeriği (%) ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Depolama Sıcaklığı		25°C	4°C		
Nem	aw	4.05±0.38 ^a	3.32±0.35 ^b		
		0.20±0.02 ^a	0.18±0.02 ^b		
Kapsülasyon yöntemi		Koaservasyon	Püskürterek kurutma	Dondurarak kurutma	
Nem	aw	4.27±0.40 ^a	4.10±0.37 ^a	2.60±0.48 ^b	
		0.20±0.01	0.19±0.02	0.19±0.03	
Depolama Süresi		60.gün	30. gün	15. gün	0. gün
Nem	aw	5.51±0.22 ^a	4.59±0.27 ^b	3.11±0.36 ^c	1.53±0.26 ^d
		0.35±0.12 ^a	0.25±0.01 ^b	0.12±0.02 ^c	0.05±0.01 ^d

Aynı satırdaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu gösterir.

5. SONUÇLAR

Gıda endüstrisinde farklı ürün gruplarında yaygın olarak kullanılan aromaların farklı enkapsülasyon yöntemleri ile enkapsüle edilerek, elde edilen ürünün proses ve depolama stabilitesinin araştırıldığı tez kapsamında muz, çilek ve karpuz aromaları püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, koaservasyon ve aljinat kürecikleri yöntemleri ile enkapsüle edilmiş, her bir enkapsülasyon metodu için optimum şartlar belirlenmiştir. Optimum şartlarda üretilen ürünler farklı sıcaklıklarda (4 ve 25 °C) 60 gün süre ile depolanarak ürünlerin aroma stabilitesi araştırılmıştır. Ayrıca elde edilen aroma mikrokapsüllerinin beğeni durumlarının belirlenmesi amacı ile örnekler çikolata ve keke işlenerek duyu analizi gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir.

- Çilek aromasının enkapsülasyonunda, püskürterek kurutma işlemi kurutma giriş havası sıcaklığı ile kullanılan taşıyıcıların (MD, MN, AG, CL ve β -SD) çeşidi ve oranı açısından optimize edilmiş, optimizasyonda cevap olarak toz çilek mikrokapsüllerinden minimum aroma salınımı, mikrokapsüllerin suda çözündürülmesi sonrası maksimum aroma kazanımı, maksimum kurutma verimliliği ve maksimum çözünürlük değerlerine göre optimize edilmiştir. Yapılan optimizasyon sonucunda en uygun taşıyıcı materyal kompozisyonu; %16.12 modifiye nişasta, %9.76 arabik gam, %4.12 çözünür lif ve %1 β -siklodekstrin olarak belirlenmiş, kurutma havası giriş sıcaklığının da 190 °C olması gerektiği görülmüştür.
- Deneme desenine göre elde edilen ürünlerin verimlilik değerleri sonuçları, 4'ü hariç diğer tüm deneme desenlerine göre üretilen çilek aroması mikrokapsüllerinin verimlilik değerlerinin %50'nin üzerinde olduğunu, karışım içerisindeki MD oranının artmasıyla kurutma verimi değerlerinin arttığını, MN'nin ise ayrı ayrı olmak üzere AG ve CL ile kullanıldıkları karışımlarda daha yüksek kurutma verimi değerlerine ulaşıldığını göstermiştir.
- Optimizasyon çalışmaları, püskürterek kurutma işleminde yüksek sıcaklıklarda daha kısa sürede bir kurutma işlemine bağlı olarak aroma bileşenlerinin daha iyi korunabildiğini göstermiştir.
- Karışımda MD içeren çilek aroma mikrokapsüllerinde aromanın en iyi şekilde kazanımının sağlandığı, en düşük aroma kazanımı değerinin ise AG içeren formülasyon kullanılarak elde edildiği görülmüştür. Benzer şekilde karışımda AG miktarının artması, çilek mikrokapsüllerindeki aroma salınımını arttırmış olup, MD'nin AG ve MN ile ayrı ayrı birlikte kullanılması yani interaksyonu durumunda AG ve MN oranının artması ile birlikte aroma salınımının arttığı belirlenmiştir.
- Hemen hemen tüm deneme desenlerine göre elde edilen çilek aroması mikrokapsüllerinin sudaki çözünürlükleri %90'ın üzerinde olmuştur. Karışımda MD'nin MN ile interaksyonunda MN oranının artması ile çözünürlüğün kısmen azaldığı, MD'nin AG ile interaksyonunda sıcaklığın azalması ile çözünürlük

oranının kısmen arttığı, MD'nin CL ile interaksiyonunda ise sıcaklığın artması ile çözünürlük oranının arttığı görülmüştür.

- Daha çok mikroorganizmaların immobilizasyonunda kullanılan aljinat kürecikleri yönteminin de aroma enkapsülasyonunda kullanılabileceği, aroma kapsülasyonunda oluşturulan aljinat çözeltisinin vizkozitesinin kısıtlayıcı bir parametre olduğu, çok düşük ve çok yüksek konsantrasyonlarda aljinat çözeltisinin damlacık yapısını oluşturamayarak kuyruklu uzayan bir yapıyla kapsülasyonun gerçekleşemediği belirlenmiştir.
- Muz aromasının aljinat kürecikleri yöntemi ile enkapsülasyonunun optimum şartları; %1.32 aljinat konsantrasyonu, %1.0 kalsiyum konsantrasyonu, 100 mL/dk damlama hızı, 4.4 cm damlama yüksekliği, 650 d/dk kalsiyum çözeltisinin karıştırma hızı ve yatay damlama yönü olarak belirlenmiştir.
- Optimizasyon çalışması sonucunda aljinat konsantrasyonunun artırılıp, kalsiyum konsantrasyonu ve/veya damlama yüksekliğinin azalmasıyla aroma bileşenlerinin kazanımının da arttığı, ayrıca kalsiyum çözeltisinin karıştırma hızının artırılması durumunda, aljinat küreciklerinin damlama yüksekliğinin azaltılması ile de aroma bileşenlerinin kazanımının arttığı belirlenmiştir. Bağımsız değişkenlerin toplam aroma üzerindeki benzer etkisi muz aromasının aktif bileşenlerinden olan “izoamil asetat” için de gözlenmiştir.
- Sabit kalsiyum konsantrasyonunda aljinat konsantrasyonunun artması ile damlacıkların küreselliğinin bozulduğu, benzer şekilde aljinat konsantrasyonunun ve damlama hızının da artması ile damlacıkların küresellikten uzaklaşarak damlacıklarda kuyruk oluşumunun gerçekleştiği görülmüştür. Damlama hızı ve yüksekliğinin artması ile ise kapsüllerin şeklinin mükemmel küreselliğe yaklaştığı belirlenmiştir. Optimum noktada üretilen muz aroma mikrokapsüllerinin mükemmel küreselliğe oldukça yakın olduğu, küresellik değeri ve şekil faktörü değerlerinin sırası ile 1.01 ve 0.03 olduğu görülmüştür.
- Koaservasyon yöntemi ile karpuz aroması enkapsülasyonunun en uygun şartları olarak polimer konsantrasyonu oranı %5, enzim konsantrasyonu 20 UA ve işlem süresi 24 saat olarak belirlenmiştir.
- Aroma kazanımı açısından bağlayıcı olarak kullanılan enzim konsantrasyonunun artması ile aroma bileşenlerinin kazanımının arttığı gözlenmiş, benzer şekilde polimer oranının süreyle interaksiyonunda ise polimer oranının artmasının aroma bileşenlerinin kazanımı üzerine pozitif etki gösterdiği belirlenmiştir. Kazanımın maksimum olduğu şartlara benzer şekilde salınımın da enzim miktarı ve polimer konsantrasyonunun artmasına bağlı olarak arttığı görülmüştür.
- Optimum şartlarda üretilen aroma kapsüllerinin SEM görüntüleri incelendiğinde püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin genel olarak küresel, pürüzsüz ve homojen yapıda olduğu, dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin yapısının püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerden oldukça farklı, süngerimsi ve

gözenekli bir yapıda olduğu görülmüştür. Tez kapsamında üretilen aljinat kürecikleri aroma kapsüllerinin küresel, pürüzsüz olduğu ancak hem sıcak hava hem de dondurarak kurutma yöntemi ile kurutulan aljinat kürecikleri genel olarak küresel olmakla birlikte dondurarak kurutulan kapsüllerin yüzeyinin süngerimsi, sıcak hava ile kurutulan aljinat küreciklerinin yapısının ise daha pürüzsüz olduğu görülmüştür.

- Her bir enkapsülasyon yönteminin optimum şartlarında üretilen aroma kapsüllerinin T_g değerleri DCS yöntemi ile hesaplanmış olup, püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin T_g değerleri 132.53-163.69 °C arasında, aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen kapsüllerin 64.66-80.16 °C arasında, koaservasyon yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin 115.81-123.11 °C arasında ve dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilen mikrokapsüllerin ise 172.04-180.21 °C arasında olduğu belirlenmiştir.
- Farklı enkapsülasyon yöntemleri ile elde edilen aroma kapsülleri ve sıvı formdaki aromalar kullanılarak çikolata ve kek üretimi gerçekleştirilerek ürünlerin kullanıldıkları gıdaların işlenmesi sırasındaki stabilite tahmin edilmeye çalışılmış, ayrıca duyuusal beğeni durumları ortaya koyulmuştur. Bu bağlamda çilek, muz ve karpuz mikrokapsülleriyle üretilen çikolata ve kek örneklerinde aromalar ticari formdaki sıvı aromalarla üretilenlerden daha fazla hissedilmiştir. Çikolata örneklerinde en fazla beğenilen püskürterek kurutma ve aljinat kürecikleri yöntemleriyle elde edilen aromalardan üretilen ürünler olurken, kek örneklerinde ise genel olarak püskürterek ve dondurarak kurutma yöntemleriyle elde edilen aroma kapsüllerinden üretilen ürünler olmuştur.
- Depolama stabilitesi çalışmaları, ticari formdaki çilek, muz ve karpuz aromalarının depolama süresinin ilk 30 günü içerisinde aroma bileşenlerinin toplam alanının en az %80 oranında azaldığını, 60 gün sonunda ise bu azalmanın >95 oranında gerçekleştiğini göstermiştir.
- Enkapsülasyon işleminin aroma salınımını önemli düzeyde azalttığı görülmüş olup, her bir aromanın depolama stabilite karakteristiğinin birbirinden farklı olduğu görülmüştür. Ayrıca tüm enkapsülasyon yöntemleriyle elde edilen kapsüllerden aroma kaybı oda sıcaklığında depolamada daha fazla meydana gelmiştir.
- Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin 4 °C'deki depolanması sırasında depolama başlangıcına göre depolamanın 30. ve 60. günlerinde aroma kaybı oranları sırasıyla %37 ve 48 olarak belirlenmiş olup, bu oranlar 25 °C'de depolanan örneklerde sırasıyla %46 ve 72 olarak belirlenmiştir. 4 °C'de depolanan örneklerde 60 günde gerçekleşen kaybın, 25 °C'de depolanan örneklerde depolamanın 30. gününde gerçekleştiği görülmüştür. Püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen muz ve karpuz aroma mikrokapsüllerinin 4 °C'de depolama süresi sonunda aroma kaybı oranları sırasıyla %57 ve 56 olarak belirlenirken, 25 °C'de depolanan örneklerde bu oran %69 ve 71 olarak belirlenmiştir.

- Aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin 4 °C'deki depolanması sırasında depolama başlangıcına göre depolamanın 30. ve 60. günlerinde aroma kaybı oranları sırasıyla %35 ve 56 olarak belirlenmiş olup, bu oranlar 25 °C'de depolanan örneklerde sırasıyla %49 ve 70 olarak belirlenmiştir. Aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen muz ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin 4 °C'de depolama süresi sonunda aroma kaybı oranları sırasıyla %81 ve 65 olarak belirlenirken, 25 °C'de depolanan örneklerde bu oran %85 ve 70 olarak belirlenmiştir.
- Koaservasyon yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin 4 °C'deki depolanması sırasında depolama başlangıcına göre depolamanın 30. ve 60. günlerinde aroma kaybı oranları sırasıyla %39 ve 59 olarak belirlenmiş olup, bu oranlar 25 °C'de depolanan örneklerde sırasıyla %52 ve 66 olarak belirlenmiştir. Koaservasyon yöntemiyle elde edilen muz ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin 4 °C'deki depolama süresi sonunda aroma kaybı eşit oranda (%48) gerçekleşirken, 25 °C'de depolanan örneklerde bu oran %61 ve 70 olarak gerçekleşmiştir.
- Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen çilek mikrokapsüllerinin 4 °C'deki depolanması sırasında depolama başlangıcına göre depolamanın 30. ve 60. günlerinde aroma kaybı oranları eşit ve %75 olarak belirlenmiş olup, bu oranlar 25 °C'de depolanan örneklerde sırasıyla %76 ve 85 olarak belirlenmiştir. Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen muz ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin 4 °C'de depolama süresi sonunda aroma kaybı oranları sırasıyla %42 ve 55 olarak belirlenirken, 25 °C'de depolanan örneklerde bu oran %49 ve 70 olarak belirlenmiştir.
- Püskürterek kurutma, dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemlerinin optimum şartlarında elde edilen çilek, muz ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin parçacık boyutunun depolama süresinin artmasıyla nem absorpsiyonuna bağlı olarak arttığı, bu artışın yüksek sıcaklıktaki depolama koşullarında daha fazla olduğu sonucuna ulaşılmıştır.
- Püskürterek kurutma, dondurarak kurutma ve koaservasyon yöntemlerinin optimum şartlarında elde edilen çilek, muz ve karpuz aroması mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin depolama süresinin artmasıyla azaldığı görülmüştür.
- Tez sonuçları püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, aljinat kürecikleri ve koaservasyon yöntemleri kullanılarak aroma maddelerinin başarılı bir şekilde enkapsüle edilebileceğini göstermiş, ancak bundan sonraki çalışmalarda kapsüllerin depolama kararlılıklarını arttırmak için salınının daha fazla azaltılabileceği ambalaj materyallerine üzerine yoğunlaştırılması gerektiğini göstermiştir.
- Bundan sonraki çalışmalarda aljinat kürecikleri yöntemiyle elde edilen aroma kapsüllerinin stabilitesinin artırılması için son işlem olarak farklı kurutma şartlarının optimize edilmesi gerektiği sonucuna ulaşılmıştır.

6. KAYNAKLAR

- Abonyi, B., Feng, H., Tang, J., Edwards, C., Chew, B., Mattinson, D. and Fellman, J. 2002. Quality retention in strawberry and carrot purees dried with refractance window system. *J. Food Sci.*, 67(3): 1051-1056.
- Aguiló-Aguayo, I., Montero-Calderón, M., Soliva-Fortuny, R. and Martín-Belloso, O. 2010. Changes on flavor compounds throughout cold storage of watermelon juice processed by high-intensity pulsed electric fields or heat. *J. Food Eng.*, 100(1): 43-49.
- Al-Hajry, H.A., Al-Maskry, S.A., Al-Kharousi, L.M., El-Mardi, O., Shayya, W.H. and Goosen, M.F. 1999. Electrostatic encapsulation and growth of plant cell cultures in alginate. *Biotechnol. Prog.*, 15(4): 768-774.
- Altuğ, T. 2006. Gıda Katkı Maddeleri. Ege Üni. Mühendislik Fak. İzmir. 276 s.
- Anonim, 2019. www.tarim.gov.tr
- Anonymous 2019a: Flavors and Fragrances Market Size, Share & Trends Analysis Report By Product (Natural, Aroma), By Application (Flavors, Fragrances), By Region, and Segment Forecasts, 2019 – 2025. <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/flavors-fragrances-market> [Son erişim tarihi: 25.05.2019].
- Anonymous 2019b: International Organization for Standardization, ISO 9235:2013/Cor 1:2014. <https://www.iso.org/standard/66365.html> (Son erişim tarihi:30.06.2019).
- Asbahani, A.E., Miladi, K., Badri, W., Sala, M., Addi, E.H.A., Casabianca, H., Mousadik, A.E., Hartmann, D., Jilale, A., Renaud, F.N.R., vd. 2015. Essential oils: From extraction to encapsulation. *Int. J. Pharm.*, 483(1): 220-243.
- Bail, S., Krist, S., Masters, E., Unterweger, H. and Buchbauer, G. 2009. Volatile compounds of shea butter samples made under different production conditions in western, central and eastern Africa. *J of Food Compos and Anal*, 22: 738-744.
- Barbarosa-Canovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P and Yan, H. 2005. Food powders: Physical Properties, Processing and Functionality. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
- Barbosa-Canovas, G. and Vega-Mercado, H. 1996. Dehydration of Foods. Chapman and Hall, ss:330, USA.
- Barry, C.S. and Giovannoni, J.J. 2007. Etilene and fruit ripening. *J. Plant Growth Regul.*, 26(2): 143.
- Bayrak, A. 2006. Gıda aromaları. Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Gıda Mühendisliği, 229 s.
- Belščak-Cvitanović, A., Stojanović, R., Manojlović, V., Komes, D., Cindrić, I.J., Nedović, V. and Bugarski, B., 2011. Encapsulation of polyphenolic antioxidants from medicinal plant extracts in alginate–chitosan system enhanced with ascorbic acid by electrostatic extrusion. *Food Res Int*, 44: 1094-1101.

- Bermejo-Prada, A., Vega, E., Perez-Mateos, M. and Otero, L. 2014. Effect of hyperbaric storage at room temperature on the volatile profile of strawberry juice. *LWT* , 23: 441-449.
- Bertolini, A., Siani, A. and Grosso, C. 2001. Stability of monoterpenes encapsulated in gum arabic by spray-drying. *J. Agric. Food Chem.*, 49(2): 780-785.
- Bhandari., B.R. and Howes, T. 1999. Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods, *Int J Food Eng*, 40: 71-79.
- Bogacz-Radomska, L. 2008. Aroma production and application in food products ludmiła bogacz-radomska, jerzy jan pietkiewicz, katarzyna górska.
- Boss, E.A., Filho, R.M. and Toledo, E.C.V. 2004. Freze drying process: real time model and optimization. *Chemical Engineering and Processing*, 43: 1475-1485.
- Bou R., Cofrades S. and Jimenez-Colmenero F. 2014. Physicochemical properties and riboflavin encapsulation in double emulsions with different lipid sources. *Food Science and Technology*, 59 :621-628.
- Bouzayen, M., Latché, A., Nath, P. and Pech, J. 2010. Mechanism of fruit ripening. In: (Ed.), *Plant developmental biology-biotechnological perspectives*. Springer, pp. 319-339.
- Brooks, R. 1965. Spray drying of flavoring materials. *Birmingham University of Chemical Engineering*, 16(1): 11-16.
- Bruijn J. and Bórquez R. 2014. Quality retention in strawberries dried by emerging dehydration methods. *Food Research International*, 63, 42–48.
- Buldur, P.M. 2012. Gıda aromalarının koaservasyon yöntemi ile enkapsüle edilmesi. *Fen Bilimleri Enstitüsü*, s.
- Buthe, A., Hartmeier, W. and Ansorge-Schumacher, M. 2004. Novel solvent-based method for preparation of alginate beads with improved roundness and predictable size. *J. Microencaps.*, 21(8): 865-876.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, A.M. and Cal-Vidal, J. 2005. Effect of carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6: 420-428.
- Chan, E., Yim, Z., Phan, S., Mansa, R.F. and Mansa, P. 2010. Encapsulation of herbal aqueous extract through absorption with ca-alginate hydrogel beads. *Food and Bioproducts Processing*, 88: 195-201.
- Chan, E.-S. 2011. Preparation of ca-alginate beads containing high oil content: Influence of process variables on encapsulation efficiency and bead properties. *Carbohydr. Polym.*, 84(4): 1267-1275.
- Chang, C.P. and Dobashi, T. 2003. Preparation of alginate complex capsules containing eucalyptus essential oil and its controlled release. *Colloids Surf. B. Biointerfaces*, 32(3): 257-262.
- Charve, J. and Reineccius, G.A. 2009. Encapsulation performance of proteins and traditional materials for spray dried flavors. *J. Agric. Food Chem.*, 57(6): 2486-2492.

- Chávez-Rodriguez, A.M., Pérez-Martínez, J.D., Ibarra-Junquera, V., Escalante-Minakata, P., Velazquez-Mendoza, C.I., Dııldox-Alvarado, E. and Ornelas-Paz, J.J. 2013. Microencapsulation of banana juice from three different cultivars. *International Journal of Food Engineering*, 9(1): 9-16.
- Chen, J. and Engelen, L. 2012. Food oral processing: Fundamentals of eating and sensory perception. John Wiley & Sons, 391 s.
- Chen, J. and Engelen, L. 2012. Food oral processing: Fundamentals of eating and sensory perception. John Wiley & Sons, 391 s.
- Chen, Q., Huang, H., Wang, J., Hu, K. and Zeng, L. 2010. Optimization of spray drying technology in processing banana powder. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering*, 26(8): 331-337.
- Cohen, J. S. and Yang, T.C. S. 1995. Progress in food dehydration. *Trends in Food Science and Technology*, 6: 20-25.
- Comunian, T.A., Thomazini, M., Alves, A.J.G., De Matos Junior, F.E., De Carvalho Balieiro, J.C. and Favaro-Trindade, C.S. 2013. Microencapsulation of ascorbic acid by complex coacervation: Protection and controlled release. *Food Res. Int.*, 52(1): 373-379.
- Çakmakçı, S. ve Çelik, İ. 1994. Gıda Katkı Maddeleri. Atatürk Üni. Ziraat Fak. Erzurum, 249 s.
- De Conto, L.C., Grosso, C.R.F. and Gonçalves, L.a.G. 2013. Chemometry as applied to the production of omega-3 microcapsules by complex coacervation with soy protein isolate and gum arabic. *LWT-Food Science and Technology*, 53(1): 218-224.
- De Roos, K.B. 2003. Effect of texture and microstructure on flavour retention and release. *Int. Dairy J.*, 13(8): 593-605.
- De Souza, V.B., Thomazini, M., Barrientos, M.a.E., Nalin, C.M., Ferro-Furtado, R., Genovese, M.I. and Favaro-Trindade, C.S. 2018. Functional properties and encapsulation of a proanthocyanidin-rich cinnamon extract (*cinnamomum zeylanicum*) by complex coacervation using gelatin and different polysaccharides. *Food Hydrocolloids*, 77: 297-306.
- Defilippi, B.G., Manríquez, D., Luengwilai, K. and González-Agüero, M. 2009. Aroma volatiles: Biosynthesis and mechanisms of modulation during fruit ripening. *Adv. Bot. Res.*, 50: 1-37.
- Deladino, L., Anbinder, P.S., Navarro, A.S. and Martino, M.N. 2008. Encapsulation of natural antioxidants extracted from *ilex paraguariensis*. *Carbohydr. Polym.*, 71(1): 126-134.
- Desai, K. G. H. and Park, H. J. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23: 1361–1394.
- Dima, C., Cotârlet, M., Alexe, P. and Dima, S. 2014. Microencapsulation of essential oil of pimento [*Pimenta dioica* (L) Merr.] by chitosan/k-carrageenan complex coacervation method. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 22:203–211.

- Dias, M.I., Ferreira, I.C. and Barreiro, M.F. 2015. Microencapsulation of bioactives for food applications. *Food & function*, 6(4): 1035-1052.
- Dong, Z.-J., Xia, S.-Q., Hua, S., Hayat, K., Zhang, X.-M. and Xu, S.-Y. 2008. Optimization of cross-linking parameters during production of transglutaminase-hardened spherical multinuclear microcapsules by complex coacervation. *Colloids Surf. B. Biointerfaces*, 63(1): 41-47.
- Dorđević, V., Balanč, B., Belščak-Cvitanović, A., Lević, S., Trifković, K., Kalušević, A., Kostić, I., Komes, D., Bugarski, B. and Nedović, V. 2015. Trends in encapsulation technologies for delivery of food bioactive compounds. *Food Engineering Reviews*, 7(4): 452-490
- Dronen, D.M. 2004. Characterization of volatile loss from dry food polymer materials. Ph. D. Thesis, Faculty of the Graduate School University of Minnesota, USA.
- Fethiye, G. and Kebapçı, K. 2013. Gül kokusu İçeren mikrokapsüller. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 17(2): 32-35.
- Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M.E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.N. and Dumoulin, E. 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 75: 27-35.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Beney, L., Chambin, O., Voilley, A. and Saurel, R. 2012. Properties of spray-dried food flavours microencapsulated with two-layered membranes: Roles of interfacial interactions and water. *Food Chem.*, 132(4): 1713-1720.
- Gibbs, B., Kermasha, S., Alli, I. and Mulligan, C. 1999. Review: Encapsulation in the food industry. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 50: 213-224.
- Gibson, M. and Newsham, P. 2018. Chapter 3 - taste, flavor and aroma. In: Gibson, M. and Newsham, P. (Ed.), Food science and the culinary arts. Academic Press, pp. 35-52.
- Gonçalves, B., Oliveira, I., Bacelar, E., Morais, M.C., Aires, A., Cosme, F., Ventura-Cardoso, J., Anjos, R. and Pinto, T. 2018. Aromas and flavours of fruits. In: (Ed.), Generation of aromas and flavours. IntechOpen, pp.
- Göde, F. ve Kebapçı, K. 2013. Gül kokusu içeren mikrokapsüller. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 17(2): 32-35.
- Guler, Z., Candir, E., Yetisir, H., Karaca, F. and Solmaz, I. 2014. Volatile organic compounds in watermelon (citrullus lanatus) grafted onto 21 local and two commercial bottle gourd (lagenaria siceraria) rootstocks. *The Journal of Horticultural Science and Biotechnology*, 89(4): 448-452.
- Izidoro, D.R., Sierakowski, M., Haminiuk, C.W.I., Souza, C.F. and Scheer, A.P. 2011. Physical and chemical properties of ultrasonically, spray-dried green banana (Musa cavendish) starch. *Journal of Food Engineering*, 104: 639-648.
- Jafari, S.M., Assadpoor, E., He, Y. and Bhandari, B. 2008. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technol.*, 26(7): 816-835.

- Jafari, S.M., Ghaleñoi, M.G. and Dehnad, D. 2017. Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technol.*, 311: 59-65.
- Jimenez, M., Garcia, H.S, Beristain, C.I. 2004. Spray-drying microencapsulation and oxidative stability of conjugated linoleic acid, *European Food Research and Technology*, 219: 588-592.
- Jun-Xia, X., Hai-Yan, Y. and Jian, Y. 2011. Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum arabic. *Food Chem*, 125: 1267-1272.
- Kandemir, S. and Bayar Muluk, N. 2016. Koku fizyolojisi ve koku testleri: Derleme. 48 s.
- Karaoglu, M., Kotancılar, H. and Çelik, İ. 1998. Modifiye nişasta eldesi ve fırın ürünlerinde kullanımı. *Atatürk Üniversitesi Dergisi*, 29(2): 359-368.
- Kargel, B. C. W. 2000. Effect of polymeric phase transitions on the controlled release and oxidative stability of flavor model systems encapsulated in traditional carbohydrate carriers. Ph.D. Thesis, Faculty of the Graduate School, University of Minnesota, USA.
- Kaushik, V. and Roos, Y.H. 2007. Limonen encapsulation in freeze-drying of gum arabic-sucrose-gelatin systems. *LWT - Food Science and Technology*, 40(8): 1381-1391.
- Krasaekoopt, W., Bhandari, B. and Deeth, H. 2003. Evaluation of encapsulation techniques of probiotics for yoghurt. *Int. Dairy J.*, 13(1): 3-13.
- Krishnan, S., Bhosale, R. and Singhal, R.S. 2005. Microencapsulation of cardamom oleoresin: evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials, *Carbohydrate Polymers*, 61: 95-102.
- Leclercq, S. 2008. Stability and release of model aroma compounds.
- Leclercq, S., Harlander, K.R. and Reineccius, G.A. 2009. Formation and characterization of microcapsules by complex coacervation with liquid or solid aroma cores. *Flavour Fragrance J.*, 24(1): 17-24.
- Lee, B.B., Ravindra, P. and Chan, E.S. 2013. Size and shape of calcium alginate beads produced by extrusion dripping. *Chemical Engineering & Technology*, 36(10): 1627-1642.
- Lević, S., Lijaković, I.P., Đorđević, V., Rac, V., Rakić, V., Knudsen, T.Š., Pavlović, V., Bugarski, B. and Nedović, V. 2015. Characterization of sodium alginate/d-limonen emulsions and respective calcium alginate/d-limonen beads produced by electrostatic extrusion. *Food Hydrocolloids*, 45: 111-123.
- Levic, S., Rac, V., Manojlovi, V., Raki, V., Bugarski, B., Flock, T., Krzyczmonik, K.E. and Nedovi, V. 2011. Limonen encapsulation in alginate/poly (vinyl alkohol). *Procedia Food Science*, 1: 1816-1820.
- Li, J., Kim, S.Y., Chen, X. and Park, H.J. 2016. Calcium-alginate beads loaded with gallic acid: Preparation and characterization. *LWT-Food Science and Technology*, 68: 667-673.

- Liu, Y., He, C. and Song, H. 2018. Comparison of fresh watermelon juice aroma characteristics of five varieties based on gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry. *Food Res. Int.*, 107: 119-129.
- Lopes, D.B., Speranza, P. and Macedo, G.A. 2016. A new approach for flavor and aroma encapsulation. In: (Ed.), *Novel approaches of nanotechnology in food*. Elsevier, pp. 623-661.
- Lupo, B., Maestro, A., Gutiérrez, J.M. and González, C. 2015. Characterization of alginate beads with encapsulated cocoa extract to prepare functional food: Comparison of two gelation mechanisms. *Food Hydrocolloids*, 49: 25-34.
- Ly, Y., Yang, F., Li, X., Zhang, X. and Abbas, S. 2014. Formation of heat-resistant nanocapsules of jasmine essential oil via gelatin/gum arabic based complex coacervation. *Food Hydrocolloids*, 35:305-314.
- Mahdavi, S.A., Jafari, S.M., Assadpoor, E. and Dehnad, D. 2016. Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum arabic and gelatin. *Int. J. Biol. Macromol.*, 85: 379-385.
- Malone, M.E., Appelqvist, I.A., Goff, T.C., Homan, J.E. and Wilkins, J.P. 2000. A novel approach to the selective control of lipophilic flavor release in low fat foods. *ACS Symposium Series*, ss. 212-229,
- Manjanna, K., Shivakumar, B. and Kumar, T.P. 2010. Microencapsulation: An acclaimed novel drug-delivery system for nsaid in arthritis. *Critical Reviews™ in Therapeutic Drug Carrier Systems*, 27(6):
- Manojlovic, V., Rajic, N., Djonlagic, J., Obradovic, B., Nedovic, V. and Bugarski, B. 2008. Application of electrostatic extrusion-flavour encapsulation and controlled release. *Sensors*, 8(3): 1488-1496.
- Menting, L. and Hoogstad, B. 1967. Volatiles retention during the drying of aqueous carbohydrate solutions. *J. Food Sci.*, 32(1): 87-90.
- Mestry, A.P., Mujumdar, A. S. and Thorat, B. N. 2011. Optimization of spray drying of an innovative functional food: fermented mixed juice of carrot and watermelon. *Drying Technology*, 29: 1121–1131.
- Miranda, E.J., Nogueira, R.I., Pontes, S.M. and Rezende, C.M. 2001. Odour-active compounds of banana passa identified by aroma extract dilution analysis. *Flavour Fragrance J.*, 16(4): 281-285.
- Morales, E., Rubilar, M., Burgos-Díaz, C., Acevedo, F., Penning, M. and Shene, C. 2017. Alginate/shellac beads developed by external gelation as a highly efficient model system for oil encapsulation with intestinal delivery. *Food Hydrocolloids*, 70: 321-328.
- Mortazavian, A., Razavi, S.H., Ehsani, M.R. and Sohrabvandi, S. 2007. Principles and methods of microencapsulation of probiotic microorganisms. *Iran. J. Biotechnol.*, 5(1): 1-18.
- Mui, W.W., Durance, T.D. and Scaman, C.H. 2002. Flavor and texture of banana chips dried by combinations of hot air, vacuum, and microwave processing. *J. Agric. Food Chem.*, 50(7): 1883-1889.

- Nakagawa, K. and Nagao, H. 2012. Microencapsulation of oil droplets using freezing-induced gelatin-acacia complex coacervation. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 411:129–139.
- Nori, M.P., Favaro-Trindade, C.S., Alencar, S.M., Thomazini, M., Balieiro, J.C.C. and Castillo, C.J.C. 2011. Microencapsulation of propolis extract by complex coacervation. *Food Science and Technology*, 44:429-435.
- O' Regan, J. and Mulvihill, D.M. 2009. Water soluble inner aqueous phase markers as indicators of the encapsulation properties of water-in-oil-in-water emulsions stabilized with sodium caseinate. *Food Hydrocolloids*, 23: 2339–2345.
- Ohloff, G. 1972. Classification and genesis of food flavours. *Flavour industry*:
- Ortega-Rivas, E., Juliano, P. and Yan, H. 2006. Food powders: Physical properties, processing, and functionality. Springer Science & Business Media, s.
- Özdemir, K.S. 2015. Gıda ve biyoaktif gıda bileşenlerinin kaplanması: Proses ve depolama stabilitesi üzerine etkileri.
- Pauletti, M.S. and Amestoy, P. 1999. Butter microencapsulation as affected by composition of wall material and fat. *Journal of Food Science*, 64: 211-219.
- Pellicer, J.A., Fortea, M.I., Trabal, J., Rodríguez-López, M.I., Carazo-Díaz, C., Gabaldón, J.A. and Núñez-Delicado, E. 2018. Optimization of the microencapsulation of synthetic strawberry flavour with different blends of encapsulating agents using spray drying. *Powder Technol.*, 338: 591-598.
- Pellicer, J.A., Fortea, M.I., Trabal, J., Rodríguez-López, M.I., Gabaldón, J.A. and Núñez-Delicado, E. 2019. Stability of microencapsulated strawberry flavour by spray drying, freeze drying and fluid bed. *Powder Technol.*, 347: 179-185.
- Peng, C., Zhao, S.-Q., Zhang, J., Huang, G.-Y., Chen, L.-Y. and Zhao, F.-Y. 2014. Chemical composition, antimicrobial property and microencapsulation of mustard (*sinapis alba*) seed essential oil by complex coacervation. *Food Chem.*, 165: 560-568.
- Peng, T., Zhang, X., Huang, Y., Zhao, Z., Liao, Q., Xu, J., Huang, Z., Zhang, J., Wu, C.-Y. and Pan, X. 2017. Nanoporous mannitol carrier prepared by non-organic solvent spray drying technique to enhance the aerosolization performance for dry powder inhalation. *Scientific reports*, 7: 46517.
- Povolo, M. and Contarini, G. 2003. Comparison of solid-phase microextraction and purge-and-trap methods for the analysis of the volatile fraction of butter. *Journal of Chromatography*, 985: 117-125.
- Prüsse, U., Bilancetti, L., Bučko, M., Bugarski, B., Bukowski, J., Gemeiner, P., Lewińska, D., Manojlovic, V., Massart, B. and Nastruzzi, C. 2008. Comparison of different technologies for alginate beads production. *Chemical Papers*, 62(4): 364-374.
- Quek, S.Y., Chok, N. K. and Swedlund, P. 2007. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, 46: 386–392.
- Re, M.I. 1998. Microencapsulation by spray drying, *Drying Technology*, 16: 1195-1236.

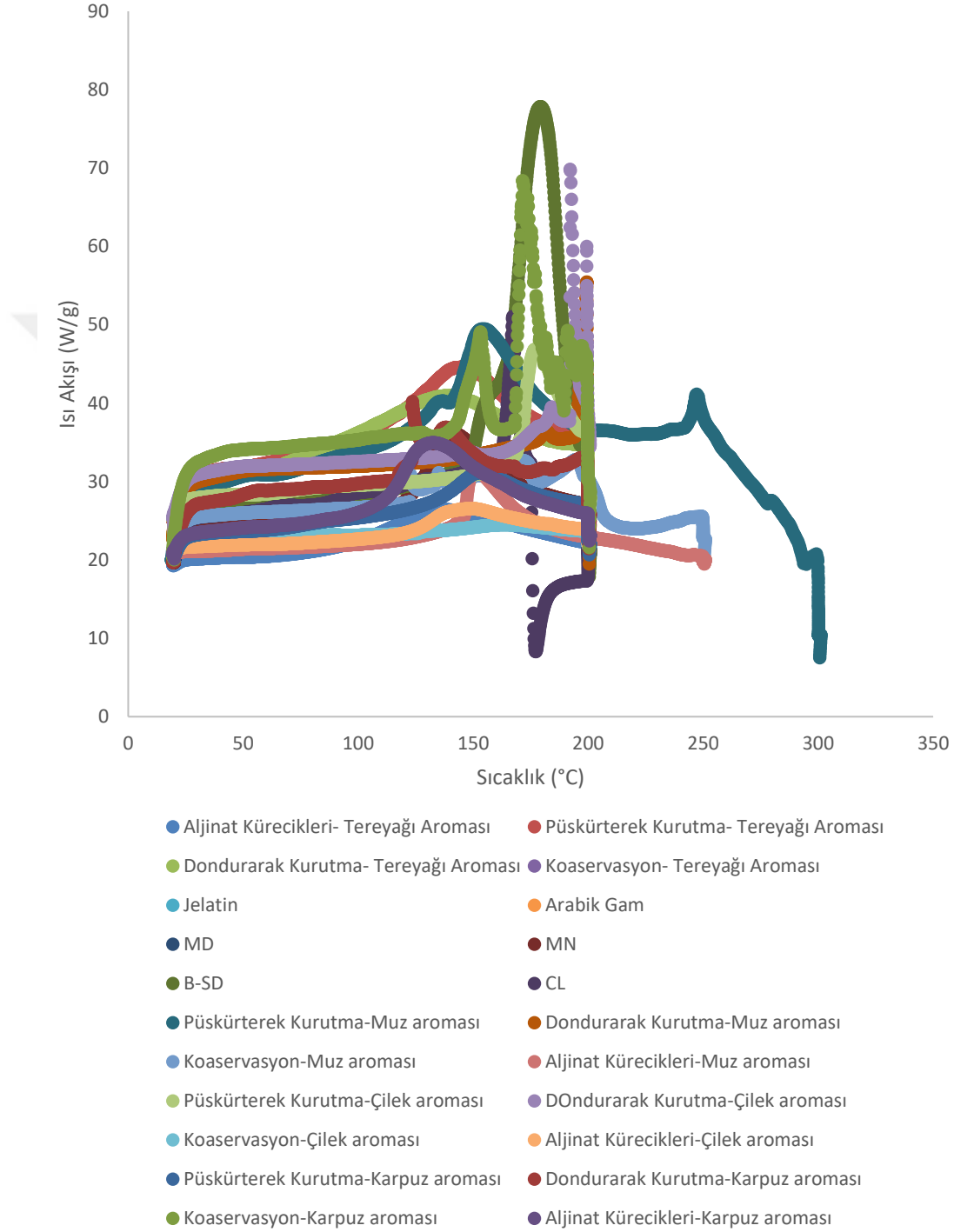
- Reineccius, G.A. 2004. The spray drying of food flavors, *Drying Technology*, 22: 1289-1324.
- Ribeiro, A., Arnaud, P., Frazao, S., Venancios, F. and Chaumeil, J. C. 1997. Development of vegetable extracts by microencapsulation. *J. Microencapsulation*, 14(6), 735-742.
- Rodriguez-Huezo, M.E., Pedroza-Islas, R., Prado-Barragan, L.A., Beristain, C.I. and Vernon-Carter, E.J. 2004. Microencapsulation by spray drying of multiple emulsions containing carotenoids, *Journal of Food Science*, 69: 351-359.
- Rosenberg, M., Kopelman, I. and Talmon, Y. 1990. Factors affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials. *J. Agric. Food Chem.*, 38(5): 1288-1294.
- Rowe, D.J. 2005. Aroma chemicals i: C, h, o compounds. *Chemistry and technology of flavors and fragrances*: 56.
- Sadikoğlu, H. ve Özdemir, M. 2003. Dondurarak kurutma teknolojisi ve evreleri. *Gıda Teknolojisi Yayınları*, 28(6): 643-649.
- Saifullah, M., Shishir, M.R.I., Ferdowsi, R., Rahman, M.R.T. and Van Vuong, Q. 2019. Micro and nano encapsulation, retention and controlled release of flavor and aroma compounds: A critical review. *Trends Food Sci. Technol.*:
- Saldamlı, İ. ve Saldamlı, E. 2004. *Gıda Endüstrisi Makinaları*. Savaş Yayınevi, 2. Baskı, ss: 547 ss, Ankara.
- Sánchez-Rodríguez, L., Ali, N.S., Cano-Lamadrid, M., Noguera-Artiaga, L., Lipan, L., Carbonell-Barrachina, Á.A. and Sendra, E. 2019. Chapter 18 - flavors and aromas. In: Yahia, E.M. (Ed.), *Postharvest physiology and biochemistry of fruits and vegetables*. Woodhead Publishing, pp. 385-404.
- Santos, M.G., Bozza, F.T., Thomazini, M. and Favaro-Trindade, C.S. 2015. Microencapsulation of xylitol by double emulsion followed by complex coacervation. *Food Chem*, 171: 32-39.
- Santos, M.G., Bozza, F.T., Thomazini, M. and Favaro-Trindade, C.S. 2015. Microencapsulation of xylitol by double emulsion followed by complex coacervation. *Food Chem*, 171: 32-39.
- Santos, M.G., Carpinteiro, D.A., Thomazini, M., Rocha-Selmi, G.A., Da Cruz, A.G., Rodrigues, C.E. and Favaro-Trindade, C.S. 2014. Coencapsulation of xylitol and menthol by double emulsion followed by complex coacervation and microcapsule application in chewing gum. *Food Res. Int.*, 66: 454-462.
- Schulbach, K.F. 2003. Identification of the most aroma-active compounds in strawberries: Variety differences and the effects of heating on strawberry puree.
- Shahidi, F. and Han, X.Q. 1993. Encapsulation of food ingredients. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 33: 501-547.
- Shishir, M.R.I. and Chen, W. 2017. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends Food Sci. Technol.*, 65: 49-67.

- Silva, D.F.D., Favaro-Trindade, C.S., Rocha, G.A. and Thomazini, M. 2012. Microencapsulation of lycopene by gelatin–pectin complex coacervation. *J. Food Process. Preserv.*, 36(2): 185-190.
- Simó, G., Fernández-Fernández, E., Vila-Crespo, J., Ruipérez, V. and Rodríguez-Nogales, J.M. 2017. Research progress in coating techniques of alginate gel polymer for cell encapsulation. *Carbohydr. Polym.*, 170: 1-14.
- Soper, J.C. 1995. Utilization of coacervated flavors. ACS Symposium Series, 590 pp. Washington, DC: American Chemical Society.
- Stojanovic, R., Belcak-Cvitanovic, A., Manojlovic, V., Komes, D., Nedovic, V. and Bugarski, B. 2012. Encapsulation of thyme (*thymus serpyllum* l.) aqueous extract in calcium alginate beads. *J. Sci. Food Agric.*, 92(3): 685-696.
- Su, E., Xia, T., Gao, L., Dai, Q. and Zhang, Z. 2010. Immobilization of β -glucosidase and its aroma-increasing effect on tea beverage. *Food and Bioproducts Processing*, 88: 83-89.
- Sutaphanit, P. and Chitprasert, P. 2014. Optimisation of microencapsulation of holy basil essential oil in gelatin by response surface methodology. *Food Chem.*, 150: 313-320.
- Şener, A. 2009. Serbest ve mikroenkapsüle probiyotik bakterilerin ticari dondurma üretiminde kullanılabilirliği üzerine bir araştırma. Doktora Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda ..., s.
- Tonon, R.V., Brabet, C. and Hubinger, M.D. 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*euterpe oleraceae* mart.) powder produced by spray drying. *J. Food Eng.*, 88(3): 411-418.
- Tontul, I. and Topuz, A. 2017. Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends Food Sci. Technol.*, 63: 91-102.
- Torun, M. ve Özdemir, F. 2011. Lezzet artırıcı gıda katkı maddesi: Monosodyum Glutamat (MSG). *Turkchem*, 21: 40-42.
- Verma, A. and Singh, S.V. 2015. Spray drying of fruit and vegetable juices—a review. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.*, 55(5): 701-719.
- Voilley, A.J. 1995. Flavor encapsulation: Influence of encapsulation media on aroma retention during drying.
- Wang, B., Adhikari, B. and Barrow, C.J. 2014. Optimisation of the microencapsulation of tuna oil in gelatin–sodium hexametaphosphate using complex coacervation. *Food Chem*, 158: 358-365.
- Wang, J., Li, Y.Z., Chen, R.R., Bao, J.Y. and Yang, G.M. 2007. Comparison of volatiles of banana powder dehydrated by vacuum belt drying, freeze-drying and air-drying. *Food Chem.*, 104(4): 1516-1521.
- Winkel, C. 2005. Stability of aroma chemicals. *Chemistry and technology of flavors and fragrances*: 244.

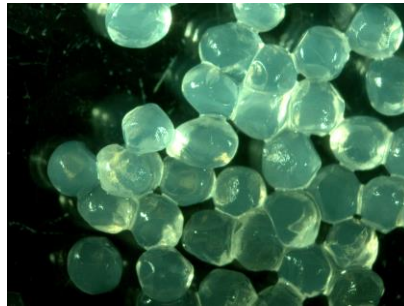
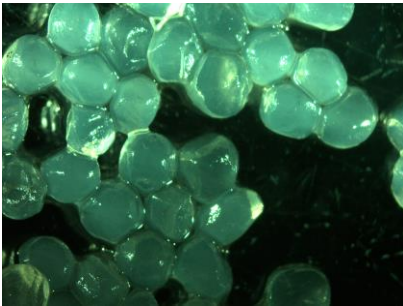
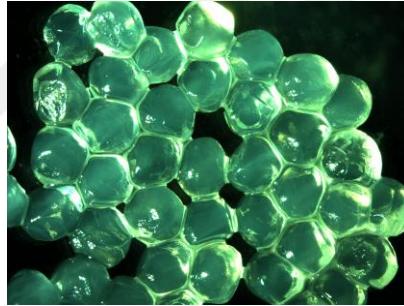
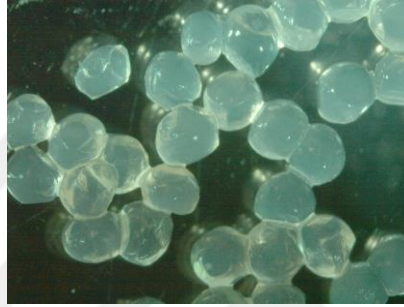
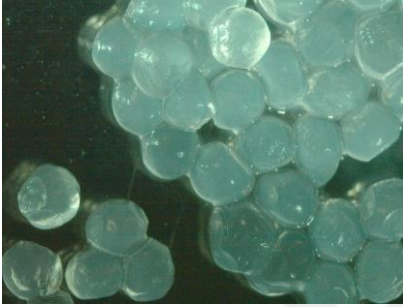
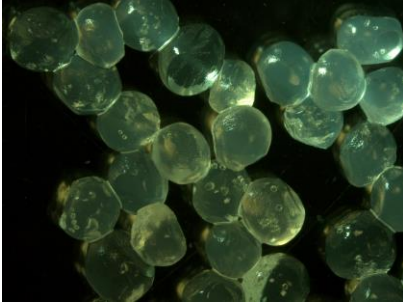
- Woo, J.-W., Roh, H.-J., Park, H.-D., Ji, C.-I., Lee, Y.-B. and Kim, S.-B. 2007. Sphericity optimization of calcium alginate gel beads and the effects of processing conditions on their physical properties. *Food Science and Biotechnology*, 16(5): 715-721.
- Xisto, A.L.R.P., Vilas Boas, E.V.B., Nunes, E.E., Vilas Boas, B.M. and Guerreiro, M.C. 2012. Volatile profile and physical, chemical, and biochemical changes in fresh cut watermelon during storage. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 32(1): 173-178.
- Yajima, I., Sakakibara, H., Ide, J., Yanai, T. and Hayashi, K. 1985. Volatile flavor components of watermelon (*citrullus vulgaris*). *Agric. Biol. Chem.*, 49(11): 3145-3150.
- Yan, C. and Zhang, W. 2014. Coacervation processes. In: (Ed.), *Microencapsulation in the food industry*. Elsevier, pp. 125-137.
- Yaparel, C. ve Elmacı, Y. 2016. Tat-koku İnteraksiyonları. *Akademik Gıda*, 14(2): 218-224
- Yeo, Y., Bellas, E., Firestone, W., Langer, R. and Kohane, D.S. 2005. Complex coacervates for thermally sensitive controlled release of flavor compounds. *J. Agric. Food Chem.*, 53(19): 7518-7525.
- Yilmaztekin, M., Lević, S., Kalušević, A., Cam, M., Bugarski, B., Rakić, V., Pavlović, V. and Nedović, V. 2019. Characterisation of peppermint (*mentha piperita* L.) essential oil encapsulates. *J. Microencaps.*: 1-11.
- Zeller, B.L., Saleeb, F.Z. and Ludescher, R.D. 1999. Trends in development of porous carbohydrate food ingredients for use in flavor encapsulation, *Trends in Food Science and Technology*, 9: 389-394.
- Zhang, C. and SU, J. 2014. Quantitative analysis of multi-components and volatile constituents in watermelon frost powder by HPLC and GC. *Chinese Herbal Medicines*, 6 (3): 211-216.
- Zhou, Y., Kajiyama, S.I., Masuhara, H., Hosokawa, Y., Kaji, T. and Fukui, K. 2009. A new size and shape controlling method for producing calcium alginate beads with immobilized proteins. *Journal of Biomedical Science and Engineering*, 2(05): 287.
- Zuidam, N. J. and Nedović, V. A. 2010. *Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing*. Springer New York Dordrecht Heidelberg, London. 402 p.

7. EKLER

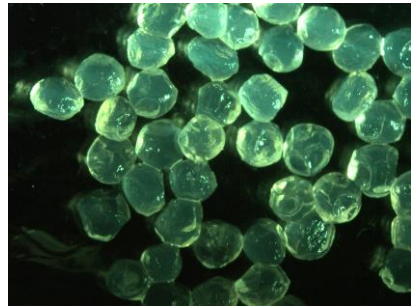
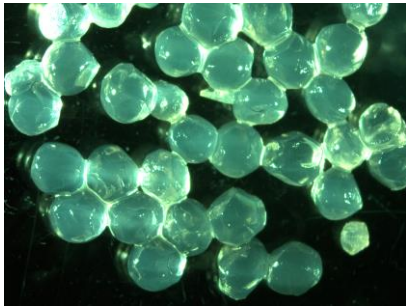
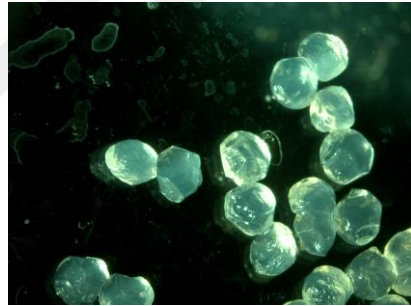
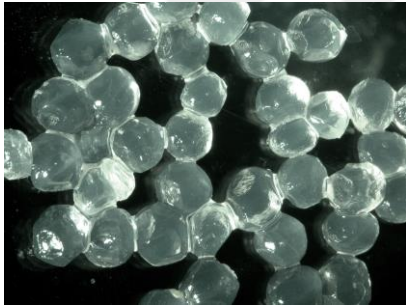
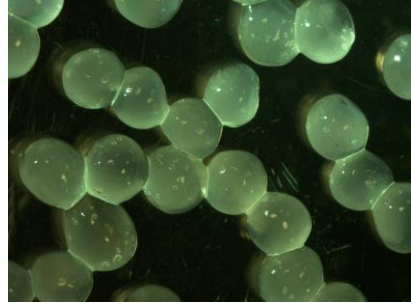
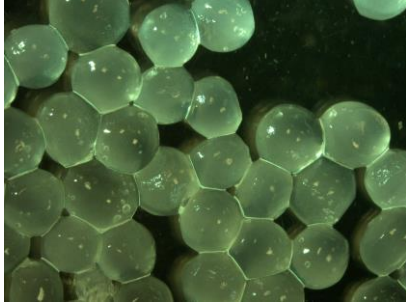
EK-1 Farklı yöntemlerle üretilen aroma maddelerine ve taşıyıcı materyallere ait DSC termotogramları



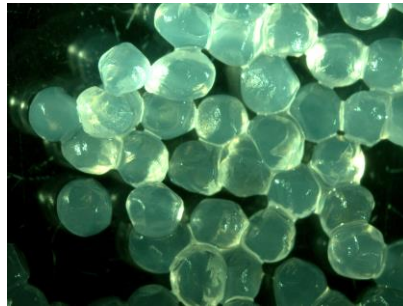
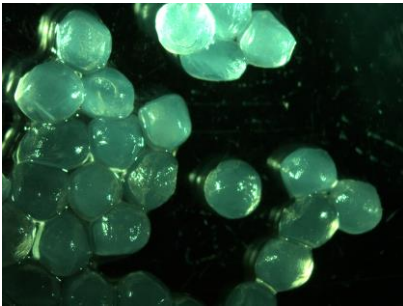
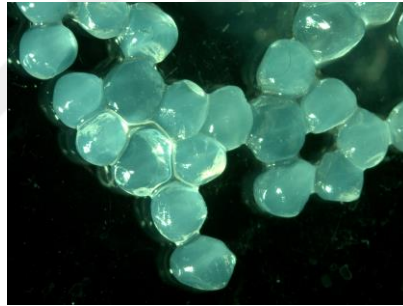
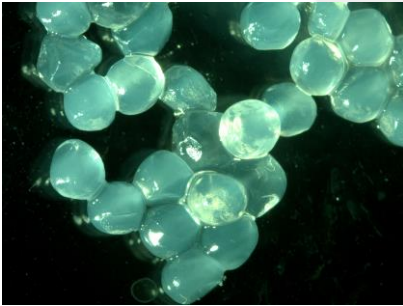
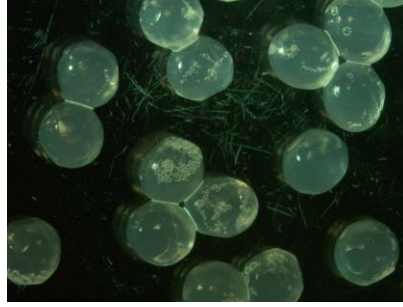
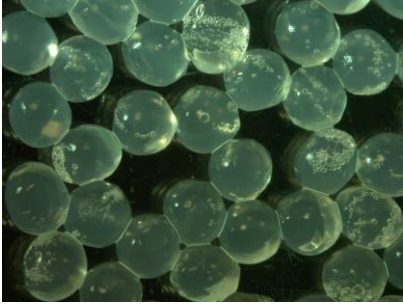
EK-3. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen çilek kapsüllerinin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak mikroskop görüntüleri



EK-4. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen muz kapsüllerinin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak mikroskop görüntüleri



EK-5. Aljinat kürecikleri yöntemi ile elde edilen karpuz kapsüllerinin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı olarak mikroskop görüntüleri



ÖZGEÇMİŞ

Ferhan BALCI TORUN

ferhan85@hotmail.com



ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Doktora	Akdeniz Üniversitesi
2012-2019	Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Antalya
Yüksek Lisans	Akdeniz Üniversitesi
2009-2012	Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Antalya
Lisans	Ege Üniversitesi
2005-2009	Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, İzmir

ESERLER

Uluslararası hakemli dergilerde yayınlanan makaleler

- 1- Çam İ B, **Balcı-Torun F**, Topuz A, Arı E, Deniz İ G ve Genç İ. “Characterization of cow cockle (*Vaccaria hispanica* (Mill.) Rauschert) genetic resources collected from Turkey: Part I- Determination of physical and chemical properties of seeds.” *Industrial Crops and Products*, 2018, 126: 190–200.
- 2- Özdemir F, Tontul İ, **Balcı-Torun F** ve Topuz A. “Effect of rolling methods and storage on volatile constituents of Turkish black tea.” *Flavour and Fragrance Journal*. 2017, 1-14.
- 3- **Balcı F.** ve Özdemir F. “Influence of shooting period and extraction conditions on bioactive compounds in Turkish green tea.” *Food Science and Technology*. 2016, 36(4):737-743.

Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceedings) basılan bildiriler

- 1- Çam İ B, **Balci-Torun F**, Topuz A, Arı E, Deniz İ G ve Genç İ. “Evaluation of the seed contents and their principal component analysis of Turkish *Vaccaria hispanica* (Mill.) Rauschert) genotypes” 4th International Symposium of Medicinal and Aromatic Plants, Çeşme-İzmir-Turkey, 2-4 October 2018.
- 2- Çam İ.B., **Balci-Torun F.**, Topuz A., Ari E., Deniz İ.G., Genç İ., "Extraction of Saponins and Cyclopeptides from Cow Cockle (*Vaccaria hispanica* (Mill.) Rauschert) Seeds Grown in Turkey", ICACA 2018: 20th International Conference on Agricultural Chemistry and Agrochemicals, Kopenhagen, Danimarka, 11-12 Haziran 2018.
- 3- Torun M, Azarabadı N, Salman S, **Balci-Torun F**, Başunal Gülmez H, Topuz A, ve Özdemir F. “Effect of gas composition on the physicochemical properties of the packaged peeled garlic during storage.” Food Studies Congress, Roma, Italy, 26–27 October 2017.
- 4- Özdemir F, Karakucuk U, Salman S, Azarabadı N ve **Balci-Torun F**. “Influence of the different types of water on the catechin composition of the Turkish tea infusion.” Food Studies Congress, Roma, Italy, 26–27 October 2017.
- 5- Özdemir F ve **Balci Torun F**. “Solid-liquid extraction kinetics of catechins from Turkish green tea.” The Food Factor I Conference, Barcelona, Spain, 84, 2016.
- 6- Salman S, **Balci F**, Caglar AF, Tekin S, Torun M ve Özdemir F. “Effect of pullulan, sodium alginate and pectin based edible coatings on the quality offresh-cut kiwi fruit during cold storage.” Innovation in Food Packaging, Shelf Life and Food Safety Conference, Munich, Germany, 02-15, 2015 (Oral Presentation).
- 7- **Balci F** ve Özdemir F. “Influence of Different Extraction Temperature and Time on Biactive Compunds of Turkish Green Tea.” International Food Congress, Novel Approaches in Food Industry Conference, İzmir, Turkey, 518, 2015.
- 8- **Balci F.**, Hanay H. ve Özdemir F. “Geleneksel Gıdaların Endüstriyel Üretim Olanakları ve Engeller” Traditional Foods From Adriatic to Caucasus, Tekirdağ, Turkey, 941-942, 2010.
- 9- Hanay H, **Balci F.** ve Özdemir F. “Türk Kültüründe Çayın Yeri ve Önemi.” Foods From Adriatic to Caucasus, Tekirdağ, Turkey, 690-692, 2010.

Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında basılan bildiriler

- 1- Özdemir F, **Balci F**. “Süre ve Sıcaklığın Yeşil Çayda Deme Geçen Kateşinler Üzerindeki Etkisi” 11th Gıda Kongresi, 426, 2012.

Diğer yayınlar

- 1- Özdemir F, **Balcı Torun F.** “Çayın Alternatifi Yine Çay mı?” Drink, 109:56-59, 2017.
- 2- Özdemir F, **Balcı Torun F.** “Gıda Katkı Maddeleri ve Süt Ürünlerinde Kullanılan Bazı Katkı Maddeleri” Drink, 102:70-71, 2016.
- 3- Özdemir F, Torun M., **Balcı Torun F.** “Uzakdoğu’dan Özel Bir Çay: Pu-Erh Çayı” Drink, 95:74-78, 2015.
- 4- Torun M. ve **Balcı F.** “Doğal Mineralli Su” Drink, 94:82-84, 2015.
- 5- Özdemir F, **Balcı F.** “Fonksiyonel Bir İçecek: Yeşil Çay” Drink, 74:46-50, 2014.
- 6- Sayın C, Özdemir F, Çam PT, Torun M, Soylu I ve **Balcı F.** “Türk Çayının Markalaştırılması ve Uluslararası Tanımını 2023 Vizyonu Çalıştayı” Arama Konferansı Raporu, ss 52, 2011.