

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

**DOKTORA TEZİ  
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
GIDA TEKNOLOJİSİ BİLİM DALI**

**KABAK ÇEKİRDEĞİ YAĞININ MİKROENKAPSÜLASYONUNUN  
OPTİMİZASYONU**

**Zeynep AKSOYLU ÖZBEK**

**Danışman  
Doç. Dr. Pelin GÜNÇ ERGÖNÜL**



**MANİSA-2018**

**Zeynep  
AKSOYLU  
ÖZBEK**

**KABAK ÇEKİRDEĞİ YAĞININ MİKROENKAPSÜLASYONUNUN OPTİMİZASYONU**

**2018**

## TEZ ONAYI

Zeynep AKSOYLU ÖZBEK tarafından hazırlanan "**Kabak Çekirdeđi Yađının Mikroenkapsülasyonunun Optimizasyonu**"adlı tez çalışması 14/08/2018 tarihinde aşığıdaki jüri üyeleri önünde Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Gıda Mühendisliđi Anabilim Dalı**'nda **DOKTORA TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

**Danışman**

**Doç.Dr. Pelin GÜNÇ ERGÖNÜL**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Prof.Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Prof.Dr. Aytaç SAYGIN GÜMÜŞKESEN**  
Ege Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Prof.Dr. Şebnem TAVMAN**  
Ege Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Dr.Öğr.Üyesi Tuncay YILMAZ**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

## **TAAHHÜTNAME**

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

**Zeynep AKSOYLU ÖZBEK**



## İÇİNDEKİLER

|                                                                           |     |
|---------------------------------------------------------------------------|-----|
| TEŞEKKÜR .....                                                            | XII |
| ÖZET .....                                                                | XII |
| ABSTRACT .....                                                            | XIV |
| 1. GİRİŞ .....                                                            | 1   |
| 2. GENEL BİLGİLER .....                                                   | 4   |
| 2.1. Kabak Çekirdeği Yağı .....                                           | 4   |
| 2.2. Lipit Oksidasyonu .....                                              | 8   |
| 2.3. Enkapsülasyon .....                                                  | 12  |
| 2.3.1. Duvar Materyalleri .....                                           | 19  |
| 2.3.2. Enkapsülasyon Yöntemleri .....                                     | 34  |
| 3. MATERYAL VE YÖNTEMLER .....                                            | 46  |
| 3.1. Materyal .....                                                       | 46  |
| 3.2. Yöntem .....                                                         | 48  |
| 3.2.1. Duvar Materyallerinin Oluşturulması .....                          | 48  |
| 3.2.2. Emülsiyonların Oluşturulması .....                                 | 50  |
| 3.2.3. Emülsiyon Analizleri .....                                         | 57  |
| 3.2.4. Emülsiyonların Dondurarak Kurutma Yöntemiyle Kurutulması .....     | 58  |
| 3.2.5. Mikrokapsül (toz) Analizleri .....                                 | 67  |
| 3.2.6. Depolama Analizleri .....                                          | 76  |
| 3.2.7. Deney Tasarımı ve Optimizasyon .....                               | 78  |
| 3.2.8. İstatistiksel Değerlendirme .....                                  | 80  |
| 3.2.9. Kullanılan Kimyasal Çözeltiler .....                               | 80  |
| 4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA .....                                  | 82  |
| 4.1. Emülsiyon Karakterizasyonu .....                                     | 82  |
| 4.1.1. Emülsiyon Stabilitesi .....                                        | 82  |
| 4.1.2. Emülsiyon Viskozitesi .....                                        | 85  |
| 4.1.3. Damlacık Büyüklüğü .....                                           | 88  |
| 4.2. Mikrokapsül Karakterizasyonu .....                                   | 94  |
| 4.2.1. Rekonstitue Parçacık Büyüklüğü .....                               | 94  |
| 4.2.2. Parçacık Morfolojisi .....                                         | 97  |
| 4.2.3. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk .....                    | 104 |
| 4.2.4. Akabilirlik .....                                                  | 108 |
| 4.2.5. Islanabilirlik .....                                               | 112 |
| 4.2.6. Çözünürlük .....                                                   | 115 |
| 4.2.7. Yağ Asitleri Bileşimi .....                                        | 118 |
| 4.2.8. Tokoferol Bileşimi .....                                           | 130 |
| 4.2.9. Toplam Fenolik Madde İçeriği .....                                 | 135 |
| 4.3. Depolamanın Mikrokapsüllerin Kalite Özellikleri Üzerine Etkisi ..... | 137 |
| 4.3.1. Nem İçeriği .....                                                  | 137 |
| 4.3.2. Su Aktivitesi .....                                                | 141 |
| 4.3.3. Peroksit Değeri .....                                              | 145 |
| 4.3.4. Konjuge Dien Değeri .....                                          | 158 |
| 4.3.5. <i>P</i> -anisidin Değeri .....                                    | 166 |
| 4.3.6. Toplam Oksidasyon (Totoks) Değeri .....                            | 174 |
| 4.4. Duvar Materyali Karışımının Optimizasyonu .....                      | 181 |
| 4.4.1. Modelin Oluşturulması .....                                        | 181 |
| 4.4.2. Optimizasyon .....                                                 | 206 |
| 5. SONUÇ VE ÖNERİLER .....                                                | 210 |

|                                                          |     |
|----------------------------------------------------------|-----|
| <b>KAYNAKLAR</b> .....                                   | 213 |
| <b>EKLER</b> .....                                       | 263 |
| <b>EK.A.</b> Korelasyon tabloları.....                   | 263 |
| <b>EK.B.</b> Analiz sonuçlarına ait ANOVA tabloları..... | 268 |
| <b>ÖZGEÇMİŞ</b> .....                                    | 288 |



## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

|                      |                                                                                                    |
|----------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>AOCS</b>          | American Oil Chemists' Society (Amerikan Yağ Kimyacıları Derneği)                                  |
| <b>a<sub>w</sub></b> | Su aktivitesi                                                                                      |
| <b>BHA</b>           | Bütillendirilmiş hidroksianisol                                                                    |
| <b>BHT</b>           | Bütillendirilmiş hidroksitoluen                                                                    |
| <b>DE</b>            | Dekstroz eşdeğeri                                                                                  |
| <b>DHA</b>           | Dokosahekzaenoik asit                                                                              |
| <b>DPA</b>           | Dokosapentaenoik asit                                                                              |
| <b>EPA</b>           | Eikosapentaenoik asit                                                                              |
| <b>GA</b>            | Gam arabik                                                                                         |
| <b>GAE</b>           | Gallik asit eşdeğeri                                                                               |
| <b>GRAS</b>          | Generally recognized as safe (genel olarak güvenli/zararsız kabul edilen)                          |
| <b>IUPAC</b>         | International Union of Pure and Applied Chemistry (Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği) |
| <b>KCY</b>           | Kabak çekirdeği yağı                                                                               |
| <b>LDL</b>           | Low-density lipoprotein (Düşük yoğunluklu lipoprotein)                                             |
| <b>LSD</b>           | En küçük önemli fark                                                                               |
| <b>MD</b>            | Maltodekstrin                                                                                      |
| <b>PAS</b>           | Peyniraltı suyu                                                                                    |
| <b>SEM</b>           | Scanning electron microscopy (taramalı elektron mikroskobu)                                        |
| <b>TBHQ</b>          | Tersinir bütıl hidrokinon                                                                          |

## ŞEKİLLER DİZİNİ

|                                                                                                               |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Şekil 2.1 Bazı önemli kabak çeşitleri.....                                                                    | 6   |
| Şekil 2.2 Yağlık kabak (Cucurbita pepo subsp. pepo var. Styriaca).....                                        | 6   |
| Şekil 2.3 Linoleik asitten serbest radikal oluşumu .....                                                      | 9   |
| Şekil 2.4 Peroksi radikalının oluşumu .....                                                                   | 10  |
| Şekil 2.5 Hidroperoksit oluşumu .....                                                                         | 10  |
| Şekil 2.6 Maltodekstrinlerin DE değerlerine bağlı olarak viskozitelerinin değişimi.                           | 20  |
| Şekil 3.1 Çalışmada soğuk pres ile yağ eldesinde kullanılan kabak çekirdeği.....                              | 46  |
| Şekil 3.2 Soğuk pres cihazı ile elde edilen kabak çekirdeği yağı.....                                         | 47  |
| Şekil 3.3 Santrifüj öncesi ve santrifüj sonrası kabak çekirdeği yağı .....                                    | 47  |
| Şekil 3.4 Emülsiyonlar dondurulmadan önce (1.Tekerrür/Deneme 1–6).....                                        | 51  |
| Şekil 3.5 Emülsiyonlar dondurulmadan önce (1.Tekerrür/Deneme 7–12).....                                       | 52  |
| Şekil 3.6 Emülsiyonlar dondurulmadan önce (1.Tekerrür/Deneme 13–18).....                                      | 53  |
| Şekil 3.7 Emülsiyonlar dondurulmadan önce (2.Tekerrür/Deneme 1–6).....                                        | 54  |
| Şekil 3.8 Emülsiyonlar dondurulmadan önce (2.Tekerrür/Deneme 7–12).....                                       | 55  |
| Şekil 3.9 Emülsiyonlar dondurulmadan önce (2.Tekerrür/Deneme 13–18).....                                      | 56  |
| Şekil 3.10 Üretimlerin yapıldığı sanayi tipi liyofilizatör.....                                               | 58  |
| Şekil 3.11 Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (1.Tek./Deneme 1–6)..                                | 60  |
| Şekil 3.12 Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (1.Tek./Deneme 7–12)                                 | 61  |
| Şekil 3.13 Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (1.Tek./Deneme 13–18)                                | 62  |
| Şekil 3.14 Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (2.Tek./Deneme 1–6)..                                | 63  |
| Şekil 3.15 Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (2.Tek./Deneme 7–12)                                 | 64  |
| Şekil 3.16 Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (2.Tek./Deneme 13–18)                                | 65  |
| Şekil 3.17 Toz haline getirilen mikrokapsüller.....                                                           | 66  |
| Şekil 3.18 Mikrokapsüllerin soğutmalı inkübatöre alınarak depolanması.....                                    | 66  |
| Şekil 3.19 37 adet yağ asidi metil esterini içeren standarda ait kromatogram.....                             | 71  |
| Şekil 3.20 Dört tokoferol izomerini içeren standard karışımına ait kromatogram ....                           | 73  |
| Şekil 3.21 $\alpha$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (250–1000 ppm).....                        | 73  |
| Şekil 3.22 $\beta$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (25–100 ppm).....                           | 74  |
| Şekil 3.23 $\gamma$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (100–400 ppm) .....                        | 74  |
| Şekil 3.24 $\delta$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (25–100 ppm) .....                         | 75  |
| Şekil 3.25 Gallik asit kalibrasyon grafiği (0.2–1.6 ppm).....                                                 | 76  |
| Şekil 4.1 Emülsiyon stabilitelerinin, emülsifiye edici ajanların toplam miktarına bağlı olarak değişimi ..... | 84  |
| Şekil 4.2 Emülsiyon viskozitelerinin, kayma hızına bağlı değişimleri.....                                     | 86  |
| Şekil 4.3 Parçacık boyut analizinde kullanılan terimler [525].....                                            | 89  |
| Şekil 4.4 Bir emülsiyonun (Deneme–13, 2.tekerrür) damlacık boyut analiz grafiği.                              | 91  |
| Şekil 4.5 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (1.Tekerrür/ Deneme1–Deneme6).....                                 | 98  |
| Şekil 4.6 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (1.Tekerrür/Deneme7–Deneme12) ....                                 | 99  |
| Şekil 4.7 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (1.Tekerrür/ Deneme13–Deneme18)                                    | 100 |
| Şekil 4.8 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (2.Tekerrür/ Deneme1–Deneme6) ...                                  | 101 |

|                                                                                                                                                                               |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Şekil 4.9</b> Mikro kapsüllerin SEM görüntüleri (2.Tekerrür/ Deneme7–Deneme12). 102                                                                                        | 102 |
| <b>Şekil 4.10</b> Mikro kapsüllerin SEM görüntüleri (2.Tekerrür/ Deneme13–Deneme18) .....                                                                                     | 103 |
| <b>Şekil 4.11</b> Mikro kapsüllerin ıslanabilirlik sürelerinin, duvar materyalindeki toplam karbonhidrat (maltodekstrin+gam arabik) miktarına bağlı değişimi .....            | 114 |
| <b>Şekil 4.12</b> Her bir denemenin bileşimi ve mikro kapsüllerin çözünürlük değerleri . 117                                                                                  | 117 |
| <b>Şekil 4.13</b> Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının toplam doymuş, tekli doymamış ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarları .....           | 128 |
| <b>Şekil 4.14</b> Mikro kapsüllerin nem içeriklerinin depolama süresine bağlı değişimi.. 140                                                                                  | 140 |
| <b>Şekil 4.15</b> Mikro kapsüllerin su aktivitesi değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                                                                         | 144 |
| <b>Şekil 4.16</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının peroksit değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                                   | 149 |
| <b>Şekil 4.17</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların peroksit değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                                 | 153 |
| <b>Şekil 4.18</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının konjuge dien değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                               | 160 |
| <b>Şekil 4.19</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların konjuge dien değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                             | 163 |
| <b>Şekil 4.20</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının p–anisidin değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                                 | 168 |
| <b>Şekil 4.21</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların p–anisidin değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                               | 170 |
| <b>Şekil 4.22</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının totoks değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                                     | 176 |
| <b>Şekil 4.23</b> Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların totoks değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi .....                                   | 178 |
| <b>Şekil 4.24</b> Enkapsülasyon verimi için model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel verilerle elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki .....                       | 190 |
| <b>Şekil 4.25</b> Enkapsülasyon verimine ait kontur grafikleri .....                                                                                                          | 191 |
| <b>Şekil 4.26</b> Çözünürlük için model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel verilerle elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki .....                                 | 195 |
| <b>Şekil 4.27</b> Çözünürlüğe ait kontur grafikleri .....                                                                                                                     | 196 |
| <b>Şekil 4.28</b> Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel verilerle elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki ..... | 201 |
| <b>Şekil 4.29</b> Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarına ait kontur grafikleri .....                                                                                    | 202 |
| <b>Şekil 4.30</b> Enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için üç boyutlu yüzey grafikleri .....                                              | 204 |
| <b>Şekil 4.31</b> En yüksek istenebilirlik değerine sahip olan formülasyon bileşiminin rampa işlevi grafikleri ile gösterilmesi.....                                          | 207 |
| <b>Şekil 4.32</b> En yüksek istenebilirlik değerine sahip karışım bileşimi ve bu noktada her bir yanıt ile yanıtların bütünleşik etkisinin istenebilirlik değeri .....        | 208 |

**Şekil 4.33** Kısıtlanan çalışma bölgesi içerisinde en yüksek istenebilirlik değerine sahip karışım bileşimi ve bu noktada elde edileceği tahmin edilen bağımlı değişken değerleri ..... 208



## TABLO DİZİNİ

|                                                                                                                                                                 |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Tablo 2.1</b> Yağlarda oluşan ikincil oksidasyon ürünleri.....                                                                                               | 11  |
| <b>Tablo 2.2</b> Gıda endüstrisinde enkapsülasyona ihtiyaç duyan bazı aktif bileşenler ..                                                                       | 14  |
| <b>Tablo 2.3</b> Hidrofobik ve hidrofilik aktif bileşenlerin enkapsülasyonunda kullanılabilecek duvar materyalleri.....                                         | 16  |
| <b>Tablo 2.4</b> Sıklıkla kullanılan duvar materyallerinin özellikleri.....                                                                                     | 19  |
| <b>Tablo 2.5</b> Maltodekstrinin duvar materyali olarak kullanıldığı bazı enkapsülasyon çalışmaları .....                                                       | 21  |
| <b>Tablo 2.6</b> Çeşitli gamların %1'lik çözeltilerinin viskozite değerleri .....                                                                               | 29  |
| <b>Tablo 2.7</b> Gam arabiğin duvar materyali olarak kullanıldığı enkapsülasyon çalışmaları .....                                                               | 30  |
| <b>Tablo 3.1</b> Kabak çekirdeği yağının bazı fizikokimyasal özellikleri.....                                                                                   | 48  |
| <b>Tablo 3.2</b> Çalışmada kullanılan bağımsız değişkenlere ait kısıtlar .....                                                                                  | 49  |
| <b>Tablo 3.3</b> D-optimal tasarımına göre Design-Expert programı tarafından oluşturulan duvar materyali karışımı bileşimleri (%) .....                         | 49  |
| <b>Tablo 3.4</b> D-optimal tasarım yöntemindeki bağımsız değişkenlerin sınır değerleri.                                                                         | 79  |
| <b>Tablo 4.1</b> Emülsiyonların 48 saat sonunda emülsiyon stabilitesi değerleri (%) .....                                                                       | 82  |
| <b>Tablo 4.2</b> Emülsiyonların akış profil katsayıları ve regresyon katsayıları.....                                                                           | 87  |
| <b>Tablo 4.3</b> Emülsiyonların $d_{3,2}$ , $d_{4,3}$ ve $D_{V(10)}$ değerleri .....                                                                            | 90  |
| <b>Tablo 4.4</b> Emülsiyonların $D_{V(50)}$ , $D_{V(90)}$ ve span değerleri .....                                                                               | 90  |
| <b>Tablo 4.5</b> Rekonstitüe mikrokapsüllerin $d_{3,2}$ , $d_{4,3}$ ve $D_{V(10)}$ değerleri .....                                                              | 95  |
| <b>Tablo 4.6</b> Rekonstitüe mikrokapsüllerin $D_{V(50)}$ , $D_{V(90)}$ ve span değerleri .....                                                                 | 95  |
| <b>Tablo 4.7</b> Mikrokapsüllerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri.....                                                                                | 105 |
| <b>Tablo 4.8</b> Akabilirlik özelliklerine göre toz ürünlerin sınıflandırılması .....                                                                           | 109 |
| <b>Tablo 4.9</b> Mikrokapsüllerin Carr's İndeks ve Hausner oranı değerleri.....                                                                                 | 110 |
| <b>Tablo 4.10</b> Mikrokapsüllerin suda ıslanabilirlik süreleri .....                                                                                           | 112 |
| <b>Tablo 4.11</b> Mikrokapsüllerin çözünürlük değerleri.....                                                                                                    | 116 |
| <b>Tablo 4.12</b> Soğuk pres kabak çekirdeği yağının yağ asitleri bileşimi.....                                                                                 | 119 |
| <b>Tablo 4.13</b> Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının doymuş yağ asitleri bileşimi (%).....                                        | 121 |
| <b>Tablo 4.14</b> Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının doymuş yağ asitleri bileşimi (%) – devam.....                                | 122 |
| <b>Tablo 4.15</b> Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının doymuş yağ asitleri bileşimi (%) – devam.....                                | 123 |
| <b>Tablo 4.16</b> Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının tekli doymamış yağ asitleri bileşimi (%) .....                               | 124 |
| <b>Tablo 4.17</b> Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının tekli doymamış yağ asitleri bileşimi (%) .....                               | 125 |
| <b>Tablo 4.18</b> Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının çoklu doymamış yağ asitleri bileşimi (%) .....                               | 126 |
| <b>Tablo 4.19</b> Enkapsülasyon sonucu kabak çekirdeği yağının toplam doymuş, tekli doymamış ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarında meydana gelen %değişim.. | 127 |

|                                                                                                                                                                                                                                       |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Tablo 4.20</b> Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının $\alpha$ -tokoferol, $\gamma$ -tokoferol ve toplam tokoferol içerikleri ve enkapsülasyon sonucu bunlarda meydana gelen değişim miktarları ..... | 133 |
| <b>Tablo 4.21</b> Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının toplam fenolik madde içerikleri .....                                                                                                           | 136 |
| <b>Tablo 4.22</b> Mikrokapsüllerin depolama süresi boyunca nem içerikleri (%) .....                                                                                                                                                   | 139 |
| <b>Tablo 4.23</b> Mikrokapsüllerin depolama süresi boyunca $a_w$ değerleri.....                                                                                                                                                       | 142 |
| <b>Tablo 4.24</b> Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının peroksit değerleri.....                                                                                                                                                    | 147 |
| <b>Tablo 4.25</b> Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların peroksit değerleri .....                                                                                                                                                 | 152 |
| <b>Tablo 4.26</b> Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının konjuge dien değerleri....                                                                                                                                                 | 159 |
| <b>Tablo 4.27</b> Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların konjuge dien değerleri .                                                                                                                                                 | 162 |
| <b>Tablo 4.28</b> Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının p-anisidin değerleri.....                                                                                                                                                  | 167 |
| <b>Tablo 4.29</b> Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların p-anisidin değerleri .....                                                                                                                                               | 169 |
| <b>Tablo 4.30</b> Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının totoks değerleri.....                                                                                                                                                      | 175 |
| <b>Tablo 4.31</b> Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların totoks değerleri .....                                                                                                                                                   | 177 |
| <b>Tablo 4.32</b> D-optimal deneme deseni .....                                                                                                                                                                                       | 182 |
| <b>Tablo 4.33</b> Çalışmada yanıt olarak alınması planlanan parametrelere ait sonuçlar                                                                                                                                                | 183 |
| <b>Tablo 4.34</b> Yanıtlar için önerilen modellere ve uyum eksikliklerine ait p değerleri .....                                                                                                                                       | 184 |
| <b>Tablo 4.35</b> Enkapsülasyon verimi için model kareler toplamı.....                                                                                                                                                                | 185 |
| <b>Tablo 4.36</b> Enkapsülasyon verimi için modellerin uyum eksikliği testi .....                                                                                                                                                     | 186 |
| <b>Tablo 4.37</b> Model uyum istatistiği .....                                                                                                                                                                                        | 186 |
| <b>Tablo 4.38</b> Enkapsülasyon verimine ait önerilen kübik modelin ANOVA tablosu                                                                                                                                                     | 187 |
| <b>Tablo 4.39</b> Model uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılan istatistiki veriler .....                                                                                                                                        | 188 |
| <b>Tablo 4.40</b> Kübik modeldeki terimlerin regresyon katsayıları.....                                                                                                                                                               | 189 |
| <b>Tablo 4.41</b> Çözünürlük için model kareler toplamı.....                                                                                                                                                                          | 192 |
| <b>Tablo 4.42</b> Çözünürlük için modellerin uyum eksikliği testi .....                                                                                                                                                               | 193 |
| <b>Tablo 4.43</b> Model uyum istatistiği .....                                                                                                                                                                                        | 193 |
| <b>Tablo 4.44</b> Çözünürlüğe ait önerilen kuadratik modelin ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                       | 193 |
| <b>Tablo 4.45</b> Model uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılan istatistiki veriler .....                                                                                                                                        | 194 |
| <b>Tablo 4.46</b> Kuadratik modeldeki terimlerin regresyon katsayıları.....                                                                                                                                                           | 194 |
| <b>Tablo 4.47</b> Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için model kareler toplamı .....                                                                                                                                         | 197 |
| <b>Tablo 4.48</b> Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için modellerin uyum eksikliği testi .....                                                                                                                               | 198 |
| <b>Tablo 4.49</b> Model uyum istatistiği .....                                                                                                                                                                                        | 198 |
| <b>Tablo 4.50</b> Çoklu doymamış yağ asitleri miktarına ait special kübik .....                                                                                                                                                       | 199 |
| <b>Tablo 4.51</b> Model uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılan istatistiki veriler .....                                                                                                                                        | 199 |
| <b>Tablo 4.52</b> Special kübik modeldeki terimlerin regresyon katsayıları.....                                                                                                                                                       | 200 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Tablo 4.53</b> Karışımı oluşturan her bir bağımsız değişkenin ve bunların etkileşimlerinin enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı üzerine etkilerini gösteren model denklemleri.....                                                                                                                                                                         | 203 |
| <b>Tablo 4.54</b> Maksimum enkapsülasyon verimi için optimizasyon sonunda belirlenen duvar materyallerinin bileşimleri ve yanıt olarak seçilen parametrelerin tahminlenen değerleri .....                                                                                                                                                                                                               | 206 |
| <b>Tablo 4.55</b> İstenebilirlik skalasına göre sınıflandırma .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 207 |
| <b>Tablo EK A.1</b> Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve fiziksel özellikleri arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve $p$ değerleri.....                                                                                                                                                    | 263 |
| <b>Tablo EK A.2</b> Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, toplam karbonhidratlı duvar materyalleri miktarları ile her bir yağ asidinin oransal miktarı arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve $p$ değerleri.....                                                                                                           | 264 |
| <b>Tablo EK A.3</b> Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve toplam doymuş, toplam tekli doymamış, toplam çoklu doymamış yağ asitleri, toplam fenolik madde, $\alpha$ -tokoferol, $\gamma$ -tokoferol ve toplam tokoferol miktarları arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve $p$ değerleri..... | 265 |
| <b>Tablo EK A.4.</b> Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve yüzey yağlarının depolama indisleri arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve $p$ değerleri.....                                                                                                                                    | 266 |
| <b>Tablo EK A.5.</b> Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve enkapsüle yağların depolama indisleri arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve $p$ değerleri.....                                                                                                                                  | 267 |
| <b>Tablo EK B.1.</b> Emülsiyon stabilitesine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 268 |
| <b>Tablo EK B.2.</b> Emülsiyon damlacık büyüklüğü – $d_{3,2}$ değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 268 |
| <b>Tablo EK B.3.</b> Emülsiyon damlacık büyüklüğü – $d_{4,3}$ değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 268 |
| <b>Tablo EK B.4.</b> Emülsiyon damlacık büyüklüğü – $D_{v(10)}$ değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 269 |
| <b>Tablo EK B.5.</b> Emülsiyon damlacık büyüklüğü – $D_{v(50)}$ değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 269 |
| <b>Tablo EK B.6.</b> Emülsiyon damlacık büyüklüğü – $D_{v(90)}$ değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 269 |
| <b>Tablo EK B.7.</b> Emülsiyon damlacık büyüklüğü – Span değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 270 |
| <b>Tablo EK B.8.</b> Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – $d_{3,2}$ değerine ait ANOVA tablosu.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 270 |

|                                                                                                    |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Tablo EK B.9.</b> Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – $d_{4,3}$ değerine ait ANOVA tablosu.....    | 270 |
| <b>Tablo EK B.10.</b> Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – $D_{v(10)}$ değerine ait ANOVA tablosu..... | 271 |
| <b>Tablo EK B.11.</b> Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – $D_{v(50)}$ değerine ait ANOVA tablosu..... | 271 |
| <b>Tablo EK B.12.</b> Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – $D_{v(90)}$ değerine ait ANOVA tablosu..... | 271 |
| <b>Tablo EK B.13</b> Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – Span değerine ait ANOVA tablosu.....         | 272 |
| <b>Tablo EK B.14.</b> Mikrokapsüllerin yığın yoğunluğuna ait ANOVA tablosu.....                    | 272 |
| <b>Tablo EK B.15.</b> Mikrokapsüllerin sıkıştırılmış yoğunluğuna ait ANOVA tablosu..               | 272 |
| <b>Tablo EK B.16.</b> Mikrokapsüllerin Carr's İndeks değerlerine ait ANOVA tablosu..               | 273 |
| <b>Tablo EK B.17.</b> Mikrokapsüllerin Hausner oranı değerlerine ait ANOVA tablosu..               | 273 |
| <b>Tablo EK B.18.</b> Mikrokapsüllerin ıslanabilirliğine ait ANOVA tablosu.....                    | 273 |
| <b>Tablo EK B.19</b> Mikrokapsüllerin çözünürlüğüne ait ANOVA tablosu.....                         | 274 |
| <b>Tablo EK B.20.</b> Mikrokapsüllerin kaproik asit (C6:0) içeriğine ait ANOVA tablosu .....       | 274 |
| <b>Tablo EK B.21.</b> Mikrokapsüllerin kaprilik asit (C8:0) içeriğine ait ANOVA tablosu.....       | 274 |
| <b>Tablo EK B.22.</b> Mikrokapsüllerin kaprik asit (C10:0) içeriğine ait ANOVA tablosu.....        | 275 |
| <b>Tablo EK B.23.</b> Mikrokapsüllerin laurik asit (C12:0) içeriğine ait ANOVA tablosu.....        | 275 |
| <b>Tablo EK B.24.</b> Mikrokapsüllerin laurik asit (C16:0) içeriğine ait ANOVA tablosu.....        | 275 |
| <b>Tablo EK B.25.</b> Mikrokapsüllerin heptadekanoik asit (C17:0) içeriğine ait ANOVA tablosu..... | 276 |
| <b>Tablo EK B.26.</b> Mikrokapsüllerin stearik asit (C18:0) içeriğine ait ANOVA tablosu.....       | 276 |
| <b>Tablo EK B.27.</b> Mikrokapsüllerin heneikosanoik asit (C21:0) içeriğine ait ANOVA tablosu..... | 276 |
| <b>Tablo EK B.28.</b> Mikrokapsüllerin lignoserik asit (C24:0) içeriğine ait ANOVA tablosu.....    | 277 |
| <b>Tablo EK B.29.</b> Mikrokapsüllerin toplam doymuş yağ asidi içeriğine ait ANOVA tablosu.....    | 277 |
| <b>Tablo EK B.30.</b> Mikrokapsüllerin miristoleik asit (C14:1) içeriğine ait ANOVA tablosu.....   | 277 |
| <b>Tablo EK B.31.</b> Mikrokapsüllerin palmitoleik asit (C16:1) içeriğine ait ANOVA tablosu.....   | 278 |
| <b>Tablo EK B.32.</b> Mikrokapsüllerin margoleik asit (C17:1) içeriğine ait ANOVA tablosu.....     | 278 |
| <b>Tablo EK B.33.</b> Mikrokapsüllerin oleik asit (C18:1) içeriğine ait ANOVA tablosu..            | 278 |

|                                                                                                          |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Tablo EK B.34.</b> Mikro kapsüllerin eikosenoik asit (C20:1) içeriğine ait ANOVA tablosu.....         | 279 |
| <b>Tablo EK B.35.</b> Mikro kapsüllerin nervonik asit (C24:1) içeriğine ait ANOVA tablosu.....           | 279 |
| <b>Tablo EK B.36.</b> Mikro kapsüllerin toplam tekli doymamış yağ asidi içeriğine ait ANOVA tablosu..... | 279 |
| <b>Tablo EK B.37.</b> Mikro kapsüllerin linoleik asit (C18:2) içeriğine ait ANOVA tablosu.....           | 280 |
| <b>Tablo EK B.38.</b> Mikro kapsüllerin linolenik asit (C18:3) içeriğine ait ANOVA tablosu.....          | 280 |
| <b>Tablo EK B.39.</b> Mikro kapsüllerin araşidonik asit (C20:4) içeriğine ait ANOVA tablosu.....         | 280 |
| <b>Tablo EK B.40.</b> Mikro kapsüllerin toplam çoklu doymamış yağ asidi içeriğine ait ANOVA tablosu..... | 281 |
| <b>Tablo EK B.41.</b> Mikro kapsüllerin $\alpha$ - tokoferol içeriğine ait ANOVA tablosu.....            | 281 |
| <b>Tablo EK B.42.</b> Mikro kapsüllerin $\gamma$ - tokoferol içeriğine ait ANOVA tablosu.....            | 281 |
| <b>Tablo EK B.43.</b> Mikro kapsüllerin toplam tokoferol içeriğine ait ANOVA tablosu.....                | 282 |
| <b>Tablo EK B.44.</b> Mikro kapsüllerin toplam fenolik madde içeriğine ait ANOVA tablosu.....            | 282 |
| <b>Tablo EK B.45.</b> Mikro kapsüllerin nem içeriğine ait ANOVA tablosu.....                             | 282 |
| <b>Tablo EK B.46.</b> Mikro kapsüllerin $a_w$ değerlerine ait ANOVA tablosu.....                         | 283 |
| <b>Tablo EK B.47.</b> Yüzey yağlarının peroksit değerine ait ANOVA tablosu.....                          | 283 |
| <b>Tablo EK B.48.</b> Enkapsüle yağların peroksit değerine ait ANOVA tablosu.....                        | 284 |
| <b>Tablo EK B.49.</b> Yüzey yağlarının konjuge dien değerine ait ANOVA tablosu.....                      | 284 |
| <b>Tablo EK B.50.</b> Enkapsüle yağların konjuge dien değerine ait ANOVA tablosu.....                    | 285 |
| <b>Tablo EK B.51.</b> Yüzey yağlarının $p$ - anisidin değerine ait ANOVA tablosu.....                    | 285 |
| <b>Tablo EK B.52.</b> Enkapsüle yağların $p$ - anisidin değerine ait ANOVA tablosu.....                  | 286 |
| <b>Tablo EK B.53.</b> Yüzey yağlarının totoks değerine ait ANOVA tablosu.....                            | 286 |
| <b>Tablo EK B.54.</b> Enkapsüle yağların totoks değerine ait ANOVA tablosu.....                          | 287 |

## TEŞEKKÜR

Birlikte çalışmaya başladığımız ilk günden itibaren bana akademik ve manevi olarak destek olan, bilgisi ve özverisi ile yolumu açan ve beni iyi bir akademisyen olarak yetiştirmek için elinden gelen herşeyi yapan değerli hocam Doç.Dr. Pelin Güneç Ergönül'e; analizlerin yapılması esnasında benden desteğini hiç esirgemeyen hocam sayın Doç.Dr. Bülent Ergönül'e; çalışmaya sağladığı mali destekten (MCBÜ BAP 2016–123) dolayı MCBÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne; yoğun laboratuvar çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan sevgili öğrencilerim Sezin Erdoğan, Kıvılcım Çelik, Eray Çelebi, Büşra Kurtuluş, Gizem Dedegül ve Sedef İlhan'a; çalışmadaki boyut analizlerinin gerçekleştirilmesini sağlayan değerli meslektaşım Arş.Gör.Fatih Sargın'a; MCBÜ Deneysel Fen Bilimleri ve Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde gerçekleştirdiğim analizler süresince bana sabırla yardımcı olan Dr. Mustafa Cittan'a; TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü'nde üretimlerin sorunsuz bir şekilde gerçekleşmesini sağlayan Dr. Alper İşleyen'e; tez yazımı aşamasında içinden çıkamadığım bilgisayar sorunları konusunda bana yardımcı olan Can Özbek'e; gece–gündüz ayırt etmeden laboratuvarlarda benimle birlikte çalışan sevgili annem Hatice Aksoylu ve kız kardeşim Aslı Aksoylu'ya; bugüne kadar attığım her adımda bana varlığıyla destek olan babam Vahap Aksoylu'ya ve bu çalışma süresince bana gösterdiği sonsuz sabır ve özveri için hayat arkadaşım, değerli eşim Umut Özbek ve ailemize yeni katılan sevgili kızım Defne Özbek'e tüm içtenliğimle teşekkür ederim.

Zeynep AKSOYLU ÖZBEK  
Manisa, 2018

## ÖZET

### Doktora Tezi

#### Kabak Çekirdeği Yağının Mikroenkapsülasyonunun Optimizasyonu

**Zeynep AKSOYLU ÖZBEK**

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

**Danışman: Doç. Dr. Pelin GÜNÇ ERGÖNÜL**

Bu çalışmada soğuk pres kabak çekirdeği yağı, farklı oranlarda peyniraltı suyu proteini, maltodekstrin ve gam arabikten meydana gelen 18 duvar materyali kombinasyonu ile dondurarak kurutma yöntemi kullanılarak enkapsüle edilmiş ve mikrokapsüllerin oksidatif stabiliteleri 20°C sıcaklıkta 12 hafta boyunca incelenmiştir. Enkapsülasyon veriminin, çözünürlüğün ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının maksimize edilmesi amacıyla D-optimal karışım tasarım deseni kullanılarak optimum duvar materyali kombinasyonu ortaya çıkarılmıştır.

Oluşturulan tüm emülsiyonların stabilitesinin oldukça yüksek olduğu, ilk 24 saat boyunca herhangi bir faz ayrımının meydana gelmediği, 48 saat sonunda ise emülsiyondan ayrılan krema yüksekliğinin %13.65–35.28 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Emülsiyonların tümünün, Newton tipi olmayan akış özelliklerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Emülsiyonlardaki yağ damlacıklarının büyüklükleri 1.11–1.84.00 µm arasında değişmiş ve bimodal dağılım göstermiştir.

Mikrokapsüllerin düzensiz şekillere ve son derece gözenekli, pürüzlü yüzey yapılarına sahip oldukları, rekonstitüe mikrokapsüllerin büyüklüklerinin 25.65–70.50 µm arasında değiştiği ve emülsiyonlara benzer şekilde, parçacık büyüklüklerinin bimodal dağılım gösterdikleri tespit edilmiştir. Ayrıca, mikrokapsüllerin akabilirlik özelliklerinin oldukça kötü olduğu anlaşılmıştır. Mikrokapsüllerin suda çözünürlükleri %25.44–36.09 arasında değişim göstermiştir. Mikroenkapsülasyon işlemi, soğuk pres kabak çekirdeği yağının tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri, α- ve γ-tokoferol ve toplam fenolik madde miktarlarında azalmaya sebep olmuştur.

Depolamanın başında mikrokapsüllerin nem içerikleri %2.65–3.72 arasında iken, depolamanın sonunda %3.22–4.66 aralığına yükselmiştir. Su aktivitesi değerleri de aynı şekilde artmıştır. Deneme–6, Deneme–10 ve Deneme–17 gibi enkapsülasyon veriminin yüksek olduğu denemelerden ekstrakte edilen yüzey yağları ve enkapsüle yağlarda oksidasyon daha yavaş meydana gelmiştir. Optimum duvar materyali kombinasyonunun %13.5757 peyniraltı suyu proteini, %4.24381 maltodekstrin ve %2.18044 gam arabikten oluştuğu belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** kabak çekirdeği yağı, mikroenkapsülasyon, optimizasyon

**2018, 290 sayfa**

## **ABSTRACT**

### **PhD Thesis**

#### **Optimization of Microencapsulation of Pumpkin Seed Oil**

**Zeynep AKSOYLU ÖZBEK**

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

**Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Pelin GÜNÇ ERGÖNÜL**

In this study, cold-pressed pumpkin seed oil was encapsulated with wall material combination consisting of different ratios of whey protein, maltodextrin and gum arabic by freeze-drying. The oxidative stability of microcapsules was investigated at 20°C during 12 weeks. By using D-optimal mixture design to maximize encapsulation efficiency, solubility and total content of polyunsaturated fatty acids, optimum wall material combination was found.

The stabilities of all emulsions were quite high. In the first 24 hours, no phase separation was detected. After 48 hours, the heights of cream separated from emulsions ranged between 13.65–35.28%. All of the emulsions were characterized by non-Newtonian type (pseudoplastic, shear-thinning) flow characteristics. The droplet sizes of oil globules ranged between 1.11–1.84 µm and showed bimodal distribution.

Microcapsules had irregular shapes and extremely porous and rough surfaces. The size of reconstituted microcapsules ranged between 25.65–70.50 µm and showed bimodal distribution. Moreover, the flowability properties of microcapsules were considerably poor. The solubilities in water of microcapsules ranged between 25.44–36.09%. Microencapsulation led to decrease in monounsaturated, polyunsaturated fatty acids,  $\alpha$ - and  $\gamma$ -tocopherols and total phenolic contents of cold-pressed pumpkin seed oil.

The moisture contents of microcapsules increased from 2.65–3.72% to 3.22–4.66% throughout the storage. The water activity values also increased similarly. Oxidation of surface and encapsulated oils extracted from trials with higher encapsulation efficiency such as Run-6, Run-10 and Run-17 progressed slowly. The optimum combination of wall material consisted of 13.5757% whey protein, 4.24381% maltodextrin and 2.18044% gum arabic.

**Keywords:** pumpkin seed oil, microencapsulation, optimization

**2018, 290 pages**

## 1. GİRİŞ

Kabak; salatalık, kavun ve karpuz ile birlikte kabakgiller (*Cucurbitaceae*) familyasında yer alan bir sebzedir [1]. Son on yıllık dönem incelendiğinde (2006–2016), FAOSTAT verilerine göre kabak üretiminin %63.90'ı Asya, %14.20'si Avrupa, %11.90'ı Amerika, %8.80'i Afrika ve %1.20'si Okyanusya Bölgesi'nde gerçekleştirilmektedir. Üretim miktarlarına göre üretici ülkeler ise Çin, Hindistan, Rusya, Amerika, Ukrayna, Mısır, Meksika, İtalya, Küba ve Türkiye olarak sıralanmaktadır [2]. 2016 yılında Türkiye'de 351.550 ton sakız kabağı; 96.268 ton bal kabağı ve 42.181 ton çerezlik kabak olmak üzere toplam 489.999 ton kabak yetiştirilmiştir [3].

Kabak çekirdeği Türkiye'de genellikle çerezlik olarak değerlendirilmektedir; fakat son yıllarda sağlık üzerine olumlu etkilerini ortaya koyan çalışmaların sayısının artmasıyla birlikte ülkemizde kabak çekirdeği yağına olan tüketici talebinde de artış meydana gelmiştir. Kabak çekirdeği, yüksek miktarda protein (%30.23) ve yağ (%49.05) içermektedir [4]. Kabak çekirdeğinin sağlık üzerine olan olumlu etkilerinin, lipit kısmında bulunan doymamış yağ asitleri, hidrokarbonlar (özellikle skualen), fitosteroller, karotenoidler, tokoferoller, bazı mineraller ve fenolik bileşiklerden ileri geldiği düşünülmektedir [5,6]. Bu değerli bileşenler sayesinde kabak çekirdeği ve kabak çekirdeği yağının; antidiyabetik, antihipertansif (kan basıncını düşürücü), hipolipidemik/antihiperlipidemik (kandaki yağ oranını düşürücü), antihelmintik (parazit enfeksiyonlarını önleyici), hipokolesterolemik (kandaki kolesterol düzeyini azaltıcı), antikanserojen, antibakteriyel ve antioksidan etkilere sahip olduğu bildirilmiştir [7,8].

Enkapsülasyon, katı, sıvı ya da gaz bir maddenin başka bir madde içerisine hapsedilmesi ve böylece birkaç nanometreden birkaç milimetreye kadar değişen çaplara sahip parçacıkların elde edilmesi işlemi olarak tanımlanmaktadır [9,10]. Gıda endüstrisinde enkapsülasyon genellikle dış ortamla etkileşimi azaltarak biyoaktif bileşenlerin korunması, biyoaktif moleküllerin veya canlı hücrelerin kontrollü salımı, istenmeyen lezzetin maskelenmesi, kaplanan maddenin daha kolay bir şekilde taşınması ve bir maddenin buharlaşma ya da transfer hızını azaltmak amacıyla yapılmaktadır [11,12]. Esansiyel yağlar gibi aromatik bileşenler; balık yağı, süt yağı,

tereyağı gibi katı ve sıvı yağlar; antioksidanlar, vitamin ve mineraller, koruyucular ve renk maddeleri gibi gıda katkı maddeleri; enzimler, probiyotik bakteriler ve doymamış yağ asitleri gibi biyoaktif bileşenler genellikle kapsüllerin öz kısmını (iç faz) oluşturmaktadır. Maltodekstrin, modifiye nişasta, süt proteinleri (peyniraltı suyu (PAS) proteini ve kazein), jelatin, gam arabik, siklodekstrin ve lipozomlar ise kaplama maddeleri olarak tercih edilmektedir [13].

Enkapsülasyonda kullanılan yöntemler fiziksel, kimyasal ve fizikokimyasal yöntemler olmak üzere üç ana başlık altında toplanmaktadır. Fiziksel yöntemler püskürterek kurutma (5–5000  $\mu\text{m}$ ), püskürterek soğutma/dondurma, akışkan yatak kaplama (20–1500  $\mu\text{m}$ ), ekstrüzyon, kokristalizasyon, santrifüj ekstrüzyon (400–2000  $\mu\text{m}$ ); dondurarak kurutma (liyoofilizasyon) (150–2000  $\mu\text{m}$ ); kimyasal yöntemler moleküler inklüzyon ve polimerizasyon (arayüz polimerizasyonu 0.5–1000  $\mu\text{m}$ ; in-situ polimerizasyon 0.5–1100  $\mu\text{m}$ ); fizikokimyasal yöntemler ise koaservasyon (basit koaservasyon 20–500  $\mu\text{m}$ ; kompleks koaservasyon 1–500  $\mu\text{m}$ ) ve lipozom kullanımıdır (0.02–3  $\mu\text{m}$ ) [14–18].

Maliyetin düşük olması ve ekipmanların kolay bulunmasından dolayı aktif bileşenlerin enkapsülasyonunda en yaygın şekilde kullanılan yöntem olarak öne çıkan püskürterek kurutma, ısıya karşı hassas gıdalar için uygun bir yöntem değildir [19] [20]. Örneğin, balık yağı içeren bir emülsiyonun püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilmesi sonucunda, işlem sırasındaki yüksek sıcaklığın sebep olduğu oksidasyondan dolayı hassas bileşenlerin zarar gördüğü belirlenmiştir [21]. Püskürtmeli kurutucudan farklı olarak, dondurarak kurutma işleminin düşük sıcaklıklarda yapılması ve ortamda oksijenin bulunmaması, ürünü oksidasyon ve diğer kimyasal değişimlerin sebep olduğu bozulmalardan korumaktadır [22]. Bu avantajları, dondurarak kurutma teknolojisini; probiyotikler, çoklu doymamış yağ asitleri ve renk maddeleri gibi son derece hassas bileşenlerin enkapsülasyonu için tercih edilen bir yöntem haline getirmektedir [23,24]. Ancak, işlem maliyetinin yüksek ve püskürtmeli kurutucuya kıyasla kurutma süresinin uzun olması, dondurarak kurutma işleminin enkapsüle gıdalarda kullanımını sınırlandırmaktadır [25].

Yapılan bu çalışma ile kabak çekirdeklerinden, biyoaktif bileşenlerin en iyi şekilde korunmasını sağlayan soğuk pres yöntemiyle yağ elde edilmiştir. Sağlık üzerine olumlu etkileri olan doymamış yağ asitlerini yüksek miktarda içeren kabak

ekirdeęi yaęı, farklı oranlarda karbonhidrat–protein bileşenlerinden oluşan duvar materyali karışımı ile kaplanarak liyofilizasyon yöntemiyle enkapsülasyonu optimize edilmiştir. Optimizasyon sayesinde, enkapsülasyon veriminin maksimize olduğu optimum duvar materyali kombinasyonları tespit edilmiştir. Mikroenkapsülasyon işleminin uygulanması ile bu değerli yağın oksidatif stabilitesinin arttırılarak raf ömrünün uzatılması amaçlanmıştır. Ayrıca enkapsülasyon işlemi sonunda sıvı yağın, toz şekline dönüşmüş olması kullanım ve depolama kolaylığını da getirmiştir. Yapılan 12 haftalık depolama ile enkapsülasyon işleminin, soęuk pres kabak ekirdeęi yağının oksidatif stabilitesi üzerine etkisi belirlenmiştir.



## 2. GENEL BİLGİLER

### 2.1. Kabak Çekirdeği Yağı

Katı ve sıvı yağlar, insan ve hayvan beslenmesinde temel bileşen olarak yer almaktadırlar [26]. En zengin enerji kaynağı olmalarının yanı sıra insanlarda tokluk hissi yaratmak, yağda çözünen A, D, E ve K vitaminleri için taşıyıcı ortam olmak, esansiyel yağ asitlerini içermek ve izolasyon malzemesi görevi yaparak vücut sıcaklığını korumak yağların diğer önemli fonksiyonlarıdır [27]. Yemeklik katı ve sıvı yağlar hayvansal ya da bitkisel kaynaklı olabilir. Günümüzde dünya katı ve sıvı yağ üretiminin %80'ini bitkisel sıvı yağlar oluşturmaktadır [28].

Bitkisel yağlar, meyveden veya tohumdan elde edilmektedir. Kolza, ayçiçeği, soya fasulyesi ve susam gibi tohumlardan pres yöntemi ile ya da çözgen ekstraksiyonu ile yağ elde edilirken, zeytin ve palm meyvesinden genellikle pres yöntemi ile yağ elde edilmektedir [29]. Fiziksel yöntemlerin etkinliğinin düşük olması ve son zamanlarda organik çözgenlerin insan ve çevre sağlığı üzerine muhtemel olumsuz etkileriyle ilgili kaygıların artmasından dolayı süperkritik akışkan ekstraksiyonu da yağ üretiminde kullanılmaya başlanmıştır [30,31]. Yüksek kalite ve saflıkta ürün elde edilmesi, hızlı bir ekstraksiyon işlemi olması ve düşük sıcaklıklarda yapılabilen bir işlem olduğu için yüksek sıcaklıkta zarar gören bileşiklerin korunmasını (ürünün aromasının oluşmasında rol oynayan uçucu bileşikler gibi) sağlaması gibi avantajlarına rağmen yatırım maliyetlerinin yüksek olması gıda proseslerinde süperkritik akışkan ekstraksiyonunun kullanımını kısıtlamaktadır [32,33].

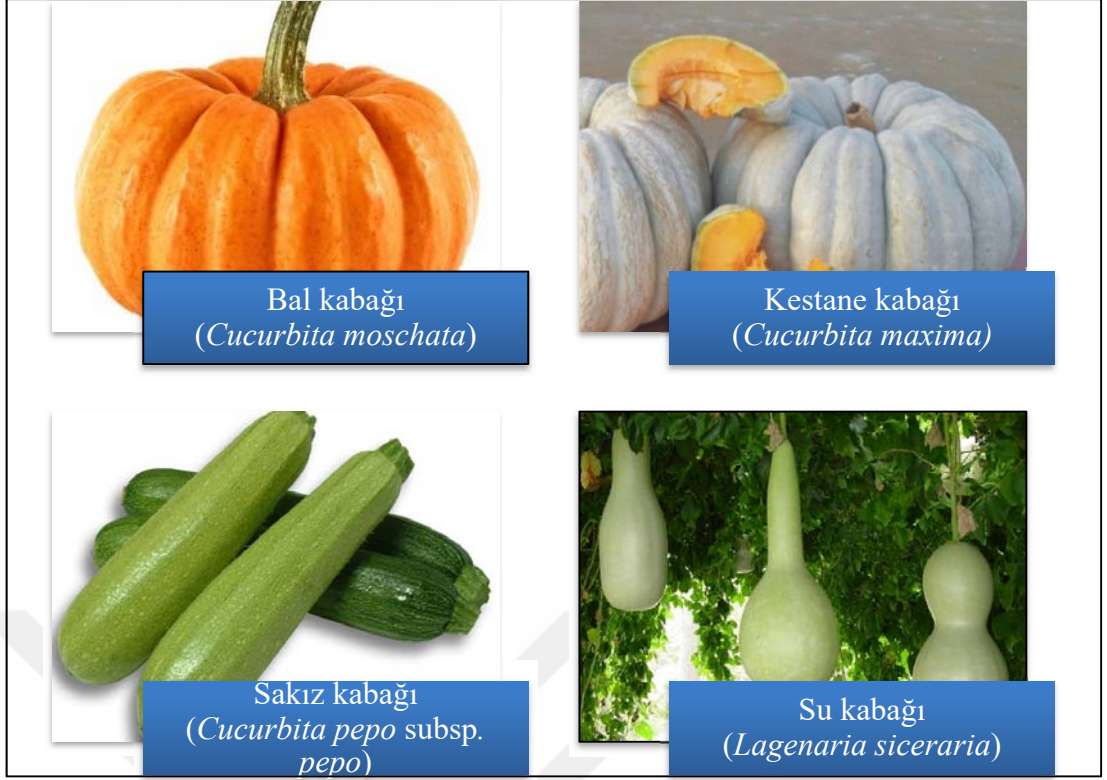
Bazı bitkisel yağlar, sağlık üzerine olumlu etkiler gösteren biyoaktif bileşenleri yüksek miktarlarda içerdikleri için “özel yağ (specialty oil)” olarak sınıflandırılmaktadırlar [34]. Kolza, kanola, fındık, çuha çiçeği, aspir, ceviz, keten tohumu, üzüm çekirdeği, mera köpüğü (meadowfoam), ayçiçeği, susam, zeytin, pirinç kepeği ve palm meyvesi yağı özel yağlara örnek olarak verilebilir [35]. Bu yağlarda bulunan biyoaktif bileşenler karotenoidler ( $\beta$ -karoten, likopen, lutein), çoklu doymamış yağ asitleri (linoleik asit,  $\alpha$ -linolenik asit,  $\gamma$ -linolenik asit), steroller (kampesterol, stigmasterol,  $\beta$ -sitosterol), skualen ve tokollerdir [34]. Özel yağlar gibi fonksiyonel gıdaları tüketen kişilerin “doğal” ve “güvenli” gıdalara olan eğilimleri göz önünde bulundurulduğunda bu yağlar için en uygun üretim yönteminin soğuk pres olduğu anlaşılmaktadır.

Codex Alimentarius'a göre soğuk pres yağlar, yağa ısı uygulamak ve yağın içeriğini değiştirmeksizin, sürekli veya kesikli çalışan presler gibi mekanik yöntemlerle elde edilen yağlar olarak tanımlanmaktadır. Bu şekilde elde edilen yağlar yalnızca su ile yıkanarak, çöktürülerek, filtrelenerek ya da santrifüj edilerek saflaştırılabilmektedirler [36]. Daha ileri rafinasyon işlemlerine ihtiyaç duymayan soğuk pres yağlar, çözgenle ekstrakte edilen yağlardan daha üstün duyuşal özelliklere ve besin kalitesine sahiptir [37]. Ayrıca yağın elde edildiği çekirdek ya da meyvede bulunan fakat rafinasyonla yağdan uzaklaştırılan doğal antioksidanlar gibi faydalı bileşikler, soğuk presle elde edilen yağlarda daha yüksek miktarlarda bulunmaktadır [38,39]. Soğuk pres yağların sahip olduğu karakteristik lezzet, özel aroma ve yoğun renk gibi özellikler bu yağlara olan ilgiyi arttırmaktadır [40]. Bunların yanı sıra, soğuk pres yağlarda vitamin, provitamin, fitosterol, fosfolipit, skualen ve bazı yağ asitleri gibi biyoaktif bileşenlerin büyük ölçüde korunması da bu yağların tüketiciler tarafından tercih edilmesinde önemli bir rol oynamaktadır [41,42].

Kabakgiller (Cucurbitaceae), dünyada önemli bir ticari öneme sahip yıllık ve çok yıllık bitkilerden oluşan büyük bir familyadır [43]. Bu familyanın en bilinen üyeleri hıyar (*Cucumis sativus* L.), kavun (*Cucumis melo* L.), karpuz (*Citrullus lanatus*) ve kabaktır (*Cucurbita* L.) [44]. Kabak cinsi kendi içerisinde şu şekilde sınıflandırılabilir:

- a) Bal kabağı, kestane kabağı, helvacı kabağı : İngilizce ismi “pumpkin”dir. Eski İngilizce’de “pompion” olarak kullanılan bu sözcük, Yunanca “pepon” ve Latince “pepo” sözcüğünden türetilmiştir ve büyük, olgun ve yuvarlak kabak anlamına gelmektedir.
- b) Sakız kabağı, dolmalık kabak : İngilizce ismi “squash” ya da “zucchini”dir. Bir Aborjin kelimesi olan ve yeşil halde tüketilen sebze anlamına gelen “askutasquash” sözcüğünden türetilmiştir. Bunlar, çoğunlukla yuvarlak bir şekle sahip değildir.
- c) Su kabağı, asma kabağı : İngilizce ismi “gourd”dur. Meyvesi tüketilmemekle birlikte, genel olarak süs kabağı olarak yetiştirilmektedir [45].

Yukarıda anlatılan kabak çeşitleri, Şekil 2.1’de gösterilmiştir.



**Şekil 2.1** Bazı önemli kabak çeşitleri

Yağlık kabak olarak bilinen *Cucurbita pepo* subsp. *pepo* var. *Styriaca* (Şekil 2.2), doğal mutasyon sonucu 19. yüzyılda Avusturya'nın Styria bölgesinde ortaya çıkan özel bir çeşittir [46]. Bu kabaklar, sonbaharın ortalarında hasat edilir ve çekirdekleri hemen %5–7 nem içeriğine kadar kurutulur. Geriye kalan, düşük kaliteye sahip etli kısımlar ise hayvan yemi olarak kullanılır [47].



**Şekil 2.2** Yağlık kabak (*Cucurbita pepo* subsp. *pepo* var. *Styriaca*)

Styrian çeşidine ait yağlık kabakların en belirgin özelliği, üzeri ince bir zarla kaplı, koyu yeşil renkli çekirdekleridir. Bu çekirdeklerden elde edilen yağ, koyu yeşil–kiremit kırmızısı bir renge sahiptir [48]. Bunun sebebi bu yağda önemli miktarda bulunan protoklorofil a, protoklorofil b, protofiofitin a, protofiofitin b gibi tetrapireol tipi bileşikler ve düşük miktarda bulunan lutein gibi karotenoid pigmentleridir [47]. Styrian varyetesinden elde edilen kabak çekirdeği yağı, kimyasal bileşiminden (özellikle yağ asitleri) dolayı genellikle soğuk yiyeceklerde, çoğunlukla salata yağı olarak, Avusturya, Slovenya ve Macaristan’da kullanılmaktadır [49,50]. *Cucurbita pepo* subsp. *pepo* var. *Styriaca*’nın çekirdeğinin %5.20 nem, %41.59 yağ, %25.40 protein, %25.19 karbonhidrat, %5.34 kül ve %2.49 içerdiği belirlenmiştir [6].

Yağ içeriği %17’nin üzerinde olan tohum ve çekirdekler “yağlık tohum” olarak sınıflandırılmaktadır [51]. Bu tanım göz önünde bulundurulduğunda kabak çekirdeğinin de yağ üretimi amacıyla kullanılabileceği anlaşılmaktadır. Son zamanlarda tüketicilerin “soğuk pres” yağlarla ilgili farkındalığının artmasına bağlı olarak kabak çekirdeği yağı da kavurma işlemine tabi tutulmayan çekirdeklerden bu yöntemle elde edilerek piyasaya sürülmektedir. Soğuk pres yöntemiyle elde edilen kabak çekirdeği yağının pres sisteminden çıkış sıcaklığı 50°C’nin altında olmalıdır [52]. Bu yağlar, kavurma işlemi sonunda oluşan tipik aromadan da yoksun olmalarına rağmen, kavurulmuş çekirdeklerden elde edilen yağlara kıyasla daha yüksek fiyatlarla satılmaktadır [53].

Kabak çekirdeği yağının bileşimini ortaya koyan birçok çalışma bulunmaktadır. Piyasada satılan 12 farklı kabak çekirdeği yağı ile yapılan bir araştırma sonunda bu yağda en fazla bulunan doymuş yağ asitlerinin palmitik (C16:0; %12.60–18.40) ve stearik (C18:0; %5.10–9); en fazla bulunan tekli doymamış yağ asidinin oleik (C18:1; %17–39.50) ve en fazla bulunan çoklu doymamış yağ asidinin ise linoleik (C18:2; %36.20–62.80) asit olduğu belirlenmiştir [54,55]. Bu dört yağ asidi, kabak çekirdeği yağındaki toplam yağ asitleri miktarının yaklaşık %98’ini oluşturmaktadır [56]. Yağ asitleri profili düşünüldüğünde kabak çekirdeği yağı; çığıt, mısır, susam, ayçiçeği ve soya yağının da bulunduğu oleik–linoleik grubunda yer almaktadır [6]. Bu gruptaki yağların doymuş yağ asidi oranı %20’yi geçmez [27]. Linolenik asit ve daha yüksek düzeyde doymamış yağ asitlerini çok az miktarda içerdikleri için oksidasyonun sebep olduğu tat ve aroma bozulmalarına karşı da

dirençli olan bu değerli yağlar, birinci sınıf yemeklik yağ olarak tüketilebilmektedir [26].

İnsan, diyetinde yer alan gıdalardan doymuş ve tekli doymamış yağ asitlerini sentezleyebildiği halde çoklu doymamış yağ asitlerini kendi vücudu içerisinde sentezleyemez [57]. Bu çoklu doymamış yağ asitleri “esansiyel yağ asitleri” olarak bilinirler ve omega-3 ve omega-6 olmak üzere iki sınıfa ayrılırlar [58]. Linolenik asit, eikosapentaenoik asit (EPA), dokosaheksaenoik asit (DHA) ve dokosapentaenoik asit (DPA) omega-3; linoleik asit ve araşidonik asit omega-6 grubunda yer almaktadır [59]. Omega yağ asitlerinin beyin gelişimi, bağışıklık sisteminin güçlenmesi ve koroner kalp rahatsızlıklarının önlenmesi gibi olumlu etkileri bulunmaktadır [60]. Linoleik asit miktarının oldukça yüksek olması, kabak çekirdeği yağının zengin bir esansiyel yağ asidi kaynağı olarak kullanılabileceğini göstermektedir [61].

Yağların sabunlaşmayan kısmını sterol, terpenik alkol, alifatik alkol, skualen, hidrokarbon, tokoferol ve karotenoidler oluşturmaktadır [62,63]. Kabak çekirdeği yağında bol miktarda bulunan ve kolesterolün ve tüm steroid hormonların öncülü olan skualen, çeşitli kanser türlerini önleyici etkiye sahiptir ve önemli bir antioksidandır [64,65]. Ayrıca arsenik, heksaklorobenzen, fenobarbital gibi çok sayıda kimyasalın zehirli etkisini ortadan kaldıracıdır [66]. Stigmasterol gibi fitosteroller ise kandaki düşük yoğunluklu lipoprotein (LDL) seviyesini düşürerek kolesterolü azaltmaktadır [67].  $\alpha$ -tokoferole benzer şekilde vitamin etkisi gösteren tokol ve tokotrienoller de içeren E vitamini çok önemli bir lipofilik antioksidandır [68]. Bunun yanı sıra, kan kolesterolünü azaltıcı etki göstermektedir [69]. Kabak çekirdeği yağında en bol miktarda bulunan ise  $\gamma$ -tokoferoldür [70]. Sağlık üzerine gösterdiği çeşitli olumlu etkilerden dolayı kabak çekirdeği yağı, güçlü bir nutrasötik olarak kabul edilmektedir.

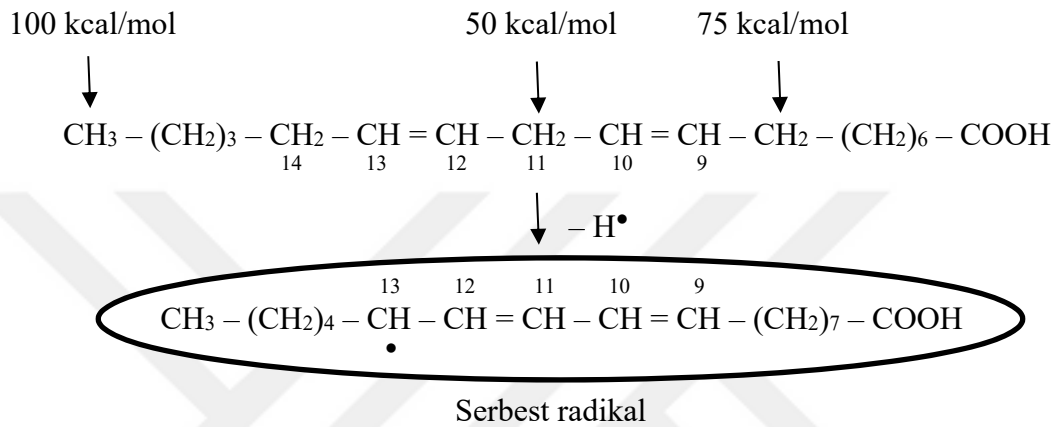
## **2.2. Lipit Oksidasyonu**

Lipit oksidasyonu, yağlarda meydana gelen bozulmaların en önemli nedenlerinden biridir. Yağ asitlerinde çift bağ sayısının artması, bu bağlara oksijenin etki etme ihtimalini ve böylece ransit (acı) tat oluşumu riskini artırmaktadır [59]. Ortamda yüksek sıcaklık, ışık ve metaller gibi faktörlerin bulunması, lipitlerde oksidasyonu tetiklemektedir [71].

Lipit oksidasyonu üç temel aşamada meydana gelmektedir:

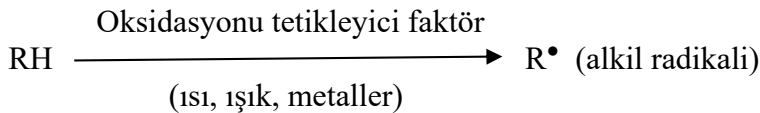
a) Oksidasyonun başlaması

Bu aşamada serbest alkil radikalleri oluşmaktadır. Lipitlerde radikal oluşumu, bir hidrojen atomunun koparılması için en az enerji gerektiren karbon atomu üzerinden başlamaktadır. Örneğin; Şekil 2.3’de verilen linoleik asit molekülünde (C18:2), C9 ve C12’deki çift bağlar, elektronları çekerek C11’deki karbon–hidrojen bağını zayıflatmaktadır [72].



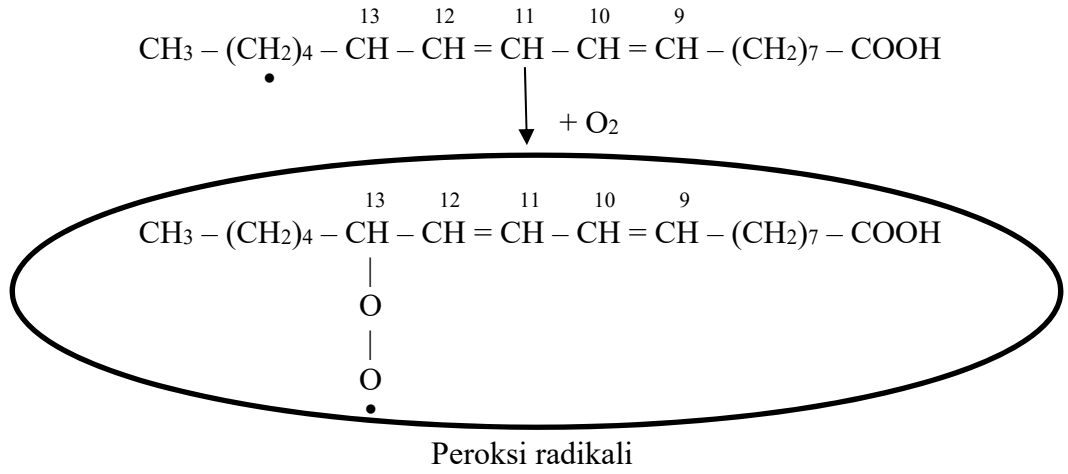
Şekil 2.3 Linoleik asitten serbest radikal oluşumu

Bu tepkime kısaca şu şekilde gösterilmektedir:

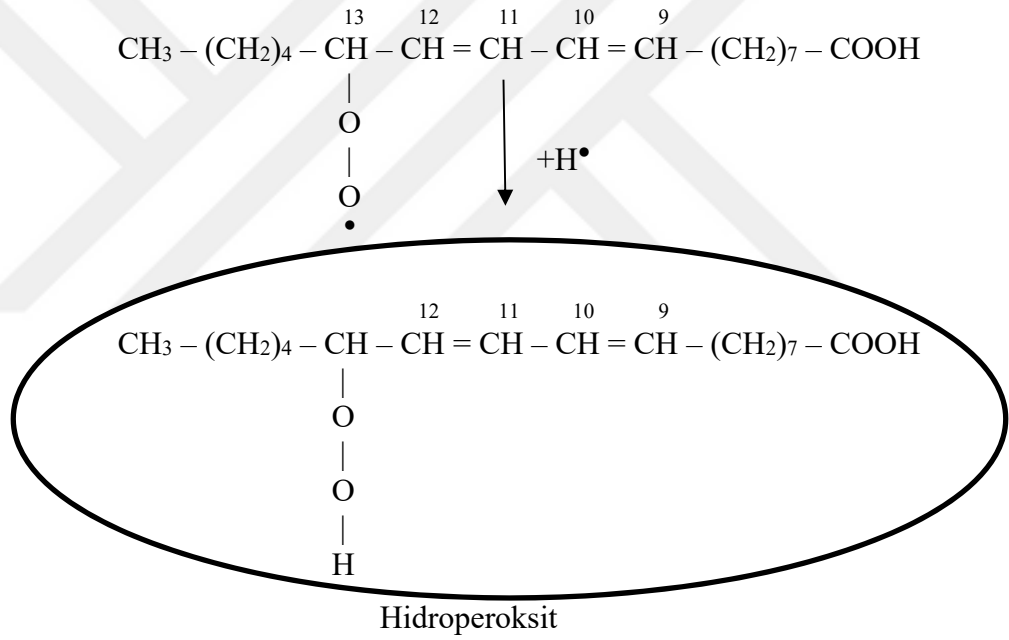


b) Oksidasyonun ilerlemesi

Bu aşamada ilk olarak, doymamış yağ asidinin, kararsız halde bir hidrojen içeren alkil radikali, oksijen ile çok hızlı bir şekilde tepkimeye girerek peroksi radikallerini oluşturmaktadır (Şekil 2.4). Bunu takip eden ikinci adımda ise hidrojen transferi (doymamış yağ asitlerindeki başka bir kararsız hidrojen ya da ortamda varsa antioksidanlardan) tepkimesi gerçekleşmekte ve bunun sonucu olarak da Şekil 2.5’de görülen hidroperoksitler meydana gelmektedir [73].

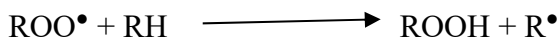
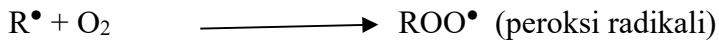


**Şekil 2.4** Peroksi radikalinin oluşumu



**Şekil 2.5** Hidroperoksit oluşumu

Bu zincirleme tepkime kısaca şu şekilde gösterilmektedir:

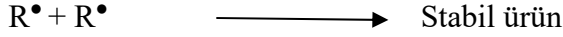
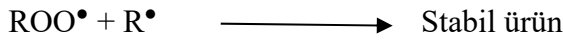
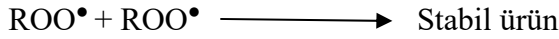


c) Oksidasyonun sonlanması

Oksidasyonun son aşamasında, ortamda peroksi radikalleri birikmiş durumdadır.

Miktarlarının artmasıyla bu peroksi radikalleri, birbirleri ile tepkimeye girerek radikal

olmayan (stabil) bileşikler meydana getirmektedirler [73]. Bu adımda meydana gelebilecek tepkimeler kısaca şu şekilde gösterilmektedir [74]:



Özellikle çoklu doymamış yağ asitlerinin okside olması sonucunda oluşan hidroperoksitler oldukça kararsız bir yapıya sahiptirler. Bu bileşikler, ağır metaller ve metal iyonları varlığında yıkıma uğramaktadırlar. Bu yıkım tepkimeleri sonucunda açığa çıkan bileşikler üç ana grupta toplanmaktadırlar [75]:

- Hidroperoksitlerin monomerik yıkım ürünleri : Hidroksil türevleri, siklik monomerik türevler
- Düşük moleküler ağırlığa sahip bileşikler : Aldehitler, ketonlar, alkooller ve hidrokarbonlar. Okside olmuş yağlarda oluşan ransit aroma, bu uçucu bileşenlerden kaynaklanmaktadır.
- Yüksek moleküler ağırlığa sahip birleşme ürünleri : Alifatik, monosiklik ya da bisiklik dimer ya da trimerler.

**Tablo 2.1** Yağlarda oluşan ikincil oksidasyon ürünleri [76]

| Oluşan ikincil oksidasyon ürününün çeşidi | Oleik asit                                                                                                                                                           | Linoleik asit                                                                                              | Linolenik asit                                                                                       |
|-------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Aldehit                                   | Oktanal<br>Nonanal<br>2-Dekenal<br>Dekanal                                                                                                                           | Pentanal<br>Hekzanal<br>2-Oktenal<br>2-Nonenal<br>2,4-Dekadienal                                           | Propanal<br>Butanal<br>2-Butenal<br>2-Pentanal<br>2-Hekzanal<br>3,6-Nonadienal<br>Dekatrienal        |
| Karboksilik asit                          | Metil heptanoat<br>Metil oktanoat<br>Metil 8-okzooktanoat<br>Metil 9-okzononanoat<br>Metil 10-okzodekanoat<br>Metil 10-okzo-8-dekenoat<br>Metil 11-okzo-9-undekanoat | Metil heptanoat<br>Metil oktanoat<br>Metil 8-okzooktanoat<br>Metil 9-okzononanoat<br>Metil 10-okzodekanoat | Metil heptanoat<br>Metil oktanoat<br>Metil nonanoat<br>Metil 9-okzononanoat<br>Metil 10-okzodekanoat |
| Alkol                                     | 1-heptanol                                                                                                                                                           | 1-Pentanol<br>1-Okten-3-ol                                                                                 |                                                                                                      |
| Hidrokarbon                               | Heptan<br>Oktan                                                                                                                                                      | Pentan                                                                                                     | Etan<br>Pentan                                                                                       |

Lipit oksidasyonu hızı; ortamdaki oksijen miktarı, sıcaklık, su aktivitesi ve yüzey alanı gibi faktörler tarafından etkilenmektedir [77]. Lipitlerin oksidatif stabilitesini artırmak için bu faktörlerin kontrol altına alınması gerekmektedir. Bu yüzden, yağlar ve yağlı gıdalar düşük sıcaklıkta depolanmalı, modifiye atmosfer altında ve iyi bir nem ve oksijen bariyerine sahip ambalajlar ile paketlenmelidir [59,78]. Ayrıca lipit oksidasyonunu yavaşlatmak için doğal ve/veya yapay antioksidanların kullanımı da oldukça yaygındır:

a) Doğal antioksidanlar

- Tokoferol ve tokotrienoller
- Askorbik asit ve askorbat tuzları
- Fenolik bileşikler
- Karotenoidler
- Enzimatik antioksidanlar (glikoz oksidaz, süperoksit dismutaz, katalaz, glutatyon peroksidaz)
- Proteinler (transferrin, laktoferrin, albumin)
- Maillard tepkimesi ürünleri (melanoidinler, Amadori bileşikleri)
- Fosfolipitler (fosfatidilkolin, fosfatidiletanolamin, lesitin)
- Steroller
- Kükürt dioksit ve diğer sülfidler
- Gamlar (ksantan gam, pektin, guar gam)

b) Yapay antioksidanlar

- Bütillendirilmiş hidroksianisol (BHA)
- Bütillendirilmiş hidroksitoluen (BHT)
- Tersinir bütıl hidrokinon (TBHQ)
- Etoksikuin
- Gallatlar
- Eritorbik asit ve askorbil palmitat [79–82].

Yukarıda belirtilen yöntemlere ilaveten, son yıllarda enkapsülasyon teknolojisi de lipit oksidasyonunu yavaşlatmak amacıyla kullanılmaktadır.

### 2.3. Enkapsülasyon

Enkapsülasyon, katı, sıvı ya da gaz bir maddenin başka bir madde içerisine hapsedilmesi ve böylece birkaç nanometreden birkaç milimetreye kadar değişen

aplara sahip paracıkların elde edilmesi iřlemi olarak tanımlanmaktadır [9,10]. Bu iřlem, kapsüllerin büyüklüğüne baėlı olarak farklı isimlerle anılmaktadır. apı 3–800  $\mu\text{m}$  arasında olan kapsüllerin üretildiėi teknoloji “mikroenkapsülasyon”; apı 10–1000 nm arasında deėiřen kapsüllerin elde edildiėi teknoloji ise “nanoenkapsülasyon” olarak adlandırılmaktadır [83]. King (1995) ise, kapsülleri enkapsülasyon sonunda elde edilen büyüklüklerine göre üçe ayırmıřtır: 5000  $\mu\text{m}$ ’den büyük olanları “makro”; 1–5000  $\mu\text{m}$  arasında olanları “mikro” ve 1  $\mu\text{m}$ ’den küçük olanları “nano” olarak isimlendirmiřtir [84]. Kaplanan madde “öz”, “aktif bileřen”, “dolgu”, “i faz” ya da “yük” olarak adlandırılırken; özü evreleyen ikinci madde “duvar materyali”, “kaplama malzemesi”, “dıř faz”, “membran” ya da “kabuk” gibi isimlerle ifade edilmektedir [85]. Gıda endüstrisinde sıklıkla enkapsüle edilen aktif bileřenler Tablo 2.2’de özetlenmiřtir.

**Tablo 2.2** Gıda endüstrisinde enkapsülasyona ihtiyaç duyan bazı aktif bileşenler [86]

| Aktif Bileşen              | Örnek                    | Enkapsülasyonun Potansiyel Avantajları                                                                                                                                                                                                                                                     |
|----------------------------|--------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Aroma maddeleri            | Turunçgil uçucu yağları  | <ul style="list-style-type: none"><li>• Sulu ortamlarda kullanımlarını sağlar.</li><li>• Depolama ve kullanım kolaylığı sağlar.</li><li>• Kimyasal bozulmayı geciktirir.</li><li>• Aromanın kontrollü salınımını sağlar.</li></ul>                                                         |
| Antimikrobiyal maddeler    | Esansiyel yağlar         | <ul style="list-style-type: none"><li>• Farklı ortamlara (matrislere) uyum sağlamalarını kolaylaştırır.</li><li>• Depolama ve kullanım kolaylığı sağlar.</li><li>• Kötü kokuları maskeler.</li><li>• Kimyasal bozulmayı geciktirir.</li></ul>                                              |
| Antioksidanlar             | Karotenoidler            | <ul style="list-style-type: none"><li>• Sulu ortamlarda kullanımlarını sağlar.</li><li>• Depolama ve kullanım kolaylığı sağlar.</li><li>• Kimyasal bozulmayı geciktirir.</li><li>• Etkinliklerini artırır.</li></ul>                                                                       |
| Biyoaktif peptitler        | Kolesistokinin           | <ul style="list-style-type: none"><li>• Midede bozunmayı geciktirir.</li><li>• Acı ve buruk tadı azaltır.</li><li>• Salınımın ve bioaktivitenin kontrol altına alınmasını sağlar.</li></ul>                                                                                                |
| Oligosakkaritler ve lifler | Kitosan                  | <ul style="list-style-type: none"><li>• Bileşenlerin olumsuz etkileşimlerini önler.</li><li>• Ürün dokusunu iyileştirir.</li><li>• Sindirim sisteminde kontrollü şekilde salınımı sağlar.</li></ul>                                                                                        |
| Mineraller                 | Demir                    | <ul style="list-style-type: none"><li>• İstenmeyen oksidatif tepkimeleri engeller.</li><li>• Çökelti oluşumunu engeller.</li><li>• Biyoyararlılığı artırır.</li><li>• Acı ve buruk tadı azaltır.</li></ul>                                                                                 |
| Vitaminler                 | D vitamini               | <ul style="list-style-type: none"><li>• Sulu ortamlarda kullanımlarını sağlar.</li><li>• Kullanım kolaylığını artırır.</li><li>• Kimyasal bozulmayı geciktirir.</li><li>• Biyoyararlılığı artırır.</li></ul>                                                                               |
| Biyoaktif lipitler         | $\omega$ -3 yağ asitleri | <ul style="list-style-type: none"><li>• Sulu ortamlarda kullanımlarını sağlar.</li><li>• Kullanım kolaylığını artırır.</li><li>• Kimyasal bozulmayı (oksidasyon) geciktirir.</li><li>• Sindirim sisteminde kontrollü şekilde salınımı sağlar.</li><li>• Biyoyararlılığı artırır.</li></ul> |
| Probiyotikler              | Laktik asit bakterileri  | <ul style="list-style-type: none"><li>• Midede bozunmayı geciktirir.</li><li>• Üründe hücrenin canlı kalma özelliğini iyileştirir.</li></ul>                                                                                                                                               |

Gıda endüstrisinde enkapsülasyonun kullanım amaçları şu şekilde sıralanabilir [10]:

- a) Aktif bileşenlerin, daha rahat bir şekilde kullanılması ve depolanması (akabilirliğin ve karıştırma (mixing) özelliğinin iyileştirilmesi gibi)
- b) Gıda işleme sistemi içerisinde aktif bileşenlerin immobilizasyonunun sağlanması
- c) Proses esnasında ya da son üründe aktif bileşenin stabilitesinin iyileştirilmesi
- d) Güvenliğin iyileştirilmesi (aroma maddeleri gibi uçucu bileşenlerin alev alabilirliğinin azaltılması gibi)
- e) Aktif bileşenlerin özelliklerinin değiştirilmesi (renk, parçacık boyutu, yağda ya da suda çözünür özelliğinin iyileştirilmesi gibi)
- f) Kötü aromanın maskelenmesi
- g) Kontrollü salınımın sağlanması

Gıda endüstrisinde duvar materyali olarak kullanılabilecek bileşenlerin sayısı kısıtlıdır. Bunun nedeni de çok az bileşenin, gıdalarda kullanımlarının “genel olarak güvenli/zararsız kabul edilen (GRAS: generally recognized as safe)” özelliğe sahip olmasıdır [87]. Enkapsülün oluşması için aktif bileşen ile duvar materyali arasında uyumsuzluğun olması gerekmektedir. Böylece, aktif bileşenin yüzeyinde bir kaplama oluşacaktır. Örneğin; hidrofobik bir aktif bileşeni (yağ gibi) enkapsüle edebilmek için hidrofilik duvar materyali/materyalleri kullanılmalıdır [88]. Bu konu, Tablo 2.3’de özetlenmiştir.

**Tablo 2.3** Hidrofobik ve hidrofilik aktif bileşenlerin enkapsülasyonunda kullanılabilecek duvar materyalleri [88]

| Hidrofobik aktif bileşenlerde kullanılabilecek duvar materyalleri | Polisakkarit (modifiye edilmemiş) | Polisakkarit (modifiye edilmiş) | Gam                 | Bitkisel protein      | Hayvansal protein    | Polimer             |
|-------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|---------------------|-----------------------|----------------------|---------------------|
|                                                                   | Şeker                             | Dekstrin                        | Gam arabik          | Soya proteini         | Jelatin              | Polietilen glikol   |
|                                                                   | Nişasta                           | Siklodekstrin                   | Aljinat             | Buğday proteini       | Kazein               | Polivinil asetat    |
|                                                                   | Glikoz şurubu                     | Nişasta oktenil suksinat (OSA)  | Pektin              | Mısır proteini (zein) | PAS proteini         | Polivinil pirolidon |
|                                                                   | Maltodekstrin                     | Selüloz                         | Karragenan          |                       | PAS proteini izolatu |                     |
| Hidrofilik aktif bileşenlerde kullanılabilecek duvar materyalleri | Lipit                             |                                 | Mumlar (vaks)       |                       | Polimer              |                     |
|                                                                   | Hidrojene yağ                     |                                 | Bal mumu            |                       | Şelak                |                     |
|                                                                   | Gliserit                          |                                 | Parafin             |                       | Etil selüloz         |                     |
|                                                                   | Fosfolipit                        |                                 | Mikrokristalize mum |                       |                      |                     |
|                                                                   | Yağ asitleri                      |                                 | Karnauba mumu       |                       |                      |                     |
|                                                                   | Bitkisel steroller                |                                 |                     |                       |                      |                     |

Bunun yanı sıra, enkapsülasyonda kullanılacak teknoloji ve mikrokapsülün (son ürün) sahip olması istenilen özellikler de duvar materyallerinin seçimi esnasında göz önünde bulundurulması gereken faktörlerdir [89]. Gıda enkapsülasyonunda kullanılan duvar materyallerinin bazı özelliklere sahip olması arzu edilir. Bu özellikler aşağıda sıralanmıştır:

- Yüksek konsantrasyonlarda reolojik özelliklerinin iyi olması
- Aktif bileşeni etkili bir şekilde emülsiye edebilmesi ve ortaya çıkan emülsiyonun korunmasını sağlaması
- İşlem esnasında ve depolama süresince, aktif bileşen ile tepkimeye girmemesi
- İşlem esnasında ve depolama süresince, aktif bileşeni iyice kaplaması ve yapının içerisinde tutabilmesi
- Çevresel faktörlere (oksijen, ışık, sıcaklık ve nem gibi) karşı aktif bileşeni en iyi seviyede koruyabilmesi

- f) Gıda endüstrisinde kullanımı kabul edilen çözgenlerde (su, etanol gibi) çözünebilmesi
- g) Kontrollü salınım hedefleniyorsa, belirli şartlar altında bu salınıma imkan tanınması
- h) Ucuz olması
- i) Kolay ulaşılabilir olması
- j) Gıdada kullanılabilir saflıkta (food-grade) olması [9,16].

Bu özellikler göz önünde bulundurulduğunda, gıda enkapsülasyonunda kullanılan duvar materyalleri dört temel başlık altında toplanmaktadır [87,90]:

1) Karbonhidratlar

a. Bitkisel karbonhidratlar

- Fruktoz
- Galaktoz
- Glikoz
- Maltoz
- Sükroz
- Maltodekstrin
- Nişasta
- Selüloz
- Gam arabik
- Mesquite gam (*Prosopis juliflora*)
- Guar gam
- Galaktomannan
- Siklodekstrin
- Pektin

b. Mikrobiyal ya da hayvansal karbonhidratlar

- Ksantan gam
- Jellan (gellan) gam
- Dekstran
- Kitosan

c. Su ürünleri kaynaklı (marine based) karbonhidratlar

- Aljinat
- Karragenan

## 2) Proteinler

### a. Bitkisel proteinler

- Soya proteini
- Bezelye proteini
- Arpa proteini
- Mısır proteini (zein)
- Buğday proteini (gluten)

### b. Hayvansal proteinler

- Kazein
- Peynir altı suyu proteini
- Jelatin

## 3) Lipitler

Bitki ve hayvan kaynaklı yağ asitleri, alkoller, gliseritler, vakslar, fosfolipitler (lesitin ve şelak gibi)

## 4) Gıda saflığında (food grade) polimerler

- Polipropilen
- Polivinil asetat
- Polistiren
- Polibütadien.

Yukarıda listelenen duvar materyallerinin her birinin avantaj ve dezavantajları vardır. Bunlar, Tablo 2.4’de listelenmiştir [85]. Bu yüzden, neredeyse hiçbiri, bir duvar materyalinin sahip olması gereken tüm özellikleri taşımamaktadır. Bu sorunu minimize etmek için, bu duvar materyalleri genellikle kombinasyon şeklinde kullanılmaktadır.

**Tablo 2.4** Sıklıkla kullanılan duvar materyallerinin özellikleri [85]

| Duvar Materyalleri |                                                            | Özellikleri                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
|--------------------|------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Karbonhidratlar    | Hidrolize nişasta, mısır şurubu katıları, maltodekstrinler | <ul style="list-style-type: none"> <li>• İyi bir oksijen bariyeri olmaları</li> <li>• Yüksek konsantrasyonlarda bile düşük viskoziteye sahip olmaları</li> <li>• Sınırlı emülsiyon stabilize edici etkiye sahip olmaları</li> <li>• Ekonomik olmaları</li> </ul>                                             |
|                    | Modifiye nişasta, asetilenmiş nişasta, mono nişasta fosfat | <ul style="list-style-type: none"> <li>• İyi bir emülsiyon stabilize edici etkiye sahip olmaları</li> <li>• Mevzuattan dolayı, tüm dünyada kullanımına izin verilmemeleri</li> <li>• Ekonomik olmaları</li> </ul>                                                                                            |
|                    | Gamlar                                                     | <ul style="list-style-type: none"> <li>• İyi bir emülsiyon stabilize edici etkiye sahip olmaları</li> <li>• Uçucu bileşenleri etkin bir şekilde muhafaza etmeleri</li> <li>• Ulaşılabilirliklerine bağlı olarak fiyatlarının değişken olması</li> <li>• Safsızlık içermeye olasılıklarının olması</li> </ul> |
|                    | Siklodekstrinler                                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Uçucu bileşenleri etkin bir şekilde muhafaza etmeleri</li> <li>• Harika bir oksijen bariyeri olmaları</li> <li>• Nispeten pahalı olmaları</li> </ul>                                                                                                                |
| Proteinler         | Süt proteinleri                                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>• İyi bir emülsiyon stabilize edici etkiye sahip olmaları</li> <li>• Etkinliklerinin, pH ve iyonik kuvvet gibi diğer faktörlere bağlı olması</li> <li>• Alerjik etkiye sahip olmaları</li> <li>• Pahalı olmaları</li> </ul>                                           |
|                    | Diğer proteinler (soya proteini, yumurta proteini gibi)    |                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
| Lipitler           | Yağlar (süt yağı, soya yağı gibi)                          | <ul style="list-style-type: none"> <li>• İyi bir kolloidal stabiliteye sahip olmaları</li> <li>• İyi reolojik özellikleri ve nem bariyeri özellikleri</li> <li>• Ekonomik olmaları</li> </ul>                                                                                                                |
|                    | Polar lipitler (monogliserit, fosfolipit, glikolipit gibi) | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Amfifilik (hem hidrofilik hem hidrofobik) özelliğe sahip olmaları</li> <li>• İyi bir yüzey aktivitesi ve emülsiyon stabilize edici etkiye sahip olmaları</li> <li>• Pahalı olmaları</li> </ul>                                                                      |
|                    | Vakslar (mumlar)                                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Harika bir nem bariyeri olmaları</li> <li>• Püskürtmeli soğutma/dondurma işlemleri (erime noktası&gt;45°C) için uygun olmaları</li> <li>• Erimiş durumda düşük viskoziteye sahip olmaları</li> <li>• Ekonomik olmaları</li> </ul>                                   |

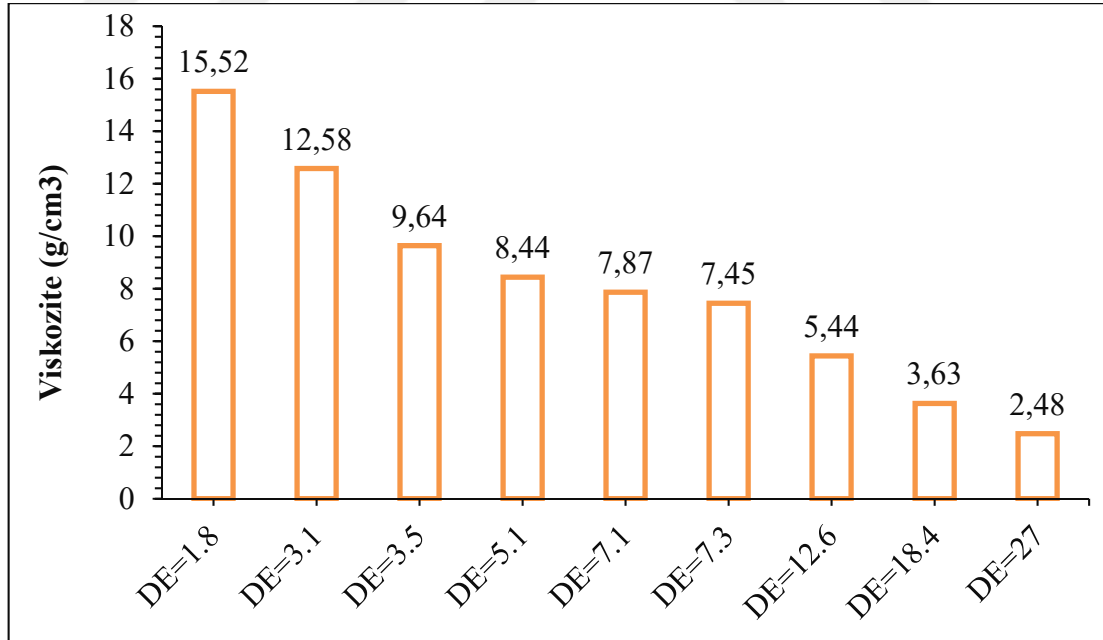
### 2.3.1. Duvar Materyalleri

#### 2.3.1.1. Maltodekstrin

Enkapsülasyonda duvar materyali/materyallerinin seçimi oldukça önemlidir. Enkapsülasyon verimi, farklı depolama koşullarında stabilite, aktif bileşenin korunabilme derecesi ve yüzey yapısı gibi özellikler, duvar materyaline bağlı olarak

değişim göstermektedir [91]. Maltodekstrin,  $\alpha$ -1,4 glikozidik bağları ile bağlanmış  $\alpha$ -D-glikoz ünitelerinden oluşan ve dekstroz eşdeğeri (DE) 20'den düşük olan tatsız bir sakkarit polimeridir [92]. Ucuz olması, nötr bir aromaya sahip olması, düşük viskoziteli çözeltiler oluşturması ve oksidasyona karşı iyi bir koruma sağlaması gibi avantajlarından dolayı gıda enkapsülasyon işlemlerinde yaygın şekilde kullanılmaktadır [93]. Emülsifiye edici özelliğinin çok düşük olması maltodekstrinin, tek başına bir kaplama maddesi olarak kullanımını kısıtlamakta ve emülsifiye edici özelliğe sahip gam arabik ya da proteinler gibi bileşenlerle birlikte kullanımını gerektirmektedir [94,95]. Yine de kaplama karışımlarına karbonhidratların ilave edilmesi, kuruyan damlacıkların etrafında kuru bir kabuk oluşumunu arttırarak duvar matriksinin kuruma özelliklerini iyileştirmektedir [96].

Şekil 2.6'da görüldüğü gibi, maltodekstrinlerin DE değerinin düşmesi ile, benzer viskozitede bir çözelti elde etmek için çözeltilere eklenebilecek maltodekstrin miktarı azalmaktadır [97]. Özellikle püskürtmeli kurutma ile yapılan enkapsülasyon işlemlerinde, duvar materyalinin konsantrasyonu ile enkapsülasyon verimi arasında doğru orantı vardır [98].



**Şekil 2.6** Maltodekstrinlerin DE değerlerine bağlı olarak viskozitelerinin değişimi [97]

Maltodekstrin, bugüne kadar birçok farklı aktif bileşenin enkapsülasyonunda duvar materyali olarak kullanılmıştır. Bu çalışmalar Tablo 2.5’de derlenmiştir:

**Tablo 2.5** Maltodekstrinin duvar materyali olarak kullanıldığı bazı enkapsülasyon çalışmaları

| Enkapsüle Edilen Aktif Bileşen | Duvar Materyali Bileşimi                                                                   | Verim (%)     | Enkapsülasyon Yöntemi                                            | Kaynak |
|--------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|------------------------------------------------------------------|--------|
| Keten tohumu yağı              | Maltodekstrin + oktenil süksinat nişasta                                                   | 95.70         | Püskürtmeli kurutma                                              | [95]   |
|                                | Maltodekstrin + PAS proteini                                                               | 62.30         |                                                                  |        |
|                                | Maltodekstrin + gam arabik                                                                 | 75            |                                                                  |        |
| Balık yağı                     | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                                                            | -             | Püskürtmeli kurutma                                              | [96]   |
|                                | Yüksek derecede dallanmış siklik dekstrin + sodyum kazeinat                                | -             |                                                                  |        |
|                                | Yüksek derecede dallanmış siklik dekstrin + PAS protein izolatu                            | -             |                                                                  |        |
|                                | Sodyum kazeinat                                                                            | -             |                                                                  |        |
| Balık yağı                     | Maltodekstrin + modifiye nişasta                                                           | -             | Püskürtmeli kurutma                                              | [99]   |
|                                | Maltodekstrin + PAS proteini                                                               | -             |                                                                  |        |
| Balık yağı                     | Maltodekstrin + soya fasulyesi çözünür polisakkaritleri                                    | 39.78 – 98.57 | Püskürtmeli kurutma/<br>Dondurarak kurutma/<br>Sprey granülasyon | [22]   |
|                                | Oktenil süksinik anhidrit nişasta + soya fasulyesi çözünür polisakkaritleri                | 47.68 – 99.39 |                                                                  |        |
|                                | Maltodekstrin + soya fasulyesi çözünür polisakkaritleri + hidroksipropil betasiklodekstrin | 28.61 – 96.10 |                                                                  |        |
| Balık yağı                     | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                                                            | -             | Dondurarak kurutma                                               | [100]  |
|                                | Laktoz + sodyum kazeinat                                                                   | -             |                                                                  |        |
| Keten tohumu yağı              | Maltodekstrin + nohut protein izolatu                                                      | 83.40         | Dondurarak kurutma                                               | [101]  |
|                                | Maltodekstrin + mercimek protein izolatu                                                   | 83.17         |                                                                  |        |

|                   |                                                            |               |                     |       |
|-------------------|------------------------------------------------------------|---------------|---------------------|-------|
| Keten tohumu yağı | Maltodekstrin + nohut protein izolatu                      | 83.62 – 88.72 | Püskürtmeli kurutma | [102] |
|                   | Maltodekstrin + mercimek protein izolatu                   | 85.61 – 90.42 |                     |       |
| Keten tohumu yağı | Maltodekstrin + metil selüloz + lesitin                    | 25.50         | Püskürtmeli kurutma | [103] |
|                   | Maltodekstrin + gam arabik + lesitin                       | 91.40         |                     |       |
|                   | Maltodekstrin + gam arabik + PAS protein izolatu + lesitin | 87.80         |                     |       |
|                   | Gam arabik + lesitin                                       | 90.50         |                     |       |
| Keten tohumu yağı | Maltodekstrin + gam arabik + ksantan gam + lesitin         | 71.40 – 93.20 | Püskürtmeli kurutma | [104] |
| Kolza yağı        | Maltodekstrin + gam arabik                                 | 79 – 93       | Püskürtmeli kurutma | [105] |
| Ayçiçek yağı      | Maltodekstrin + hidroksipropil metil selüloz               | 73.13 – 87    | Püskürtmeli kurutma | [106] |
| Zeytinyağı        | Maltodekstrin                                              | -             | Püskürtmeli kurutma | [107] |
|                   | Maltodekstrin + inülin                                     | -             |                     |       |
|                   | Maltodekstrin + gam arabik                                 | -             |                     |       |
|                   | Gam arabik + inülin                                        | -             |                     |       |
|                   | Maltodekstrin + gam arabik + inülin                        | -             |                     |       |
| Zeytinyağı        | Maltodekstrin + karboksimetil selüloz                      | 69.09         | Dondurarak kurutma  | [108] |
|                   | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                            | 36.90         |                     |       |
| Zeytinyağı        | Maltodekstrin + jelatin + gam arabik                       | 42.35         | Püskürtmeli kurutma | [109] |
|                   | Sodyum kazeinat + laktoz                                   | 52.98         |                     |       |
|                   | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                            | 38.52         |                     |       |
|                   | Modifiye nişasta + laktoz                                  | 33.43         |                     |       |
| Zeytinyağı        | Maltodekstrin + karboksimetil selüloz                      | -             | Dondurarak kurutma  | [110] |
|                   | Maltodekstrin + aljinat                                    | -             |                     |       |
|                   | Maltodekstrin + gam arabik                                 | -             |                     |       |

|                                                                                |                                                 |               |                     |       |
|--------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|---------------|---------------------|-------|
| Ceviz yağı                                                                     | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                 | 36.90         | Dondurarak kurutma  | [111] |
|                                                                                | Maltodekstrin + karboksimetil selüloz + lesitin | 69.09         |                     |       |
| Ceviz yağı ve chia yağı                                                        | Maltodekstrin + hidroksipropil metil selüloz    | 73            | Püskürtmeli kurutma | [93]  |
| Soya yağı                                                                      | Maltodekstrin + gam arabik                      | 72.20 – 72.80 | Püskürtmeli kurutma | [112] |
|                                                                                | Maltodekstrin + gam arabik + glikoz             | 73.40         |                     |       |
|                                                                                | Maltodekstrin + gam arabik + süktroz            | 73.30         |                     |       |
|                                                                                | Maltodekstrin + gam arabik + laktoz             | 69.60         |                     |       |
|                                                                                | Gam arabik                                      | 74.30         |                     |       |
|                                                                                | Gam arabik + mısır nişastası                    | 29.60         |                     |       |
|                                                                                | Gam arabik + glikoz                             | 91.80         |                     |       |
|                                                                                | Gam arabik + mısır nişastası katıları           | 71.70 – 73.80 |                     |       |
| Avokado yağı                                                                   | Maltodekstrin + PAS proteini                    | 44.52 – 66.18 | Püskürtmeli kurutma | [113] |
|                                                                                | PAS proteini                                    | 59.62         |                     |       |
| Makadamia yağı                                                                 | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                 | 88.75         | Püskürtmeli kurutma | [114] |
| Kırmızı pitaya (Ejder meyvesi) çekirdeği yağı ( <i>Hylocereus polyrhizus</i> ) | Maltodekstrin + gam arabik                      | 77.61         | Püskürtmeli kurutma | [115] |
|                                                                                | Maltodekstrin + sodyum kazeinat                 | 98.06         |                     |       |
|                                                                                | Maltodekstrin + PAS proteini                    | 90.58         |                     |       |
|                                                                                | Gam arabik + laktoz                             | 85.30         |                     |       |
|                                                                                | Sodyum kazeinat + laktoz                        | 96.24         |                     |       |
|                                                                                | PAS proteini + laktoz                           | 90.12         |                     |       |
| Mandalina yağı                                                                 | Maltodekstrin + gam arabik                      | 98.40 – 99.60 | Püskürtmeli kurutma | [116] |

|                                |                                                   |               |                                         |       |
|--------------------------------|---------------------------------------------------|---------------|-----------------------------------------|-------|
| Portakal kabuğu yağı           | Maltodekstrin                                     | 30            | Püskürtmeli kurutma                     | [117] |
|                                | Mesquite gam                                      | 80.50         |                                         |       |
|                                | Maltodekstrin + mesquite gam                      | 60 – 84.60    |                                         |       |
| Yeşil kahve yağı               | Maltodekstrin + oktenil süksinik anhidrit nişasta | 83.10 – 98.90 | Püskürtmeli kurutma                     | [118] |
|                                | Maltodekstrin + gam arabik                        | 82.30 – 84.90 |                                         |       |
| Kavrulmuş kahve yağı           | Maltodekstrin + PAS izolatu                       | 79.87 – 86.33 | Püskürtmeli kurutma                     | [119] |
| Zencefil yağı                  | Maltodekstrin + peynir altı suyu proteini         | -             | Püskürtmeli kurutma                     | [120] |
| Linoleik asit                  | Maltodekstrin                                     | -             | Püskürtmeli kurutma                     | [121] |
|                                | Gam arabik                                        | -             |                                         |       |
| Linoleik asit                  | Maltodekstrin                                     | 49            | Püskürtmeli kurutma                     | [122] |
|                                | Gam arabik                                        | 97            |                                         |       |
| Linoleik asit                  | Maltodekstrin                                     | -             | Sıcak hava kurutma / Dondurarak kurutma | [123] |
|                                | Gam arabik                                        | -             |                                         |       |
|                                | Pullulan                                          | -             |                                         |       |
| Fok balığı yağı (seal blubber) | Maltodekstrin + Tween 80                          | -             | Püskürtmeli kurutma                     | [124] |
|                                | $\beta$ – siklodekstrin + Tween 80                | -             |                                         |       |
|                                | Mısır şurubu katıları + Tween 80                  | -             |                                         |       |
| Biberiye (esansiyel) yağı      | Maltodekstrin + modifiye nişasta                  | 60.22         | Püskürtmeli kurutma                     | [125] |
|                                | Maltodekstrin + gam arabik                        | 45.45         |                                         |       |
|                                | Gam arabik                                        | 56.83         |                                         |       |
|                                | Modifiye nişasta                                  | 56.79         |                                         |       |
|                                | Modifiye nişasta + inülin                         | 45.45         |                                         |       |
|                                | Gam arabik + inülin                               | 29.53         |                                         |       |
| Biberiye (esansiyel) yağı      | Maltodekstrin + modifiye nişasta                  | -             | Püskürtmeli kurutma                     | [126] |
| Nane (esansiyel) yağı          | Maltodekstrin                                     | -             | Püskürtmeli kurutma                     | [127] |
| Kimyon (esansiyel) yağı        | Maltodekstrin + PAS proteini                      | 81.75 – 85.88 | Püskürtmeli kurutma                     | [128] |
|                                | PAS                                               | 78.81         |                                         |       |
|                                | Maltodekstrin + yağsız süt tozu                   | 68.06 – 69.84 |                                         |       |
|                                | Yağsız süt tozu                                   | 74.14         |                                         |       |

|                                                                   |                                               |               |                     |       |
|-------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|---------------|---------------------|-------|
| Aroma maddeleri (Durian meyvesi – <i>Durio zibethinus</i> Murr)   | Maltodekstrin                                 | -             | Püskürtmeli kurutma | [129] |
|                                                                   |                                               | -             | Dondurarak kurutma  |       |
| Aroma maddeleri (sıvı peynir aroması)                             | Maltodekstrin                                 | 59 – 69.80    | Püskürtmeli kurutma | [130] |
|                                                                   | Oktenil süksinat nişasta                      | 83.30 – 94.30 |                     |       |
|                                                                   | Maltodekstrin + oktenil süksinat nişasta      | 77.70 – 77.90 |                     |       |
| D – limonen                                                       | Maltodekstrin + gam arabik                    | -             | Püskürtmeli kurutma | [131] |
|                                                                   | Gam arabik                                    | -             |                     |       |
|                                                                   | Modifiye nişasta                              | -             |                     |       |
| Oleoresin (kakule – <i>Elletaria cardamomum</i> )                 | Maltodekstrin                                 | -             | Püskürtmeli kurutma | [132] |
|                                                                   | Gam arabik                                    | -             |                     |       |
|                                                                   | Maltodekstrin + gam arabik                    | -             |                     |       |
| Oleoresin (kimyon)                                                | Maltodekstrin + gam arabik + modifiye nişasta | -             | Püskürtmeli kurutma | [133] |
| β – karoten                                                       | Maltodekstrin                                 | -             | Püskürtmeli kurutma | [134] |
|                                                                   | Maltodekstrin + glikoz                        | -             |                     |       |
|                                                                   | Maltodekstrin + galaktoz                      | -             |                     |       |
|                                                                   | Maltodekstrin + laktoz                        | -             |                     |       |
| β - karoten                                                       | Maltodekstrin                                 | -             | Püskürtmeli kurutma |       |
|                                                                   |                                               | -             | Tambur kurutucu     |       |
|                                                                   |                                               | -             | Dondurarak kurutma  |       |
| Biksin (bir çeşit karotenoid) (Annatto – <i>Bixa orellana</i> L.) | Maltodekstrin                                 | 54            | Püskürtmeli kurutma | [135] |
|                                                                   | Maltodekstrin + sükroz                        | 42.20         |                     |       |
|                                                                   | Maltodekstrin + Tween 80                      | 75.10         |                     |       |
|                                                                   | Gam arabik + sükroz                           | 86.40         |                     |       |
| Klorofil                                                          | Maltodekstrin                                 | -             | Püskürtmeli kurutma | [136] |

|                                                                               |                                      |               |                                            |       |
|-------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|---------------|--------------------------------------------|-------|
|                                                                               | Gam arabik                           | -             |                                            |       |
|                                                                               | Oktenil süksinat anhidrit nişasta    | -             |                                            |       |
| Antosiyanin (Siyah havuç - <i>Daucuscarota</i> L.)                            | Maltodekstrin                        | -             | Püskürtmeli kurutma                        | [137] |
| Antosiyanin (Safran yaprağı)                                                  | Maltodekstrin                        | -             | Dondurarak kurutma                         | [138] |
|                                                                               | Gam arabik                           | -             |                                            |       |
|                                                                               | Maltodekstrin + gam arabik           | -             |                                            |       |
| Antosiyanin (Diken üzümü – <i>Berberis vulgaris</i> )                         | Maltodekstrin                        | 86.07 – 93.09 | Püskürtmeli kurutma                        | [139] |
|                                                                               | Maltodekstrin + gam arabik           | 89.09 – 96.22 |                                            |       |
|                                                                               | Maltodekstrin + jelatin              | 87.57 – 94.97 |                                            |       |
| Antosiyanin (nar suyu)                                                        | Maltodekstrin                        | 89.40 – 100   | Püskürtmeli kurutma                        | [140] |
|                                                                               | Soya fasulyesi protein izolatu       | 35.80 – 100   |                                            |       |
| Prosiyanidin (üzüm çekirdeği)                                                 | Maltodekstrin + gam arabik           | 97.70 – 99.70 | Püskürtmeli kurutma                        | [141] |
| Betain (kırmızı pancar)                                                       | Maltodekstrin + gam arabik           | -             | Püskürtmeli kurutma/<br>Dondurarak kurutma | [142] |
|                                                                               | Maltodekstrin + pektin               | -             |                                            |       |
|                                                                               | Maltodekstrin + ksantan gam          | -             |                                            |       |
| Betain (mor kaktüs meyvesi – <i>Opuntia stricta</i> )                         | Maltodekstrin                        | 18.07 – 38.38 | Püskürtmeli kurutma                        | [143] |
|                                                                               | Maltodekstrin + jelatin              | 20.09 – 57.30 |                                            |       |
| İndikaksantin (bir çeşit betain) (Hint inciri - <i>Opuntia ficus indica</i> ) | Maltodekstrin                        | -             | Püskürtmeli kurutma                        | [144] |
| Polifenoller (mor kaktüs meyvesi – <i>Opuntia ficus indica</i> )              | Maltodekstrin                        | 72.80         | Püskürtmeli kurutma                        | [145] |
|                                                                               | İnulin                               | 74.60         |                                            |       |
|                                                                               | Soya protein izolatu                 | 79.70         |                                            |       |
|                                                                               | Maltodekstrin + soya protein izolatu | 84.70         |                                            |       |
|                                                                               | İnulin + soya protein izolatu        | 86.50         |                                            |       |
| Polifenoller (kırmızı şarap)                                                  | Maltodekstrin                        | -             | Dondurarak kurutma                         | [146] |

|                                             |                                            |                   |                                                  |       |
|---------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------|--------------------------------------------------|-------|
| Polifenoller<br>(nar suyu)                  | Maltodekstrin                              | 51.40 – 82.80     | Püskürtmeli<br>kurutma                           | [140] |
|                                             | Soya fasulyesi protein<br>izolatı          | 36.60 – 62.80     |                                                  |       |
| Polifenoller<br>(Defne<br>infüzyonu)        | Maltodekstrin                              | 70                | Püskürtmeli<br>kurutma                           | [147] |
| Polifenoller<br>(tarçın<br>infüzyonu)       | Maltodekstrin                              | 85                | Püskürtmeli<br>kurutma                           | [148] |
| Polifenoller<br>(zeytin posası<br>özütü)    | Maltodekstrin                              | 65 – 77           | Püskürtmeli<br>kurutma                           | [149] |
| Polifenoller<br>(yeşil çay)                 | Maltodekstrin                              | 69 – 76           | Püskürtmeli<br>kurutma/<br>Dondurarak<br>kurutma | [150] |
|                                             | $\beta$ -siklodekstrin                     | 67 – 75           |                                                  |       |
|                                             | Maltodekstrin + $\beta$ -<br>siklodekstrin | 40 – 60           |                                                  |       |
| Polifenoller<br>(soğan kabuğu)              | Maltodekstrin                              | $\approx 65$      | Dondurarak<br>kurutma                            | [151] |
|                                             | Maltodekstrin + gam<br>arabik              | $\approx 51 – 60$ |                                                  |       |
| Polifenoller<br>(siyah kuş<br>üzümü posası) | Maltodekstrin                              | -                 | Püskürtmeli<br>kurutma                           | [152] |
|                                             | İnülin                                     | -                 |                                                  |       |

Tablo 2.5’den de anlaşılabacağı üzere, maltodekstrinin, yüzey aktif özelliğe sahip diğer duvar materyalleri ile (PAS proteinleri, jelatin, gam arabik gibi) birlikte kullanılması, özellikle yağ ve aroma maddelerinde enkapsülasyon veriminin yükselmesine yol açmaktadır. Böyle kombine duvar materyalleri sistemlerinde, maltodekstrin, matris oluşturucu bileşen; lipit (lesitin) ya da protein bazlı diğer duvar materyalleri ise emülsifiye edici ajan olarak görev yapmaktadır [153]. Formülasyona yüzey aktif özelliğe sahip bileşenlerin ilave edilmesinin yanı sıra, Mongenot ve ark. (2000), ultrasonik emülsifikasyonun da maltodekstrin ile stabil emülsiyonların ve sonuç olarak daha etkin enkapsülasyon işlemlerinin elde edilmesine yardımcı olduğunu belirlemişlerdir [130].

Yapılan birçok çalışmada, maltodekstrinin dekstroz eşdeğerliği değerinin, enkapsülasyon verimi ve depolama süresince aktif bileşenin korunması üzerine etkili olduğu tespit edilmiştir. Anandaraman ve Reineccius (1986), maltodekstrinin DE değerinin yükselmesi ile enkapsüle portakal kabuğu yağının oksidasyona karşı daha iyi şekilde korunduğunu bildirmiştir [154]. Benzer şekilde, püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilen balık yağlarının enkapsülasyon veriminin, maltodekstrinin DE değeri

ile paralel şekilde artış gösterdiği görülmüştür [155]. Hogan ve ark. (2001), bu ilişkinin sebebini, kuruma esnasında daha az gözenekli, daha tekdüze ve böylece çözgene karşı daha dayanıklı matrisler oluşturan yüksek DE değerlerine sahip maltodekstrinlerdeki daha küçük yapıdaki oligosakkaritler olarak açıklamışlardır [156]. Campelo ve ark. (2017) ise DE değeri yüksek maltodekstrinlerin daha düşük viskoziteye sahip emülsiyonların elde edilmesine ve böylece yağ damlacıklarının boyutunun küçülmesine sebep olduğunu belirtmişlerdir [157]. Ancak, yüksek DE sahip maltodekstrinlerin higroskopik olmasının, elde edilen enkapsüle tozun fiziksel özelliklerini olumsuz etkileyebileceği unutulmamalıdır [158]. Yukarıda özetlenen çalışmalardan farklı olarak Kagami ve ark. (2003), özellikle farklı duvar materyallerinden oluşan kombinasyonlarda, enkapsüle ürünün oksidatif stabilitesinin iyileştirilmesinde maltodekstrinin DE değerinin tek belirleyici olamayacağını ileri sürmüşlerdir [96].

#### **2.3.1.2. Gam arabik**

Akasya gamı olarak da bilinen gam arabik; galaktoz, arabinoz, ramnoz ve glukuronik asitten meydana gelen ve çeşitli Acacia ağaçlarının doğal sızıntısından elde edilen bir hidrokolloiddir [159]. Gam arabik; kokusuz, renksiz, tatsız bir bileşendir; bu yüzden, ilave edildiği sistemin fiziksel özelliklerini etkilememektedir [87]. Gam arabik aslında heterojen bir maddedir ve iki ana kısımdan oluşur: a) Gamın yaklaşık %70'ini oluşturan polisakkarit zincirleri ve b) yüksek moleküler ağırlığa sahip ve yapısında protein kısımları da içeren moleküller [160]. Emülsifiye edici özelliğe sahip olmasının sebebi, bileşiminde çok düşük miktarda da (yaklaşık %2) olsa bulunan bu protein kısımlarıdır [161]. Ancak, gam arabik çözeltileri yüksek sıcaklıklarda hazırlanmamalıdır; çünkü, yüksek sıcaklık, proteinli kısımların çökerek çözeltiden uzaklaşmasına ve böylece gamın, emülsifiye edici özelliğinin kaybolmasına yol açmaktadır [162]. Gam arabığın suda çözünürlüğü (yaklaşık %50, w/v) oldukça yüksektir ve diğer gamlara oranla daha düşük viskoziteli çözeltilerin oluşmasını sağlar [163]. Çeşitli gamlar ile oluşturulan %1'lik çözeltilerin viskozite değerleri Tablo 2.6'da verilmiştir. Bu özelliğinden dolayı püskürtmeli kurutucu ile yapılan enkapsülasyon işlemlerinde duvar materyali olarak sıklıkla tercih edilmektedir. Ayrıca pH 2.2'nin üzerinde hafif bir negatif yüke sahip olduğu ve böylece pozitif yüklü moleküllere karşı bir çekim oluşturduğu için koaservasyonla enkapsülasyon uygulamalarında da kullanılmaktadır [164]. Ancak, gam arabığın pahalı bir bileşen

olmasından dolayı koaservasyonla mikroenkapsülasyon işlemlerinde gam arabığe alternatif olarak karboksimetil selüloz, pektin, karregen, aljinat ve aljinat türevleri gibi diğer negatif yüklü moleküllerin kullanımı da göze çarpmaktadır [10,165].

**Tablo 2.6** Çeşitli gamların %1’lik çözeltilerinin viskozite değerleri [164]

| <b>Gam</b>                         | <b>%1’lik çözeltisinin Brookfield RVT 20 rpm’de okunan viskozite değeri (cps)</b> |
|------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| Guar gam                           | 3500                                                                              |
| Keçiboynuzu gamı (locust bean gum) | 3000                                                                              |
| Kitre (gum tragacanth)             | 700                                                                               |
| Karragenan (Lambda)                | 500                                                                               |
| Gam arabik                         | 5                                                                                 |

Gam arabik, mükemmel bir emülsifiye edici özelliğe ve film oluşturma yeteneğine sahip olduğu ve birçok yağ ile çok geniş bir pH aralığında stabil emülsiyonlar oluşturduğu için yağ enkapsülasyonuna oldukça uygun bir duvar materyalidir [166,167]. Ancak gam arabik, diğer birçok yüzey aktif biyopolimere göre yağ-su ara yüzeylerinde nispeten düşük bir afiniteye sahip olduğundan, dayanıklı emülsiyonların elde edilmesi için daha yüksek konsantrasyonlarda kullanılmalıdır [168].

Uçucu bileşenlerin enkapsülasyonunda da gam arabik başarıyla kullanılmaktadır. Bunun sebebi, gam arabığın camsı bir özellikten ziyade plastik özelliğe sahip olması ve böylece enkapsülasyon sonucunda aktif bileşenin yüzeyinde oluşan koruyucu matrisin çatlamasını önlemesidir [169]. Örneğin; Janiszewska ve Witrowa-Rajchert (2009) da biberiye yağının uçucu bileşenlerinin enkapsülasyonunda gam arabığın, maltodekstrine kıyasla daha yüksek bir aroma koruma özelliğine sahip olduğunu belirlemiştir [170]. Ancak gam arabığın pahalı olması, bileşiminin çevresel koşullardan büyük ölçüde etkilenmesi ve kolay erişilebilir özellikte olmaması, araştırmacıları, gam arabığı başka duvar materyalleri ile birlikte kullanmaya yöneltmektedir [171]. Gam arabik ile kombine şekilde kullanılan diğer duvar materyalleri aynı zamanda, elde edilen enkapsüle ürünün fonksiyonelliğinin de değiştirilmesine imkan tanımaktadır. Örneğin; Yeo ve ark. (2005), gam arabik ile birlikte jelatini de kullanarak aromatik yağların uçucu bileşenlerinin, sıcaklığa bağlı olarak (sıcaklığın yükselmesi ile) çözünüp kontrollü şekilde salınmasını

sağlamışlardır. Burada, duvar materyalinin sıcaklığa bağlı şekilde çözünürlüğünün değişmesini sağlayan duvar materyali olarak jelatin tercih edilmiştir [172].

**Tablo 2.7** Gam arabiğin duvar materyali olarak kullanıldığı enkapsülasyon çalışmaları

| Enkapsüle Edilen Aktif Bileşen | Duvar Materyali Bileşimi                       | Verim (%)     | Enkapsülasyon Yöntemi | Kaynak |
|--------------------------------|------------------------------------------------|---------------|-----------------------|--------|
| Keten tohumu yağı              | Gam arabik +jelatin                            | 84            | Kompleks koaservasyon | [173]  |
| Ayçiçek yağı                   | Gam arabik + PAS proteini                      | -             | Kompleks koaservasyon | [174]  |
| Balık yağı (ton balığı)        | Gam arabik                                     | -             | Kompleks koaservasyon | [175]  |
|                                | PAS protein izolatu                            | -             |                       |        |
|                                | Gam arabik + PAS protein izolatu               | -             |                       |        |
| Soya yağı                      | Gam arabik                                     | 48 – 100      | Püskürtmeli kurutma   | [176]  |
| Portakal ve limon yağı         | Gam arabik + PAS proteini                      | -             | Kompleks koaservasyon | [174]  |
| Annatto çekirdeği yağı         | Gam arabik                                     | 85.10         | Püskürtmeli kurutma   | [177]  |
|                                |                                                | 80            | Dondurarak kurutma    |        |
| Linoleik asit                  | Gam arabik                                     | -             | Püskürtmeli kurutma   | [178]  |
| Nane yağı                      | Gam arabik                                     | 80.66         | Püskürtmeli kurutma   | [179]  |
|                                | Gam arabik + oktenil süksinat nişasta          | 84.19         |                       |        |
|                                | Guar gam hidrolizat + oktenil süksinat nişasta | 77.56         |                       |        |
|                                | Guar gam hidrolizat oleat                      | 72.98         |                       |        |
| Nane yağı                      | Gam arabik + jelatin                           | -             | Koaservasyon          | [180]  |
| D – limonen                    | Maltodekstrin + gam arabik                     | -             | Püskürtmeli kurutma   | [131]  |
|                                | Gam arabik                                     | -             |                       |        |
|                                | Modifiye nişasta                               | -             |                       |        |
| Limonen                        | Gam arabik                                     | 60.20 – 75.30 | Dondurarak kurutma    | [181]  |
|                                | Sükroz                                         | 4.20 – 6.40   |                       |        |
|                                | Jelatin                                        | 65.10 – 66    |                       |        |

|                                                             |                                               |               |                     |       |
|-------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|---------------|---------------------|-------|
|                                                             | Gam arabik + süzkroz                          | 27.20 – 57.10 |                     |       |
|                                                             | Gam arabik + jelatin                          | 41.70 – 54.20 |                     |       |
|                                                             | Süzkroz + jelatin                             | 36.40 – 49.80 |                     |       |
|                                                             | Gam arabik + süzkroz + jelatin                | 33.40 – 71.80 |                     |       |
| Mentol                                                      | Gam arabik                                    | 68 – 72       | Püskürtmeli kurutma | [182] |
|                                                             | Oktenil süksinik anhidrit nişasta             | 79 – 87       |                     |       |
| Monoterpenler (sitral, linalol, β–mirsen, limonen, β–pinen) | Gam arabik                                    | -             | Püskürtmeli kurutma | [183] |
| Oleoresin (kakule)                                          | Gam arabik                                    | -             | Püskürtmeli kurutma | [169] |
|                                                             | Maltodekstrin                                 | -             |                     |       |
|                                                             | Oktenil süksinat nişasta                      | -             |                     |       |
| Oleoresin (kırmızı biber)                                   | Gam arabik                                    | -             | Püskürtmeli kurutma | [184] |
| Oleoresin (kırmızı biber)                                   | Gam arabik                                    | -             | Püskürtmeli kurutma | [185] |
|                                                             | Soya protein izolatu                          | -             |                     |       |
| Oleoresin (zerdeçal)                                        | Gam arabik                                    | 16.73         | Püskürtmeli kurutma | [171] |
|                                                             | Maltodekstrin                                 | 36.37         |                     |       |
|                                                             | Modifiye nişasta                              | 11.84         |                     |       |
|                                                             | Gam arabik + maltodekstrin                    | 11.78 – 40.56 |                     |       |
|                                                             | Gam arabik + modifiye nişasta                 | 32.74 – 45.23 |                     |       |
|                                                             | Maltodekstrin + modifiye nişasta              | 7.96 – 20.72  |                     |       |
|                                                             | Gam arabik + maltodekstrin + modifiye nişasta | 31.23 – 33.84 |                     |       |
| Vanilin                                                     | Gam arabik                                    | 57.89         | Püskürtmeli kurutma | [186] |
|                                                             | Gam arabik ikame maddesi (Amiogum 688)        | 58.61         |                     |       |
|                                                             | Okside mısır nişastası                        | 60.89         |                     |       |
|                                                             | Okside amarant nişastası                      | 58.61         |                     |       |

|                                                                  |                                         |   |                        |       |
|------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|---|------------------------|-------|
| Betalain<br>(kırmızı pancar)                                     | Gam arabik                              | - | Püskürtmeli<br>kurutma | [187] |
| Betalain<br>(kırmızı pancar<br>suyu)                             | Maltodekstrin                           | - | Püskürtmeli<br>kurutma | [188] |
|                                                                  | Gam arabik                              | - |                        |       |
|                                                                  | Maltodekstrin + gam<br>arabik           | - |                        |       |
| Biyoaktif<br>bileşenler<br>(krosin,<br>pikrokrosin,<br>safranal) | Gam arabik +<br>maltodekstrin           | - | Püskürtmeli<br>kurutma | [189] |
|                                                                  | Maltodekstrin                           | - |                        |       |
|                                                                  | Maltodekstrin + jelatin                 | - |                        |       |
|                                                                  | Gam arabik +<br>maltodekstrin + jelatin | - |                        |       |
| Askorbik asit                                                    | Gam arabik                              | - | Püskürtmeli<br>kurutma | [190] |
|                                                                  | Pirinç nişastası + jelatin              | - |                        |       |

Tablo 2.7’de gam arabığın duvar materyali olarak kullanıldığı enkapsülasyon çalışmalarının bazıları özetlenmiştir. Görüldüğü üzere, gerek duvar materyalinin fonksiyonelliğini geliştirmek, gerek kullanılacak enkapsülasyon yöntemine bağlı olarak duvar materyalinin özelliklerini değiştirmek amacıyla gam arabik genellikle diğer duvar materyalleri ile birlikte kullanılmıştır.

### 2.3.1.3. Peyniraltı suyu (PAS) proteini

Gıdaların önemli bir bileşeni olan proteinler aynı zamanda jelleşme, köpürme, su bağlama, sıcaklıkla pıhtılaşma, emülsifiye edici, gıdalarda tekstür oluşturma gibi mükemmel fonksiyonel özelliklere sahiptir [14,191,192]. Enkapsülasyon işleminde çoğunlukla kullanılan ve bu işlemde esas görevleri emülsifikasyonu sağlamak olan proteinler jelatin, soya proteini, kazein/kazeinat ve PAS proteinleridir [193,194].

Peynir ve kazein üretiminin bir yan ürünü olan PAS proteinleri, esas olarak  $\alpha$ -laktalbumin,  $\beta$ -laktoglobulin, immunoglobulin ve serum albümininden meydana gelmektedir [87].  $\beta$ -laktoglobulinin izoelektrik noktası 5.20 iken;  $\alpha$ -laktalbuminin izoelektrik noktası 4.30–4.70 aralığında değişim göstermektedir [195]. Kazeinden farklı olarak PAS proteinleri, her pH’da çözünmekte ve özellikle 70°C’nin üzerinde yoğun bir şekilde denatüre olmaktadır [196]. Ayrıca PAS proteinlerinin, su içerisinde yağ emülsiyon sistemlerinde sodyum kazeinat ve kazeinden daha etkili bir emülsifiye edici ajan olduğu bilinmektedir [197]. Bu özelliğini de içerdiği  $\beta$ -laktoglobulin ve  $\alpha$ -laktalbuminin, yağ-su ara yüzeyine tutunma yeteneğinin yüksek

olmasına borçludur [198]. Kaplama maddesi olarak PAS proteinlerinin kullanımının dezavantajları ise ısı ile denatüre olmaya karşı hassas olmaları ve püskürterek kurutma işleminden önce emülsiyonun parçacık boyutunu etkilemeleridir [199]. Süt proteinlerinin, karbonhidratlara kıyasla daha pahalı olmaları ve tek bir kaplama maddesinin, istenilen tüm özelliklere sahip olmamasından dolayı karbonhidrat–protein karışımları kullanılarak enkapsülasyon özelliklerinin iyileştirilmesine odaklanılmıştır [156]. Fosfolipit ve yağdan oluşan bir yüzey aktif ajan olan lesitin de proteinlerle birlikte enkapsülasyon sistemlerinde kullanılması emülsiyon stabilitesi üzerine sinerjistik bir etki göstermektedir [200].

PAS proteinleri, hem hidrofilik hem hidrofobik hem de suda dağılabilen (dispers olabilen) bileşenlerin enkapsülasyonunda kullanılmaktadır [201]. Bugüne kadar PAS proteinleri ile enkapsüle edilen hidrofobik bileşenler arasında susuz süt yağı [202,203], soya yağı [204], konjuge linoleik asit [205,206],  $\alpha$ -linolenik asit [207],  $\alpha$ -tokoferol [208,209], balık yağı [210–212], aroma bileşenleri (D–limonen, (E)–2–hekzenal, sinnamaldehit, sitral) [213], etil hekzanoat (bir tür aroma) [214], chia esansiyel yağı [215], D<sub>3</sub> vitamini [216], E vitamini [217], kantaksantin (bir çeşit karotenoid) [218], kuersetin [219] ve annatto (*Bixa orellana* L.) çekirdeği yağı [220] bulunmaktadır. Enkapsüle edilen hidrofilik bileşenler arasında ise 3–metilbütiraldehit (bir aroma bileşeni) [221], antosiyanin [222–225], prosiyanidin [226], sumak (*Rhus coriaria*) aroması [227], kafein [228], riboflavin (B<sub>2</sub> vitamini) [229], folik asit (B<sub>9</sub> vitamini) [230], aroma maddeleri (safranda bulunan krosin ve pikrokrosin) [231], betalain [232], kateşin (epigallokateşin gallat) [233], fenolik bileşenler (Kerkede bitkisi – *Hibiscus sabdariffa* L.) [234] yer almaktadır.

PAS proteinleri aynı zamanda mikroorganizmaların enkapsülasyonunda da sıklıkla tercih edilmektedir. Bakterilerin başarılı bir şekilde enkapsüle edilebilmesi için jel oluşumu ve oluşan jelin özellikleri büyük önem taşımaktadır. PAS proteinlerinin ısı ile denatüre edilmesi ve bunu takiben asit, tuz veya polielektrolitlerle soğuk jelleşmenin sağlanması yoluyla PAS proteinlerinden de jel elde edilebilmektedir [235]. Isı ile zarar gören mikroorganizmaların enkapsülasyonunda genellikle soğuk jelleşme yöntemi tercih edilmektedir [236]. Ayrıca ortam pH'sının PAS proteinlerinin izoelektrik noktalarının altında olması durumunda, proteinlerin net yüklerinin pozitif olması ve böylece proteinlerin, negatif yüklü polisakkaritlerle (aljinat, karragenan,

pektin gibi) kolayca etkileşime girebilmeleri de PAS proteinlerinin kullanımını teşvik etmektedir [237]. Proteinlerin kullanıldığı enkapsülasyon duvar sistemlerinin bir diğer yararı da gıda proteinlerinin sindirim enzimleri ile hidrolizlenmesi sonucunda, *in vivo* birçok olumlu fizyolojik etkiye sahip olan biyoaktif peptitlerin açığa çıkmasıdır [238].

Enkapsülasyon etkinliği, mikroorganizmanın suşuna bağlı olmakla birlikte PAS proteinleri *Bifidobacteria* [239], *Lactobacillus acidophilus* Ki, *Lactobacillus paracasei* L26, *Bifidobacterium animalis* BB-12 [240], *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* Bb-12 [241], *Lactobacillus rhamnosus* GG [242,243], *Lactobacillus rhamnosus* CRL 1505 [244], *Lactobacillus rhamnosus* R011 [245], *Lactobacillus plantarum* [246–248], *Lactobacillus acidophilus* NCIMB 701748 [249] gibi probiyotiklerin ve *Saccharomyces boulardii* [250–252] gibi mayaların enkapsülasyonunda kullanılmıştır. PAS proteinlerinin, mikroorganizmaların çevresini sararak, onları olumsuz koşullara (düşük pH, safra tuzu gibi) karşı korudukları görülmüştür [253].

### 2.3.2. Enkapsülasyon Yöntemleri

Gıda endüstrisinde kullanılan enkapsülasyon yöntemleri üç ana başlık altında toplanmaktadır: Fiziksel yöntemler, kimyasal yöntemler ve fizikokimyasal yöntemler.

#### Fiziksel Yöntemler

##### a. Püskürtmeli kurutma

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 10–400 [10]
- Avantajları
  - İşlem maliyetlerinin düşük olması
  - Ekipmanlarının kolay temin edilebilmesi
  - İşlem şartlarının esnek olması [9,166]
- Dezavantajları
  - Gıda endüstrisinde tüm püskürtmeli kurutma işlemlerinde su ile oluşturulan formülasyonlar kullanıldığı için, enkapsülasyonda kullanılan duvar materyalleri suda çözünmeli [254]
  - İşlem sırasında kullanılan yüksek sıcaklığın, ısıya karşı hassas bileşenlere zarar vermesi [166]
  - Parçacık boyutlarının kontrolünün zor olması [11]

- Kullanıldığı ürünler

- **Yağlar** : ayçiçek yağı [106], zeytinyağı [109], balık yağı [22,99,167,255–258], keten tohumu yağı [95,102,103,161,259], kanola yağı [260], kahve yağı [118,119,261], ceviz yağı [262], çörek otu yağı [263], chia yağı [93,215,264,265], gac (*Momordica conchinchinensis*) çekirdeği yağı [266], acı kırmızı biber (chili) çekirdeği yağı [267], Makadamya yağı [114], avokado yağı [113], kırmızı Pitaya çekirdeği yağı [115], mürekkep balığı (squid) yağı [268]
- **Uçucu yağlar** : kakule (*Elettaria cardamomum*) [269], mercanköşk yağı (*Origanum vulgare* L.) [270–272], biberiye yağı [126,273,274], nane yağı [275], mandalina yağı [116], misket limonu yağı [276], tarçın yağı [277]
- **Vitaminler** : C vitamini [278–281]
- **Renk maddeleri** :  $\beta$ -karoten [282–285], lutein [286], likopen [287], biksin [135], karotenoidler [288], kantaksantin [218], astaksantin [289,290], antosiyanin [139,291,292],  $\beta$ -siyanin [293]
- **Mikroorganizmalar** : *Saccharomyces cerevisiae* var. *boulardii* [252], *Lactobacillus acidophilus* NRRL B-4495 ve *Lactobacillus rhamnosus* NRRL B-442 [294], *Lactobacillus plantarum* [295,296], *Lactobacillus casei* [297], *Bifidobacterium animalis* spp. *lactis* [298]
- **Aroma bileşenleri** : D-limonen [131], sumak aroması [299], etil n-hekzanoat [300]etil hekzanoat [301], sitral ve linalil asetat [302], sitral, linalol,  $\beta$ -mirsen, limonen,  $\beta$ -pinen [183], etil bütirat, etil kaprilat [303], kakao aroma bileşenleri [304], ticari çilek aroması ve portakal aroması [305]
- **Diğer** : skualen [306], mangiferin [307], fenolik bileşikler [308]

b. Püskürtmeli soğutma – dondurma

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 20–200 [10]
- Avantajları
  - İşlem maliyetlerinin düşük olması
  - Üretim kapasitesinin yüksek olması [309]
  - Isıya karşı hassas olan bileşenlerin zarar görmeden enkapsüle edilebilmesi [310]

- Dezavantajları
  - Enkapsülasyon veriminin düşük olduğu ürünlerin elde edilmesi [18]
  - Bu teknikte duvar materyali olarak bitkisel yağ veya onun türevleri kullanıldığı için elde edilen mikrokapsüllerin suda çözünmemesi [9]
  - Elde edilen mikrokapsüllerin yüzeyinin pürüzlü olması [310]
  - Soğutma hızının çok yüksek olması durumunda, duvar materyalinin kristalize olması ve buna bağlı olarak duvar materyalinin bariyer özelliğinin azalması [311]
- Kullanıldığı ürünler
  - **Vitaminler** :  $\alpha$ -tokoferol [312], askorbik asit [313–315], D<sub>3</sub> vitamini (kolekalsiferol) [316]
  - **Renk maddeleri** : likopen [317]
  - **Mikroorganizmalar** : *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* ve *Lactobacillus acidophilus* [318,319], *Saccharomyces boulardii*, *Lactobacillus acidophilus* ve *Bifidobacterium bifidum* [320], *Bifidobacterium lactis* ve *Lactobacillus acidophilus* [321]
  - **Aroma bileşenleri** : limonen, sinamaldehit, metil salisilat [322]
  - **Fenolik bileşikler** : gallik asit [323], proantosiyanidin [324]
  - **Diğer** : zencefil oleoresini [325], kırmızı biber oleoresini [326], fitosteroller (brassikasterol, stigmasterol, kampesterol, sistosterol) [327]

c. Akışkan yatak kaplama

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 5–5000 [10]
- Avantajları
  - Aktif bileşenin üzerinde homojen bir duvar tabakası oluşturması ve böylece aktif bileşenin etkili bir şekilde korunmasını sağlaması [328]
  - Püskürtmeli kurutmadan farklı olarak, oldukça farklı çeşit ve özelliklerde duvar materyallerinin kullanılabilmesi [329]
- Dezavantajları
  - Düzgün bir yüzeye sahip olmayan parçacıkların yüzeyinin zor kaplanması ve parçacık yüzeyinde tekdüze olmayan kalınlıkta duvar tabakasının oluşması [310]
  - Aktif bileşenlerin doğrudan sıcak havaya, birkaç kez maruz kalması

- Boyutları çok küçük (<30 µm) olan parçacıkların bu sistemde kaplanamaması [329]
- Kullanıldığı ürünler
  - **Yağlar** : balık yağı [330]
  - **Vitaminler** : askorbik asit [331]
  - **Renk maddeleri** : β-karoten [328]
  - **Mikroorganizmalar** : *Lactobacillus reuteri* [332], *Lactobacillus casei* subsp. *paracasei* [333]

d. Ekstrüzyon

- Ortalama parçacık boyutu (µm) : 700–6000 [20]
- Avantajları
  - İşlem maliyetinin düşük olması [334]
  - Basit bir işlem olması [335]
  - Aktif bileşenin yüzeyinin, duvar materyali ile tamamen kaplanması [9]
  - Püskürtmeli kurutucuya kıyasla, yüzey yapısı daha düzgün (pürüzsüz) mikrokapsüllerin elde edilmesi [336]
  - Yüzeyde kalan (enkapsüle edilmemiş) aktif bileşenin, bir alkol banyosu ile yüzeyden uzaklaştırılması ve böylece ürün stabilitesinin artması [337]
- Dezavantajları
  - Bazı durumlarda mikrokapsül parçacık boyutunun büyük ve bu yüzden mikrokapsüllerin bir gıdaya entegre edilmesinin zor olması [336]
  - Suda çözünebilir aktif bileşenlerin enkapsülasyonunda düşük verime sahip olması [338]
- Kullanıldığı ürünler
  - **Yağlar** : ayçiçek yağı [334]
  - **Uçucu yağlar** : portakal yağı [339]
  - **Vitaminler** : askorbik asit [340], K<sub>1</sub> vitamini ve D<sub>3</sub> vitamini [341], E vitamini [342]
  - **Renk maddeleri** : fikosiyenin [343]
  - **Mikroorganizmalar** : *Lactobacillus bulgaricus*, *Streptococcus thermophilus* [344], *Streptococcus lactis*, *Streptococcus lactis* subsp. *diacetylactis* *Streptococcus cremoris* [345], *Streptococcus lactis* C2,

*Streptococcus cremoris* HP [346], *Lactobacillus acidophilus* 5, *Lactobacillus casei* 01 [347], *Lactobacillus plantarum* [348], *Lactobacillus rhamnosus* GG [349], *Lactobacillus acidophilus* [350]

- **Aroma bileşenleri** : terpenler [351], tereyağı aroması (%26 oleik asit, %20 fraksiyonlarına ayrılmış Hindistan cevizi yağı, %5 emülgatör, minör aroma bileşenlerini içeren konsantre tereyağı) ve limonata aroması (%64 limon yağı, %13 konsantre limon yağı, %13 sitral, %5 emülgatör, minör aroma bileşenleri) [352]

e. Kokristalizasyon

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 3–30 [14]
- Avantajları
  - Basit bir işlem prosedürüne sahip olması
  - Aroma enkapsülasyonunda sıklıkla kullanılan diğer yöntemlere (koaservasyon ve moleküler inklüzyon) nazaran daha esnetilebilir ve ekonomik bir işlem olması [353]
  - Enkapsüle edilen aktif bileşenin çözünürlüğünü, ıslanabilirliğini, stabilitesini ve akabilirliğini artırması; kek oluşturma özelliğini azaltması [354]
  - Sıvı haldeki aktif bileşenlerin, ek bir kurutma işlemine maruz bırakılmaksızın kuru, toz şekline dönüştürülebilmesi [9]
- Kullanıldığı ürünler
  - **Uçucu yağlar** : portakal kabuğu yağı [354]
  - **Vitaminler** : askorbik asit [355]
  - **Mikroorganizmalar** : *Bifidobacterium longum* [356]
  - **Aroma bileşenleri** : bal aroması (2,3-dihidro-3,5-dihidroksi-6-metil-(4H)-piran-4-one, 6-metilheptil prop-2-enoat, hidroksimetilfurfural, 3-hidroksi-4-fenilbütan-2-one) [357], 1,8-sineol (okaliptol) ve  $\alpha$ -terpinil asetat [358]
  - **Mineral maddeler** : çinko sülfat [359], kalsiyum laktat ve magnezyum sülfat [360]
  - **Diğer** : Kakule oleoresini [361], antioksidanlar [362,363], bamya çiçeği (*Hibiscus sabdariffa* L.) ekstraktı [364]

*f. Santrifüj ekstrüzyon*

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 500–5000  $\mu\text{m}$  [365]
- Avantajları
  - İşlem maliyetinin düşük olması
  - Üretim kapasitesinin yüksek olması [20]
- Dezavantajları
  - Enkapsüle edilecek aktif bileşen oda sıcaklığında sıvı ise pompalanabilir özellikte olması gerekliliği
  - Enkapsüle edilecek aktif bileşen katı ise, 80°C'nin altında eriyebilir özellikte olması gerekliliği
  - Kullanılacak duvar materyali/materyallerinin iyi bir film oluşturma ve hızlı bir şekilde sertleşme özelliğine sahip olması gerekliliği [20]

*g. Dondurarak kurutma*

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 20–5000 [10]
- Avantajları
  - Isıya karşı hassas olan bileşiklerin (aroma bileşenleri, probiyotikler, enzimler gibi) enkapsülasyonuna imkan tanınması [25]
  - Son ürünün neminin kontrol altına alınabilmesi
  - Kurutulan ürünlerin stabilitesinin ve kalitesinin (renk, doku gibi) yüksek olması
  - Elde edilen gözenekli yapı sayesinde, son ürünlerin sulandırılma (reconstitution) özelliklerinin yüksek olması [366]
  - Kimyasal ya da enzimatik tepkimelerin oldukça kısıtlı olması ve vitamin kaybının, diğer kurutma yöntemlerine kıyasla daha az olması [367]
- Dezavantajları
  - Kuruma hızının yavaş olması
  - Kuruma hızının yavaş olması ve vakum kullanılmasından dolayı işlem maliyetinin oldukça yüksek olması [20]
  - Kurutma sonunda ürünlerin öğütülmesi/ezilmesi gerektiği için standart bir parçacık boyutunun sağlanamaması [25]
  - Pürüzlü yapıda ürünlerin elde edilmesinden dolayı, aktif bileşenin çevresel şartlara karşı yüksek seviyede korunamaması [10]

- Kullanıldığı ürünler
  - **Yağlar** : zeytinyağı [108,110], ceviz yağı [111], balık yağı [22,100,368–373], keten tohumu yağı [101,259], ayçiçek yağı [372,374,375], kanola yağı [376], Safou (*Dacryodes edulis*) posası yağı [377]
  - **Uçucu yağlar** : biberiye yağı [378], kakule yağı [379]
  - **Yağ asitleri** : dokozahekzaenoik asit [380]
  - **Mikroorganizmalar** : *Bifidobacterium longum* 1941 [381], *Bifidobacterium infantis* [382], *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* [383], *Lactobacillus casei* ATCC 393 [384], *Bacillus subtilis* SB-MYP-1 [385]
  - **Aroma maddeleri** : limonen [181], Durian meyvesinin aroması (*Durio zibethinus* Murr) [129]
  - **Renk Maddeleri** :  $\beta$ -karoten [282,386,387], lutein [388]
  - **Diğer** : gallik asit [389,390], fenolik bileşikler [391–395], metil linoleat [396], hidroksisitrik asit [397]

## b) Kimyasal Yöntemler

### a. Moleküler inklüzyon

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 0.001–0.01 [10]
- Avantajları
  - Moleküler boyutta bir işlem olması sebebiyle, diğer enkapsülasyon yöntemlerine göre ürün stabilitesinin daha yüksek olması (iki yıl oda sıcaklığında depolama esnasında uçucu bileşen kaybının sadece %5 olması gibi) [20]
  - Lipofilik aktif bileşenlerin suda çözünürlüğünü iyileştirmesi [25]
- Dezavantajları
  - Bu teknikte duvar materyali olarak kullanılan siklodekstrinlerin pahalı olması
  - Üretim kapasitesinin düşük olması [20]
  - İşlem sonunda oluşan kompleksin (siklodekstrin+aktif bileşen) istenmeyen şekilde serbest kalma ihtimalinin yüksek olması
  - Enkapsüle edilebilen aktif bileşenlerin apolar özellikte ve uygun moleküler boyutlarda olması gerekliliği [398]

- Bazı ülkelerde siklodekstrinlerin kullanımının yasal olarak sınırlandırılmış olması [10]
- Kullanıldığı ürünler
  - **Uçucu yağlar** : kekik yağı [399], sarımsak yağı [400], nane yağı ve lavanta yağı [401], limon yağı [402]
  - **Renk maddeleri** : astaksantin [403,404], kurkumin [405–408], likopen [409]
  - **Aroma bileşenleri** : vanilin [410], trans–sinamaldehit, öjenol, karanfil filizi (clove bud) ve tarçın kabuğu (cinnamon bark) özütleri [411], öjenol [412–415], sinamaldehit ve timol [416], karvakrol (çörekotu, mercanköşk ve kekik yağlarında büyük miktarda bulunan bir aroma bileşeni) [417–419], 2–nonanon [420], timol ve geraniol [421]
  - **Diğer** : kateşin [422,423], rutin [424], kafeik asit [425], klorojenik asit [426–429], kumarik asit [430], mangiferin [431,432], resveratrol [433,434], trans–ferulik asit [435]

### c) Fizikokimyasal Yöntemler

#### a. Koaservasyon

- Ortalama parçacık boyutu ( $\mu\text{m}$ ) : 10–800 [10]
- Avantajları
  - Yüksek bir aktif bileşen yükleme kapasitesine sahip olması (%85–90) [310]
  - Enkapsülasyon veriminin yüksek olması
  - Elde edilen mikrokapsüllerin kontrollü salınım özelliklerinin mükemmel olması (elde edilen mikrokapsüller suyla karışmaz (water-immiscible) özellikte olduğu için) [436]
- Dezavantajları
  - Pahalı bir yöntem olması [437]
  - Elde edilen son ürünün (koaservat), dar bir pH ve iyonik kuvvet aralığında stabil olması [336]
  - Bu yöntemde kullanılan bazı çapraz bağ oluşturuvcu ajanların (örneğin; glutaraldehit) gıdalarda kullanımının birçok ülkede sınırlandırılmış olması [254]

- Kullanıldığı ürünler
  - **Yağlar** : keten tohumu yağı [438], palm yağı [439], chia çekirdeği yağı [440], ton balığı yağı [441], soya yağı, zeytinyağı ve yer fıstığı yağı [442], soya yağı [443], çay ağacı yağı [444], sarımsak yağı [445]
  - **Uçucu yağlar** : kekik yağı [446], nane yağı [447], vanilya yağı [448], portakal yağı [449,450], yasemin yağı [451], kişniş yağı [452], lavanta yağı [453]
  - **Vitaminler** : askorbik asit [454]
  - **Aroma bileşenleri** : beta-pinen [455–457]
  - **Diğer** : nisin [458], ksilitol [459], aspartam [460], sükraloz [461], sülforafan (brokoli, lahana ve karnabaharda bulunan bir tür fitokimyasal) [462]

*b. Lipozom tutuklama*

- Ortalama parçacık boyutu : Birkaç nanometre–birkaç mikrometre [463]
- Avantajları
  - Su aktivitesinin yüksek olduğu durumlarda bile, suda çözünebilir özelliğe sahip aktif bileşene iyi bir stabilite kazandırması [254]
- Dezavantajları
  - Bu uygulamanın, ticari ölçekli olmaktan ziyade laboratuvar ölçekli olması [464]
  - Depolama süresince fiziksel ve kimyasal stabilitelerinin düşük olması
  - Enkapsülasyon verimlerinin düşük olması
  - Suda çözünür aktif bileşen içeren lipozomlarda depolama esnasında sızmanın meydana gelme ihtimalinin olması [10]
- Kullanıldığı ürünler
  - **Yağlar** : balık yağı [465]
  - **Uçucu yağlar** : karanfil yağı [466]
  - **Renk maddeleri** : kurkumin [467–469], lutein,  $\beta$ -karoten, likopen ve kantaksantin [470]
  - **Vitaminler** : askorbik asit [471]
  - **Aroma bileşenleri** : karvakrol, timol, *p*-simen ve  $\gamma$ -terpinen [472], sinamaldehit [473]

- **Enzimler** : kimoziin [474], proteaz ve lipaz [475], proteinaz [476], lipaz [477],  $\beta$ -galaktozidaz [478]
- **Diğer** : nisin ve lizozim [479], nisin [480,481], kateşin ve epigallokateşin gallat [482,483], L-karnozin [484]

Çeşitli ve çok sayıda teknik bulunmasına rağmen, enkapsülasyon yöntemleri arasında kurutmanın kullanıldığı işlemler daha çok tercih edilmektedir. Çünkü bunlar;

- a) Kolay işlemlerdir.
- b) Ekipman olanakları oldukça geniştir.
- c) Ürün hacminde, depolama alanı hacminde ve nakliye maliyetlerinde azalmaya sebep olmaktadır.
- d) Nem içerikleri oldukça düşük ürünlerin eldesine imkan tanıdıkları için son ürün stabilitesi son derece yüksektir [366].

Maliyetin düşük olması ve ekipmanların kolay bulunmasından dolayı aktif bileşenlerin enkapsülasyonunda en yaygın şekilde kullanılan yöntem olarak öne çıkan püskürterek kurutma, ısıya karşı hassas gıdalar için uygun bir yöntem değildir [19,20]. Örneğin, balık yağı içeren bir emülsiyonun püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilmesi sonucunda, işlem sırasındaki yüksek sıcaklığın sebep olduğu oksidasyondan dolayı hassas bileşenlerin zarar gördüğü belirlenmiştir [21]. Püskürtmeli kurutucudan farklı olarak, liyofilizasyon işleminin düşük sıcaklıklarda yapılması ve ortamda oksijenin bulunmaması, ürünü oksidasyon ve diğer kimyasal değişimlerin sebep olduğu bozulmalardan korumaktadır [22]. Bu avantajları, liyofilizasyon teknolojisini, probiyotikler, çoklu doymamış yağ asitleri ve renk maddeleri gibi son derece hassas bileşenlerin enkapsülasyonu için tercih edilen bir yöntem haline getirmektedir [23,24]. Ancak, işlem maliyetinin yüksek ve püskürtmeli kurutucuya kıyasla kurutma süresinin uzun olması, liyofilizasyonun enkapsüle gıdalarda kullanımını sınırlandırmaktadır [25].

Liyofilizasyon, üç temel aşamadan oluşmaktadır:

- a) Dondurma – Buz kristallerinin oluşması amacıyla ürünün dondurulmasıdır. Bu aşamada kristalizasyon; soğutma hızına, başlangıç konsantrasyonuna ve son soğutma sıcaklığına bağlıdır. Enkapsülasyon işleminde emülsiyonlar genellikle (–18) – (–80)°C sıcaklıklar arasında dondurulmaktadır.

- b) Birinci kurutma – “Temel kurutma” ya da “süblimasyon” olarak da bilinmektedir. Düşük basınç altında buz kristallerinin, su buharına dönüşmesi için enerjinin kullanıldığı aşamadır. Oluşan su buharı, daha sonra süblimasyon yüzeyinden kurutma hücreindeki yoğunlaştırma sistemine gönderilir.
- c) İkinci kurutma – “Desorpsiyon” olarak da adlandırılmaktadır. Buz kristallerinin tamamen süblimasyona uğradığı birinci kurutma aşamasından sonra, emülsiyondaki katılarla etkileşime girdiği için donmamış olan, bağlı (adsorbe) su uzaklaştırılır. Bu aşamada katıdaki su miktarı genellikle %10’un altındadır. Yine de bu aşama için harcanan süre tüm işlemin etkinliği açısından önemlidir ve bu, birinci kurutmanın yarısı kadardır ya da birinci kurutma süresine eşittir [17,108,366,378,485].

Liyofilizasyon işleminde enerji maliyetinin yaklaşık %45’ini süblimasyon, %26’sını vakum, %25’ini yoğunlaştırma ve %4’ünü de dondurma işlemi oluşturmaktadır [486].

Eski ve ucuz bir yöntem olduğu için enkapsülasyon işlemlerinde püskürtmeli kurutucu daha çok tercih edilse de son zamanlarda liyofilizasyon teknolojisinin kullanıldığı araştırmaların sayısı da artış göstermiştir. Değerli ve hassas bileşenler olan limonen gibi aroma maddelerinin, antosiyanin gibi fenoliklerin ya da probiyotik mikroorganizmaların enkapsülasyonunda liyofilizasyonun kullanım olanakları üzerinde durulmuştur [146,181,487–489]. Yağ enkapsülasyonu ile ilgili literatür incelendiğinde ise keten yağı, balık yağı, ceviz yağı, shea (karite) yağı ve annatto (*Bixa orellana* L.) çekirdeği yağının liyofilizasyonla enkapsüle edildiği çalışmalara rastlanmaktadır [22,101,111,177,220,259,371,490–493].

Minemoto ve ark. (2001) tarafından yapılan bir çalışmada linoleik asit; gam arabik, maltodekstrin ve pullulan ile ayrı ayrı enkapsüle edilmiş ve püskürtmeli kurutma ile liyofilizasyon işlemlerinin oksidatif stabilite üzerine etkileri karşılaştırılmıştır. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen örneklerin oksidatif stabilitesinin, liyofilizasyon ile elde edilen örneklerden daha düşük olduğu belirlenmiştir. Bunun sebebi olarak ise püskürtmeli kurutma yönteminde atomizasyon esnasında yüksek sıcaklığın kullanılması gösterilmiştir [123]. Yine Minemoto ve ark. (1997) tarafından yapılan başka bir çalışmada püskürtmeli kurutma işleminde emülsiyon damlacıklarının kuruma esnasında küçüldüğü ve bunun, mikrokapsüller

içerisindeki lipit parçacıklarının bir araya gelmesinin sebep olduğu belirlenmiştir. Böylece, yağın herhangi bir yerinde lipit oksidasyonu başladığında yağın diğer kısımlarına da bu oksidasyonun kolay bir şekilde yayıldığı görülmüştür. Liyofilizasyonda ise emülsiyon damlacıklarının şekli, kurutmadan önceki işlem olan dondurmada sabitlendiği için mikrokapsül içindeki her bir yağ parçacığı kaplama materyali ile kaplanmış ve izole edilmiştir. Bu yüzden lipit oksidasyonunun küçük bir parça içinde tamamlandığı ve yağda daha fazla ilerlemediği belirlenmiştir [396]. Diğer yandan, balık yağının enkapsüle edildiği farklı bir çalışmada ise yüzey yağının (enkapsüle edilmemiş yağ), dondurma işlemi sırasında emülsiyon stabilitesinin bozulması sonucu açığa çıkan kesikli yağ tabakası olduğu belirlenmiştir. Ayrıca liyofilizasyon ile elde edilen örneklerin mikro yapısının, püskürtmeli kurutucu ve püskürtmeli granülasyon ile elde edilen örneklerden daha gözenekli olduğu tespit edilmiştir. Bunun da havadaki oksijenin, parçacık yüzeyine difüzyonunu kolaylaştırdığı ve yüzey yağının oksidasyonunu arttırdığı öne sürülmüştür [22].

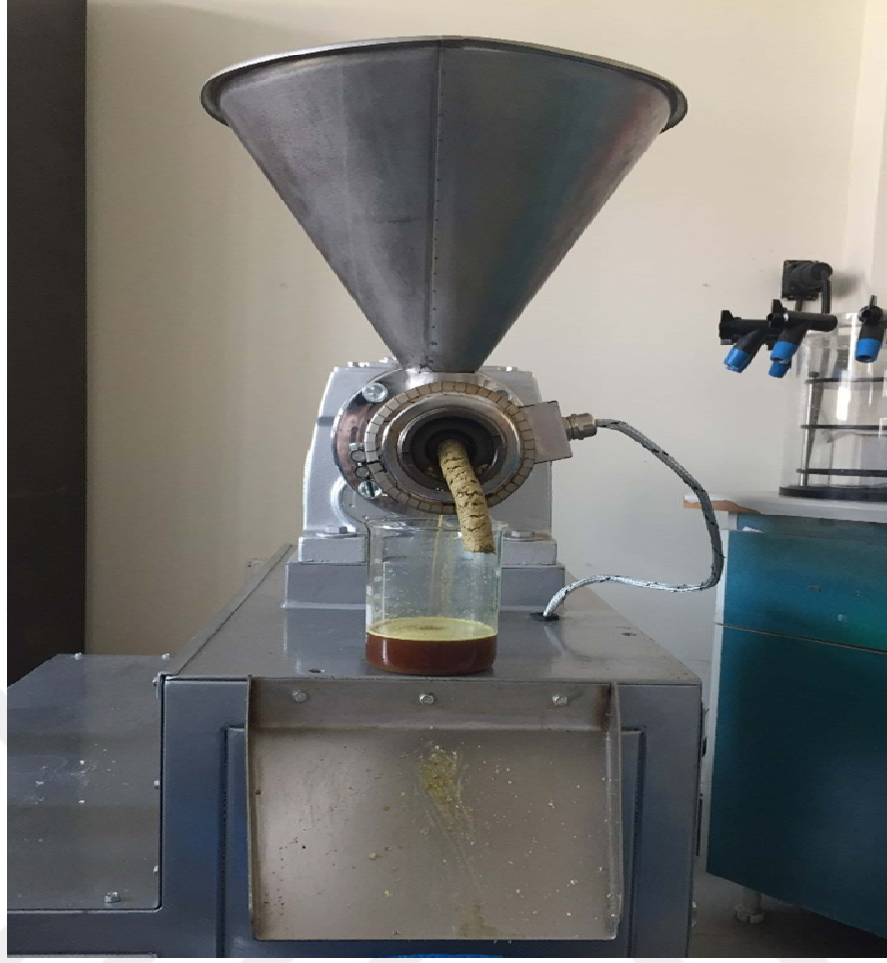
### 3. MATERYAL VE YÖNTEMLER

#### 3.1. Materyal

Bu çalışmada enkapsüle edilecek aktif bileşen olarak, Yürekli Gıda San.Tic.Ltd.Şti.'den (Çumra/Konya) temin edilen ve Şekil 3.1'de gösterilen yağlık kabak çekirdeğinden (*Cucurbita pepo* subsp. *pepo* var. *Styriaca*) (nem: %7.30; kuru maddede yağ: %44.12), soğuk pres cihazı (Toper Makine, İzmir) kullanılarak elde edilen soğuk pres kabak çekirdeği yağı kullanılmıştır (Şekil 3.2). Kabak çekirdekleri, iki hafta ara ile 35'er kg olarak temin edilmiş ve yağ sıkımı gerçekleştirilmiştir. Her bir 35 kg'lık kabak çekirdeği partisi, bir tekerrür olarak kabul edilmiş ve çalışmada kullanılan kabak çekirdeği yağı 2 tekerrür şeklinde elde edilmiştir. Yağ sıkımı esnasında soğuk pres cihazının sıcaklığı 40°C olarak ayarlanmıştır. Cihazdan alınan yağlar, soğutmalı santrifüjde (Hettich Universal 32R, Almanya) 15°C'de 4000 devir/dk'da 20 dakika (2 kez) santrifüj edilmiştir (Şekil 3.3). Yağlar, son olarak azot altında 750 mL hacimli amber renkli cam şişelere alınarak 4°C'de depolanmışlardır. Çalışmada aktif bileşen olarak kullanılan soğuk pres kabak çekirdeği yağının bazı fizikokimyasal özellikleri Tablo 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1 Çalışmada soğuk pres ile yağ eldesinde kullanılan kabak çekirdeği



**Şekil 3.2** Soğuk pres cihazı ile elde edilen kabak çekirdeği yağı



**Şekil 3.3** Santrifüj öncesi ve santrifüj sonrası kabak çekirdeği yağı

**Tablo 3.1** Kabak çekirdeği yağının bazı fizikokimyasal özellikleri

| Fizikokimyasal Özellik                                   | Değer          |
|----------------------------------------------------------|----------------|
| Lovibond R (1'') (Kırmızı)                               | 39 ± 0         |
| Lovibond Y (Sarı)                                        | 19 ± 3         |
| Lovibond B (Mavi)                                        | 0 ± 0          |
| Lovibond N                                               | 0 ± 0          |
| Kırılma İndisi (20°C)                                    | 1.45545 ± 0.02 |
| Serbest Yağ Asitliği (% oleik asit)                      | 0.31 ± 0.11    |
| İyot Sayısı (g/100g)                                     | 101.31 ± 0.37  |
| Peroksit Değeri (meq O <sub>2</sub> /kg)                 | 4.03 ± 0.10    |
| P – anisidin değeri                                      | 1.66 ± 0.10    |
| Konjuge dien (%)                                         | 0.39 ± 0.02    |
| Toplam klorofil (mg feofitin a/kg)                       | 2.86 ± 0.16    |
| Toplam karotenoid (mg lutein/kg)                         | 5.42 ± 0.41    |
| Toplam antioksidan aktivite (mmol Trolox eşdeğeri/100 g) | 5.50 ± 0.65    |
| Toplam fenolik madde (mg gallik asit eşdeğeri/100 g)     | 13.25 ± 0.07   |

Sonuçlar, iki tekerrür halinde elde edilen soğuk pres kabak çekirdeği yağlarının tekerrür ortalamaları ve standart sapmaları şeklinde tabloda verilmiştir.

Çalışmada duvar materyali olarak kullanılan maltodekstrin (Milkon; DE: 18–20) Çallı Gıda Sanayi'den (İstanbul); gam arabik (Nexira Spraygum) Çağdaş Kimya'dan (İstanbul) ve %80 protein içeriğine sahip peyniraltı suyu (PAS) proteini ise Tunçkaya Kimyevi Maddeler'den (İstanbul) temin edilmiştir.

### 3.2. Yöntem

#### 3.2.1. Duvar Materyallerinin Oluşturulması

Bu çalışmada maksimum enkapsülasyon veriminin elde edilmesini sağlayan optimum duvar materyali karışımının bileşimini tespit etmek amacıyla üç bileşenli (maltodekstrin, gam arabik ve PAS proteini) D-optimal tasarımı kullanılmıştır. D-optimal tasarımı, özellikle eczacılık, kozmetik ve gıda alanında ürün formülasyonu geliştirme çalışmalarında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [494]. Diğer tasarımlarla kıyaslandığında D-optimal tasarımı, daha az sayıda deneme içermektedir ve böylece çalışma maliyetini azaltmaktadır [495]. D-optimal tasarımında bileşenlerin oranları, alt sınır ve üst sınır şeklinde kısıtlanmaktadır [496]. Bu çalışmada kullanılan bağımsız değişkenlere ait kısıtlar Tablo 3.2'de verilmiştir.

**Tablo 3.2** Çalışmada kullanılan bağımsız değişkenlere ait kısıtlar

| Bağımsız Değişken |               | Alt Sınır (%) | Üst Sınır (%) |
|-------------------|---------------|---------------|---------------|
| A                 | PAS proteini  | 10            | 19            |
| B                 | Maltodekstrin | 0.50          | 5             |
| C                 | Gam arabik    | 0.50          | 5             |

Duvar materyali karışımını oluşturan bileşenlerin oranları, Design Expert (Version 7.0.0, Minneapolis, A.B.D.) programı kullanılarak tespit edilmiştir. Ön denemeler sonucunda duvar materyali karışımının toplam kuru madde oranının %20 olması durumunda, enkapsülasyon veriminin en üst seviyeye ulaştığı belirlenmiştir. Buna bağlı olarak, deney tasarımı “ $A + B + C = 20$ ” olacak şekilde sınırlandırılmıştır. Ayrıca yine ön denemeler sonucunda aktif bileşen:duvar materyali oranı 1:20 olarak sabitlenmiştir. Design Expert programı tarafından toplam 18 formülasyon geliştirilmiştir. Bunlardan 8 tanesi farklı; 10 tanesi ise ikili tekrar (Deneme 2/Deneme 7; Deneme 3/Deneme 9; Deneme 5/Deneme 13; Deneme 11/Deneme 18; Deneme 14/Deneme 16) şeklindedir. Formülasyonların bileşimleri Tablo 3.3’de verilmiştir.

**Tablo 3.3** D-optimal tasarımına göre Design-Expert programı tarafından oluşturulan duvar materyali karışımı bileşimleri (%)

| Std | Deneme | A : PAS proteini | B : Maltodekstrin | C : Gam arabik |
|-----|--------|------------------|-------------------|----------------|
| 10  | 1      | 11.980           | 5.000             | 3.020          |
| 15  | 2      | 13.423           | 5.000             | 1.577          |
| 5   | 3      | 19.000           | 0.500             | 0.500          |
| 3   | 4      | 12.945           | 2.954             | 4.102          |
| 9   | 5      | 16.983           | 0.500             | 2.517          |
| 12  | 6      | 14.721           | 3.608             | 1.671          |
| 14  | 7      | 13.423           | 5.000             | 1.577          |
| 2   | 8      | 17.544           | 1.893             | 0.563          |
| 4   | 9      | 19.000           | 0.500             | 0.500          |
| 7   | 10     | 14.500           | 2.750             | 2.750          |
| 8   | 11     | 10.004           | 4.996             | 5.000          |
| 17  | 12     | 11.463           | 3.904             | 4.633          |
| 11  | 13     | 16.983           | 0.500             | 2.517          |
| 13  | 14     | 14.399           | 0.601             | 5.000          |
| 1   | 15     | 16.178           | 3.322             | 0.500          |
| 6   | 16     | 14.399           | 0.601             | 5.000          |
| 18  | 17     | 15.042           | 2.150             | 2.808          |
| 16  | 18     | 10.004           | 4.996             | 5.000          |

Çalışmada duvar materyali olarak maltodekstrin, gam arabik ve PAS proteininden ayrı ayrı hazırlanan çözeltiler kullanılmıştır. Çözeltiler, Turasan ve ark. (2015) tarafından belirtilen yöntemle göre hazırlanmıştır [378]. Buna göre, maltodekstrin ve gam arabik, manyetik karıştırıcıda (WISD WiseStir MSH-20A, Almanya) 1500 rpm’de 10 dk karıştırılarak saf su içerisinde çözündürülmüştür. Bu karbonhidrat çözeltileri daha sonra sıcaklık kontrollü çalkalamalı inkübatöre (IKA KS-4000i, Almanya) alınmış ve 25°C’de 90 rpm’de bir gece boyunca çalkalanarak çözünmenin tam olarak gerçekleşmesi sağlanmıştır.

PAS proteini, fosfat tampon çözeltisinde çözündürülmüştür. Fosfat tampon çözeltileri, Kuhlmann (2006) tarafından belirtildiği şekilde hazırlanmıştır [497]. İlk olarak 1 M  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (monopotasyum fosfat, potasyum dihidrojen fosfat, potasyum fosfat monobazik) çözeltisinden 21.10 mL ve 1 M  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  (dipotasyum fosfat, dipotasyum hidrojen fosfat, potasyum fosfat dibazik) çözeltisinden 28.90 mL alınarak pH=7 olan 50 mL–1 M fosfat tampon çözeltisi elde edilmiştir. Daha sonra bu 50 mL’lik çözelti, son derişimi 5 mM olacak şekilde saf suyla seyreltilmiştir. Son olarak, 1 M HCl ya da 1 M NaOH çözeltisi kullanılarak fosfat tampon çözeltisinin son pH değeri 7’ye ayarlanmıştır. Duvar materyali olarak kullanılan PAS proteini, manyetik karıştırıcıda 10 dk karıştırılarak fosfat tampon çözeltisi içerisinde çözündürülmüştür. Daha sonra sıcaklık kontrollü çalkalamalı inkübatöre alınmış ve 25°C’de 90 rpm’de bir gece boyunca çalkalanarak çözünmenin tam olarak gerçekleşmesi sağlanmıştır. Duvar materyali olarak kullanılan tüm çözeltiler, emülsiyon oluşturma işleminden bir gün önce hazırlanmıştır.

### **3.2.2. Emülsiyonların Oluşturulması**

Belirli oranlarda maltodekstrin, gam arabik ve PAS proteini çözeltileri paslanmaz çelik karıştırma kabına alınarak, mekanik homojenizatörde (VELP OV-5, İtalya), 22.000 rpm’de 1 dk boyunca homojenize edilmiştir. 1 dk sonunda, bu karışıma soğuk pres kabak çekirdeği yağı da (öz:duvar materyali=1:20) yavaş bir şekilde ilave edilerek 22.000 rpm’de 7 dk daha homojenizasyon işlemi yapılmıştır. Homojenizasyon işlemi esnasında emülsiyonların sıcaklığının 15°C’nin üzerine çıkmaması için karıştırma kabı, soğuk su banyosu içerisine alınmıştır. Elde edilen emülsiyonlar, paslanmaz çelik tepsilere (58 cm×27 cm×3 cm) alınarak (Şekil 3.4–3.9)

yatay derin dondurucuda (Beko, Türkiye) 24 saat boyunca  $-25^{\circ}\text{C}$ 'de dondurulmuşlardır.



Deneme - 1



Deneme - 2



Deneme - 3



Deneme - 4



Deneme - 5



Deneme - 6

**Şekil 3.4** Emülsiyonlar dondurulmadan önce (1.Tekerrür/Deneme 1–6)



Deneme - 7



Deneme - 8



Deneme - 9



Deneme - 10



Deneme - 11



Deneme - 12

**Şekil 3.5** Emülsiyonlar dondurulmadan önce (1.Tekerrür/Deneme 7–12)



Deneme - 13



Deneme - 14



Deneme - 15



Deneme - 16



Deneme - 17



Deneme - 18

**Şekil 3.6** Emülsiyonlar dondurulmadan önce (1.Tekerrür/Deneme 13–18)



Deneme - 1



Deneme - 2



Deneme - 3



Deneme - 4



Deneme - 5



Deneme - 6

**Şekil 3.7** Emülsiyonlar dondurulmadan önce (2.Tekerrür/Deneme 1–6)



Deneme - 7



Deneme - 8



Deneme - 9



Deneme - 10



Deneme - 11



Deneme - 12

**Şekil 3.8** Emülsiyonlar dondurulmadan önce (2.Tekerrür/Deneme 7–12)



Deneme - 13



Deneme - 14



Deneme - 15



Deneme - 16



Deneme - 17



Deneme - 18

**Şekil 3.9** Emülsiyonlar dondurulmadan önce (2.Tekerrür/Deneme 13–18)

### 3.2.3. Emülsiyon Analizleri

#### 3.2.3.1. Emülsiyon Stabilitesi

Emülsiyon stabilitesi Carneiro ve ark. [95] tarafından belirtilen ancak modifiye edilen yöntemle göre belirlenmiştir. Hazırlanan emülsiyonlar 25 mL hacimli mezürlere alınmış, mezürlerin ağızları streç film ile kaplanmış ve bu mezürler oda sıcaklığında bir gün bekletilmiştir. 24 saat sonunda emülsiyonlarda herhangi bir faz ayrımı gözlenmediği için, tüpler 24 saat daha bekletilmiştir. 48 saat sonunda, emülsiyonun üst fazının yüksekliği ölçülmüştür. Emülsiyon stabilitesi “% ayrılma” şeklinde ifade edilmiş olup aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$\% \text{ Ayrılma} = \left( \frac{H_1}{H_0} \right) \times 100$$

Burada;

H<sub>0</sub>, emülsiyonun başlangıç yüksekliğini; H<sub>1</sub>, 48 saat sonunda ölçülen üst faz yüksekliğini temsil etmektedir.

#### 3.2.3.2. Emülsiyon Viskozitesi

Emülsiyon viskozitesi, dijital viskozimetre (Brookfield LVDV-1+, Amerika) ile LV-2 silindirik spindle'ı kullanılarak 20°C sıcaklıkta ölçülmüştür. 15 farklı dönme hızında (0.6–1.5–3–6–12–30 ve 60 rpm) görünür viskozite değerleri (cps) kaydedilmiştir. Daha sonra kayma hızı (shear rate) değerleri hesaplanarak viskozite–kayma hızı grafikleri elde edilmiştir. Viskozite ile kayma hızı arasındaki ilişkiyi ortaya koymak amacıyla, Mitschka [498] tarafından geliştirilen yöntem kullanılarak log(kayma gerilimi)–log(dönme hızı) grafikleri çizilmiş ve grafiklerin eğimleri, emülsiyonların akış profil katsayıları olarak kabul edilmiştir.

#### 3.2.3.3. Damlacık Büyüklüğü

Homojenizasyon işleminden hemen sonra emülsiyonlardaki yağ damlacıklarının büyüklüğü, parçacık boyutu analiz cihazı (Malvern MasterSizer 3000, İngiltere) kullanılarak ölçülmüştür. Analiz esnasında saf suyun içerisine birkaç damla emülsiyon damlatılmış ve cihaza bağlı manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Her bir örnekte ardışık ölçümler sabitlenene kadar ölçüme devam edilmiştir. Ölçümler esnasında soğuk pres kabak çekirdeği yağının 20°C’de kırılma indisi 1.4453, yoğunluğu 0.91775 g/cm<sup>3</sup> ve saf suyun kırılma indisi 1.3330 olarak kabul edilmiştir.

Emülsiyon damlacık büyüklüğü, “ $d_{3,2}$ ” değeri ile yani Sauter ortalama çapı şeklinde ifade edilmiştir [95,118]. Bu değerin yanı sıra, ölçüm sonunda elde edilen  $d_{4,3}$ ,  $D_{v10}$ ,  $D_{v50}$  ve  $D_{v90}$  değerleri de verilmiştir. Ayrıca dağılımın homojenliğinin ortaya çıkarılması için “Span” değerleri aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır:

$$\text{Span} = \frac{D_{v90} - D_{v10}}{D_{v50}}$$

#### 3.2.4. Emülsiyonların Dondurarak Kurutma Yöntemiyle Kurutulması

Dondurulan emülsiyonlar, frigofrik araçla Gebze’de bulunan TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü’ne nakledilerek Şekil 3.10’da gösterilen sanayi tipi liyofilizatörde (Millrock Technology, A.B.D.),  $-80^{\circ}\text{C}$ ’de 24 saat süblimasyon (birinci kurutma) ve 24 saat dezorpsiyon (ikinci kurutma) işlemine tabi tutularak toplam 48 saatte kurutulmuşlardır (Şekil 3.11–3.16).

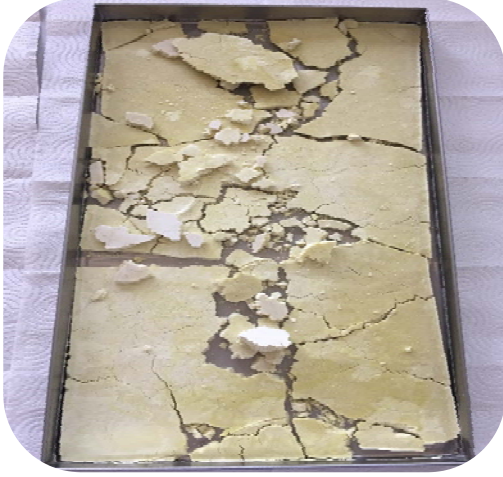


**Şekil 3.10** Üretimlerin yapıldığı sanayi tipi liyofilizatör

Kurutma işleminin tamamlanmasından sonra ürünler, aynı tepsiler içerisinde Manisa Celal Bayar Üniversitesi’ne nakledilmiş ve bıçaklı öğütücüde (Retsch GM-200 Grindomix, Almanya) 50 g’lık partiler halinde öğütülerek (3000 rpm–5 sn + 5000 rpm–5 sn) toz haline getirilmişlerdir. Son olarak mikrokapsüller, 190 cc’lik cam kavanozlara alınmış (Şekil 3.17) ve soğutmalı inkübatörde (WISD WiseCube WIR-150, Almanya)  $20^{\circ}\text{C}$ ’de 12 hafta süre ile depolanmışlardır (Şekil 3.18).

Enkapsülasyonun oksidatif stabilite üzerine etkisini belirlemek amacıyla, enkapsüle edilmemiş soğuk pres kabak çekirdeği yağı da aynı şartlar altında aynı süre depolanmıştır.

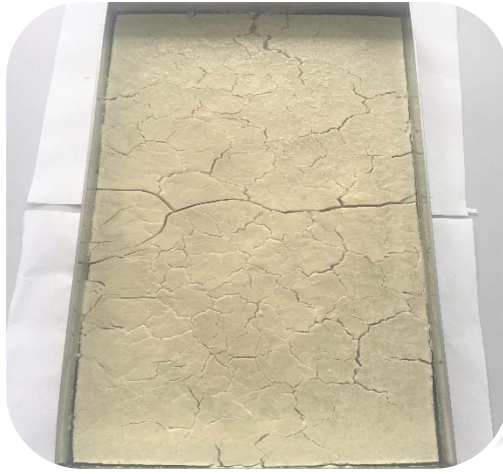




Deneme- 1



Deneme - 2



Deneme - 3



Deneme - 4



Deneme - 5



Deneme - 6

**Şekil 3.11** Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (1.Tek./Deneme 1–6)



Deneme - 7



Deneme - 8



Deneme - 9



Deneme - 10



Deneme - 11



Deneme - 12

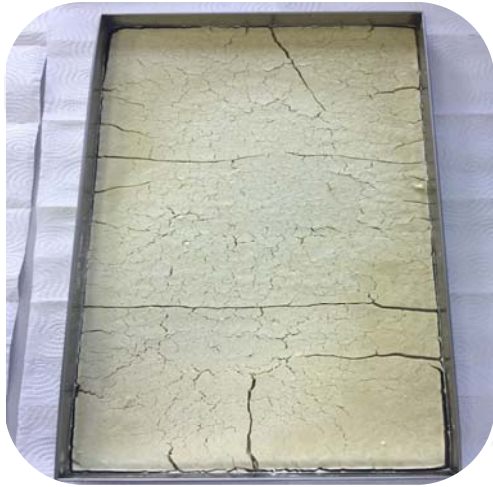
**Şekil 3.12** Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (1.Tek./Deneme 7–12)



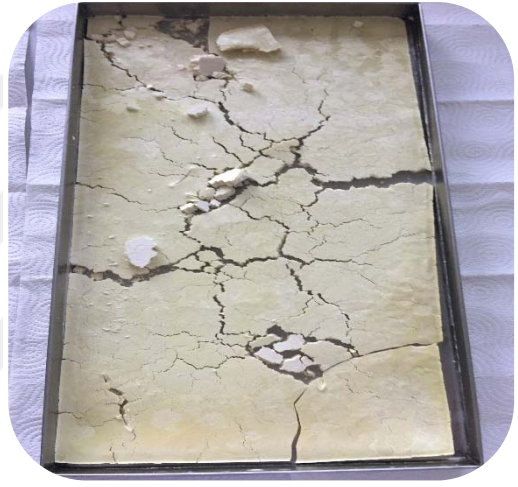
Deneme - 13



Deneme - 14



Deneme - 15



Deneme - 16



Deneme - 17



Deneme - 18

**Şekil 3.13** Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (1.Tek./Deneme 13–18)



Deneme - 1



Deneme - 2



Deneme - 3



Deneme - 4



Deneme - 5



Deneme - 6

**Şekil 3.14** Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (2.Tek./Deneme 1–6)



Deneme - 7



Deneme - 8



Deneme - 9



Deneme - 10



Deneme - 11



Deneme - 12

**Şekil 3.15** Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (2.Tek./Deneme 7–12)



Deneme - 13



Deneme - 14



Deneme - 15



Deneme - 16



Deneme - 17



Deneme - 18

**Şekil 3.16** Emülsiyonlar dondurularak kurutulduktan sonra (2.Tek./Deneme 13–18)



Şekil 3.17 Toz haline getirilen mikrokapsüller



Şekil 3.18 Mikrokapsüllerin soğutmalı inkübatöre alınarak depolanması

### 3.2.5. Mikrokapsül (toz) Analizleri

#### 3.2.5.1. Toplam Yağ Ekstraksiyonu

Öğütülmüş örnekten, vida kapaklı erlene 4 g alınmış ve üzerine, sıcaklığı 65°C olan 40 mL saf su ilave edilmiştir. Bu karışım kuvvetli bir şekilde çalkalandıktan sonra üzerine %25'lik  $\text{NH}_4\text{OH}$ 'ten 8 mL ilave edilmiştir. Elde edilen karışım, sıcaklığı 65°C olan çalkalamalı su banyosunda (Termal H11900, Türkiye) 20 dk boyunca 200 devir/dk hızla çalkalanmıştır. İşlem sonrasında oda sıcaklığına soğutulan karışıma aşağıda verilen şekilde üç aşamalı sıvı-sıvı ekstraksiyonu (250 mL hacimli ayırma hunisi yardımıyla) uygulanmıştır:

- 20 mL etanol – 50 mL dietil eter – 50 mL *n*-hekzan
- 10 mL etanol – 50 mL dietil eter – 50 mL *n*-hekzan
- 50 mL dietil eter – 50 mL *n*-hekzan

Her bir çözügen ilavesinden sonra, erlende bulunan karışım kuvvetli bir şekilde çalkalanmış ve 250 mL hacimli ayırma hunisinde faz ayrımı gerçekleştirilmiştir. Üst fazlar, 500 mL hacimli başka bir ayırma hunisinde toplanmıştır. Üç aşamalı sıvı-sıvı ekstraksiyonunun tamamlanmasından sonra 250 mL hacimli ayırma hunisi, 25 mL dietil eter ve 25 mL *n*-hekzan ile son kez yıkanmıştır. 500 mL hacimli ayırma hunisinde toplanan üst faz kısmına, bir miktar susuz  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ilave edilmiş ve ayırma hunisi kuvvetlice çalkalanmıştır. Bu faz, daha sonra Whatman No:1 filtre kağıdından süzülerek darası bilinen 500 mL hacimli bir balona aktarılmıştır. Çözgen kısmı, dönerli buharlaştırıcıda (IKA RV-10, Almanya) buharlaştırıldıktan sonra azot gazı ile muamele edilmiştir. Balon, son olarak 105°C'deki etüvde (Memmert UNB400, Almanya) sabit ağırlığa ulaşincaya dek kurutulmuştur [499]. Sonuç, gravimetrik olarak hesaplanmış ve “% toplam yağ” olarak ifade edilmiştir.

#### 3.2.5.2. Yüzey Yağı Ekstraksiyonu

Öğütülmüş örnekten vida kapaklı erlene 5 g alınmış ve üzerine 200 mL *n*-hekzan ilave edilmiştir. Oda sıcaklığında, manyetik karıştırıcıda yüksek devirde 15 dk karıştırılmıştır. İşlem sonunda erlendeki karışıma susuz  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ilave edilmiş ve kuvvetli şekilde karıştırılmıştır. Daha sonra Whatman No:1 filtre kağıdından süzülerek darası bilinen 250 mL hacimli bir balona aktarılmıştır. Çözgen kısmı, dönerli buharlaştırıcıda buharlaştırıldıktan sonra azot gazı ile muamele edilmiştir. Balon, son

olarak 105°C'deki etüvde, sabit ağırlığa ulaşınca dek kurutulmuştur [499]. Sonuç, gravimetrik olarak hesaplanmış ve “% yüzey yağı” olarak ifade edilmiştir.

#### 3.2.5.3. Enkapsüle Yağ Ekstraksiyonu

Öğütülmüş örnekten, ilk olarak yüzey yağı ekstrakte edilmiştir. Aynı örnek, daha sonra toplam yağ ekstraksiyonu işlemine tabi tutularak mikrokapsülün içerisinde bulunan enkapsüle yağ elde edilmiştir. Enkapsüle yağlar, depolama süresince yapılan oksidasyon analizlerinde kullanılmıştır.

#### 3.2.5.4. Enkapsülasyon Verimi

Enkapsülasyon verimi, aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır [118]:

$$\text{Enkapsülasyon verimi (\%)} = \left( \frac{\text{Toplam yağ miktarı} - \text{Yüzey yağı miktarı}}{\text{Toplam yağ miktarı}} \right) \times 100$$

#### 3.2.5.5. Rekonstitüe Parçacık Büyüklüğü

Rekonstitüe mikrokapsüllerin ortalama parçacık büyüklüğü, parçacık boyutu analiz cihazı (Malvern MasterSizer 3000, İngiltere) kullanılarak ölçülmüştür. Bir miktar toz örnek saf suyun içerisine alınmış ve işlem süresince cihaza bağlı manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Her bir örnekte ardışık ölçümler sabitlenene kadar ölçüme devam edilmiştir. Ölçümler esnasında soğuk pres kabak çekirdeği yağının 20°C’de kırılma indisi 1.4453, yoğunluğu 0.91775 g/cm<sup>3</sup> ve saf suyun kırılma indisi 1.3330 olarak kabul edilmiştir. Parçacık büyüklüğü, “d<sub>4,3</sub>” değeri ile yani De Brouckere ortalama çapı şeklinde ifade edilmiştir [113]. Bu değerin yanısıra, ölçüm sonunda elde edilen d<sub>4,3</sub>, D<sub>v10</sub>, D<sub>v50</sub> ve D<sub>v90</sub> değerleri de verilmiştir. Ayrıca dağılımın homojenliğinin ortaya çıkarılması için “Span” değerleri aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır:

$$\text{Span} = \frac{D_{v90} - D_{v10}}{D_{v50}}$$

#### 3.2.5.6. Parçacık Morfolojisi

Mikrokapsüllerin yüzey yapısı, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvar–Taramalı Elektron Mikroskobu Laboratuvarı’nda yer alan taramalı elektron mikroskobu (Carl Zeiss 300VP, Almanya) ile görüntülenmiştir.

### 3.2.5.7. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk

Mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri, Chinta ve ark. [500] tarafından belirtilen ve Quispe-Condori ve ark. [259] tarafından modifiye edilen yöntemle göre belirlenmiştir. 3 g ( $m_0$ ) örnek, 25 mL hacimli bir cam mezüre huni yardımıyla aktarılmıştır. Mezürün iç duvarlarına yapışan tozların da yığına alınabilmesi için mezüre çok hafif şekilde vurulmuştur. Silindir içerisindeki hacim ( $V_0$ ) direkt okunmuş ve yığın yoğunluğu aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$\text{Yığın Yoğunluğu } (\rho_B) \text{ (g/mL)} = \frac{m_0}{V_0}$$

Sıkıştırılmış yoğunlukta ise, aynı mezür içerisindeki örnek, sabit bir hacme ( $V_n$ ) ulaşıncaya dek sıkıştırılmış ve aşağıdaki formüle göre hesaplama yapılmıştır:

$$\text{Sıkıştırılmış yoğunluk } (\rho_T) \text{ (g/mL)} = \frac{m_0}{V_n}$$

### 3.2.5.8. Akabilirlik

Mikrokapsüllerin akabilirliği, Carr's Indeks (CI) ve Hausner Oranı (HR) ile değerlendirilmiştir [259].

$$CI = \frac{\rho_T - \rho_B}{\rho_T} \times 100$$

$$HR = \frac{\rho_T}{\rho_B}$$

### 3.2.5.9. Islanabilirlik

Mikrokapsüllerin ıslanabilirlik değerleri, Jinapong ve ark. [501] tarafından bildirilen yöntemle göre belirlenmiştir. 250 mL hacimli behere 25°C sıcaklıkta olan 100 mL saf su koyulmuştur. Beherin üzerine gelecek şekilde, büret ayağına bir cam huni yerleştirilmiş ve huninin alt noktası ile beher içerisindeki su yüzeyi arasındaki mesafe 10 cm olarak sabitlenmiştir. Cam huninin içerisine bir deney tüpü yerleştirilerek huninin alt çıkışı kapatılmıştır. Cam huninin içerisinde bulunan deney tüpünün çevresine 0.1 g toz örnek tartılarak koyulmuştur. Deney tüpünün kaldırılması ve böylece toz örneğin suyun yüzeyine düşmesi ile eş zamanlı olarak sayaç

çalıştırılmıştır. Toz parçacıklarının suyun yüzeyinden tamamen kaybolması (ıslanması) için gereken süre saniye olarak kaydedilmiştir.

#### **3.2.5.10. Çözünürlük**

Mikrokapsüllerin çözünürlüğü, Eastman ve Moore [502] tarafından geliştirilen ve Cano-Chauca ve ark. [503] tarafından değiştirilen yöntemle göre belirlenmiştir. 1 g toz örnek, 100 mL su içeren paslanmaz çelik karıştırma kabına sahip blender (Waring, A.B.D.) alınmış ve 5 dakika yüksek hızda karıştırılmıştır. Çözelti daha sonra santrifüjde (Hettich Universal 32R, Almanya) 3000 rpm devirde 5 dakika santrifüj edilmiştir. Üst fazdan 25 mL alınmış ve darası bilinen bir nem kabına aktararak, 105°C sıcaklıktaki etüvde sabit ağırlığa ulaşincaya dek kurutulmuştur. “% çözünürlük” gravimetrik olarak hesaplanmıştır.

#### **3.2.5.11. Soğuk Ekstraksiyon**

Enkapsülasyon işleminin kabak çekirdeği yağının yağ asitleri bileşimi, tokoferol bileşimi ve toplam fenolik madde miktarı üzerine etkilerini ortaya koyabilmek için mikrokapsüllerden Calvo ve ark. [108] tarafından belirtilen soğuk ekstraksiyon yöntemi değiştirilerek yağ ekstrakte edilmiştir. Bu amaçla, 20 g toz örnek, kapaklı bir cam kavanoza alınmış ve üzerine 300 mL *n*-hekzan ilave edilmiştir. Yağ ekstraksiyonunu sağlamak amacıyla bu karışım, çalkalamalı inkübatöre alınarak oda sıcaklığında 1 saat 125 rpm’de çalkalanmıştır. Süre sonunda karışım, Whatman No:1 filtre kağıdından süzülerek darası bilinen 500 mL hacimli bir cam balona alınmıştır. Çözgen döner buharlaştırıcıda vakum altında 30°C sıcaklıkta uzaklaştırılmıştır. Çözgenin tamamen uzaklaştırılması için balon, son olarak azot gazı ile muamele edilmiştir.

#### **3.2.5.12. Yağ Asitleri Bileşimi**

Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının ve mikrokapsüllerden soğuk ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağların yağ asitleri metil esterleri, AOCS [504] yöntemine göre elde edilmiştir. İlk olarak 0.1 g yağ örneği, 25 mL hacimli santrifüj tüpüne tartılmıştır. Bunun ardından, santrifüj tüpüne 0.5 mL 2 N metanollü KOH çözeltisi ve 2.5 mL kromatografik saflıkta *n*-hekzan ilave edilmiştir. Santrifüj tüpü 30 sn boyunca, vorteks cihazında (WISD WiseMix VM-10, Güney Kore) en yüksek devirde karıştırılmıştır. Daha sonra bu tüpler, santrifüj cihazına alınarak (Hettich Eba 8S, Almanya) 6000 rpm devirde 10 dk boyunca santrifüj edilmiştir. Üstteki yağ asidi



Kabak çekirdeği yağında teşhis edilen yağ asitlerinin alıkonma zamanları: C6:0=3.778; C8:0=3.960; C10:0=4.208; C12:0=5.002; C14:1=5.623; C16:0=6.464; C16:1=6.838; C17:0=7.599; C17:1=8.101; C18:0=8.940; C18:1n9t=9.136; C18:1n9c=9.444; C18:2n6t=9.661; C18:2n6c=10.128; C18:3n6=10.458; C18:3n3=10.712; C20:1=12.234; C21:0=13.993; C20:4n6=24.285; C24:0=30.117; C24:1=38.426.

Daha sonra, aynı şartlar altında örnekler gaz kromatografisi cihazında analiz edilmiş ve elde edilen pikler, standarttaki pikler ile alıkonma sürelerine bağlı olarak kıyaslanarak teşhis edilmiştir. Sonuçlar “% alan” olarak ifade edilmiştir.

### 3.2.5.13. Tokoferol Bileşimi

Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının ve mikrokapsüllerden soğuk ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağların tokoferol bileşimleri, IUPAC [505] yöntemine göre belirlenmiştir. 2 g yağ örneği, 25 mL hacimli balon jojeye tartılmış ve hacim çizgisine kadar propanol/*n*-hekzan (0.5:99.5; v/v) ile seyreltilmiştir. Örnek iyice çözündürüldükten sonra, gözenek çapı 0.45 µm olan şırınga ucu filtreden geçirilerek amber renkli sıvı kromatografisi viallerine alınmıştır. Sıvı kromatografisi cihazının özellikleri ve işlem şartları aşağıda verilmiştir:

Cihazın markası : Agilent Technologies 1260 Infinity (Santa Clara, CA, A.B.D.)

Kolon : Hypersil H5 (uzunluk: 250 mm; iç çap: 4.6 mm; kolon dolgu maddesinin parçacık boyutu: 5 µm) (Hichrom, Reading, İngiltere)

Kolon sıcaklığı : 20°C

Dedektör : Diyot array dedektör

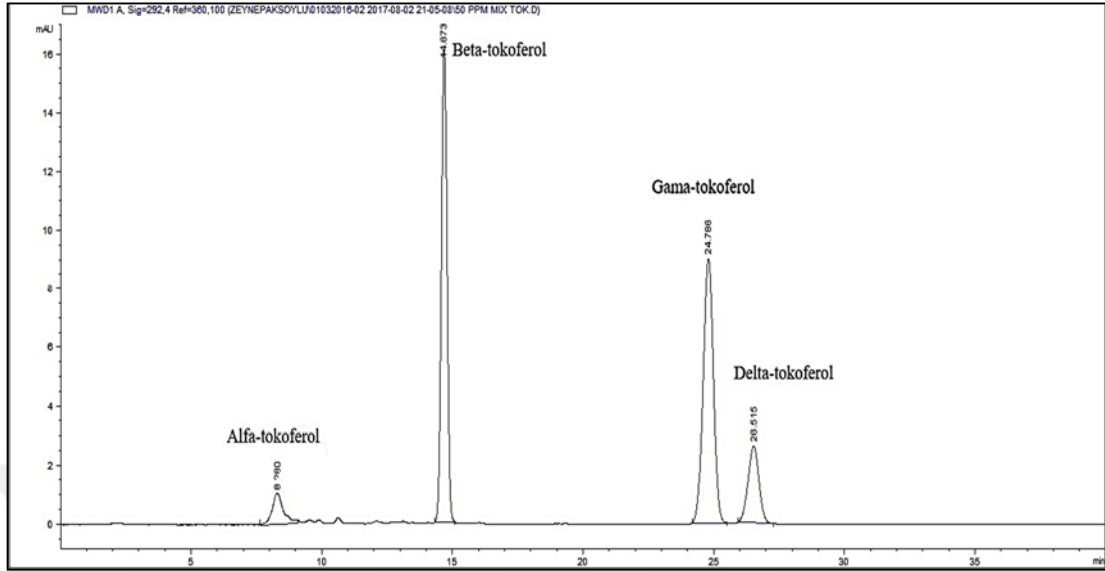
Dalga boyu : 292 nm

Hareketli faz : Propanol/*n*-hekzan (0.5:99.5; v/v)

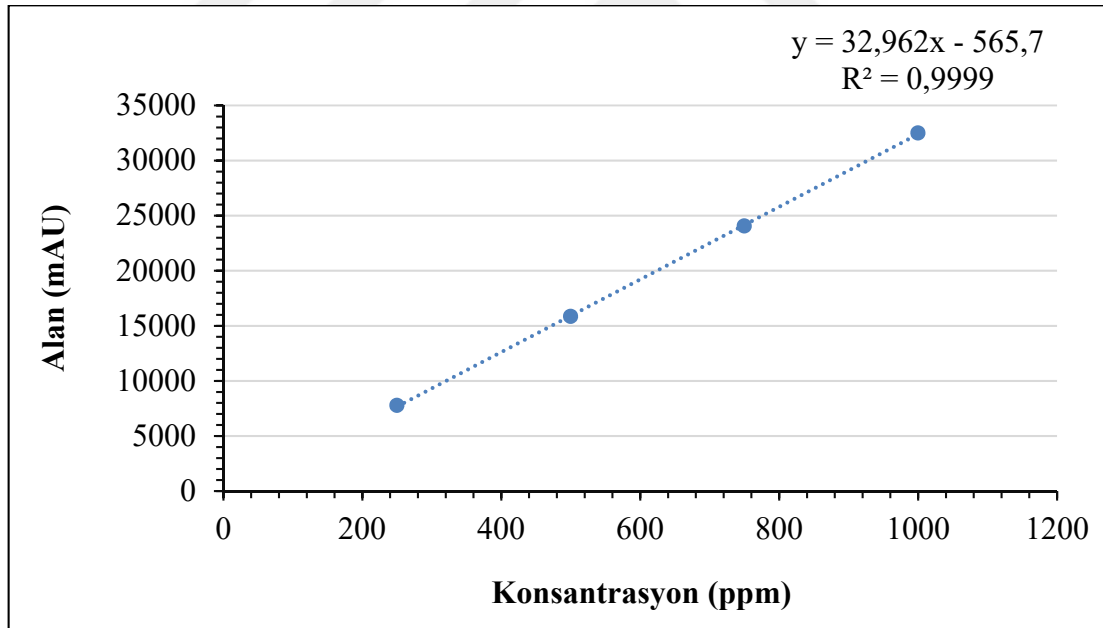
Akış hızı : 0.9 mL/dk

İlk olarak, α-, β-, γ- ve δ-tokoferol standartları ayrı ayrı sıvı kromatografisi cihazında analiz edilmiş ve her bir tokoferol izomerinin alıkonma süresi belirlenmiştir. Dört tokoferol izomerinin birarada bulunduğu standart karışımına ait kromatogram Şekil 3.20’de gösterilmiştir. Daha sonra, yağ örnekleri sıvı kromatografisi cihazında analiz edilmiştir. Örneklerde elde edilen piklerin alıkonma süreleri, standartların alıkonma süreleri ile karşılaştırılarak tokoferol tanımlaması yapılmıştır. Her bir

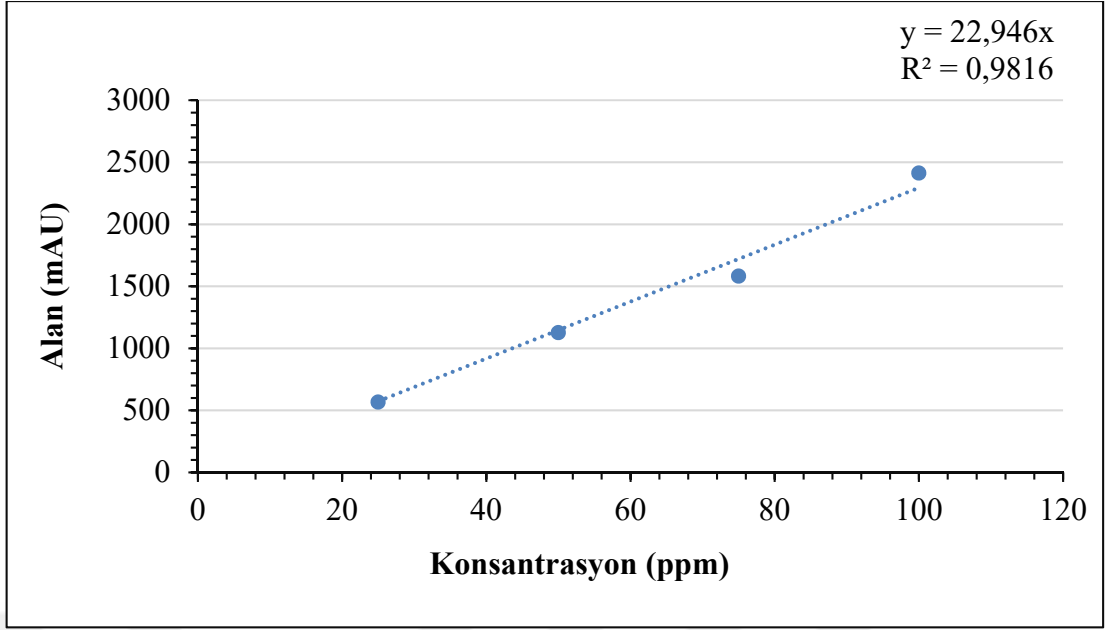
tokoferol standardı için kalibrasyon grafikleri çizilmiş (Şekil 3.21–3.24) ve örneklerdeki tokoferol miktarları “mg/100 g” cinsinden hesaplanmıştır.



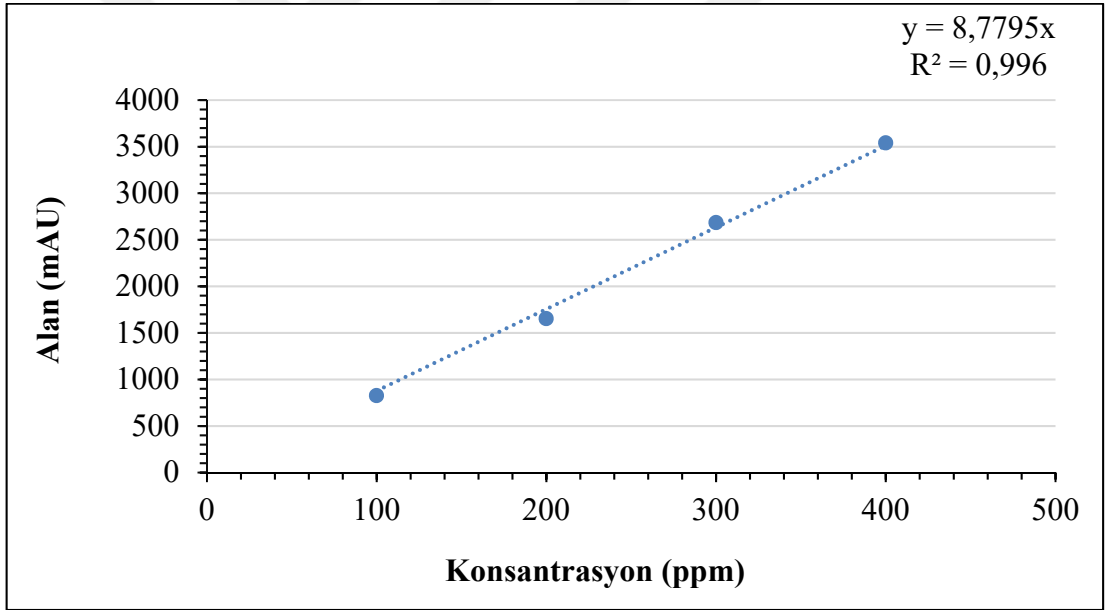
Şekil 3.20 Dört tokoferol izomerini içeren standard karışımına ait kromatogram



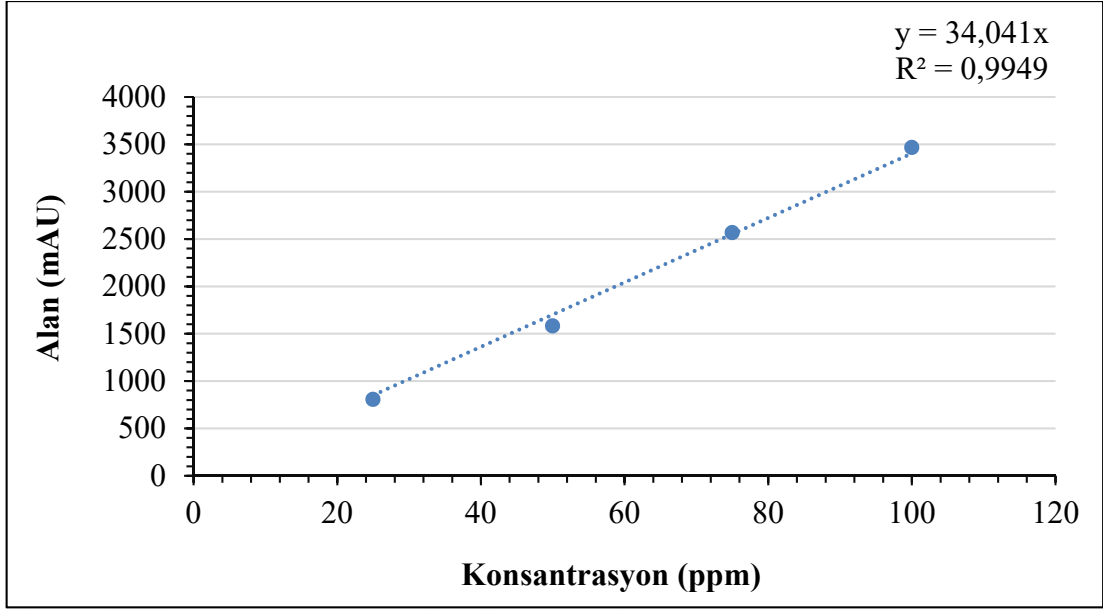
Şekil 3.21  $\alpha$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (250–1000 ppm)



Şekil 3.22  $\beta$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (25–100 ppm)



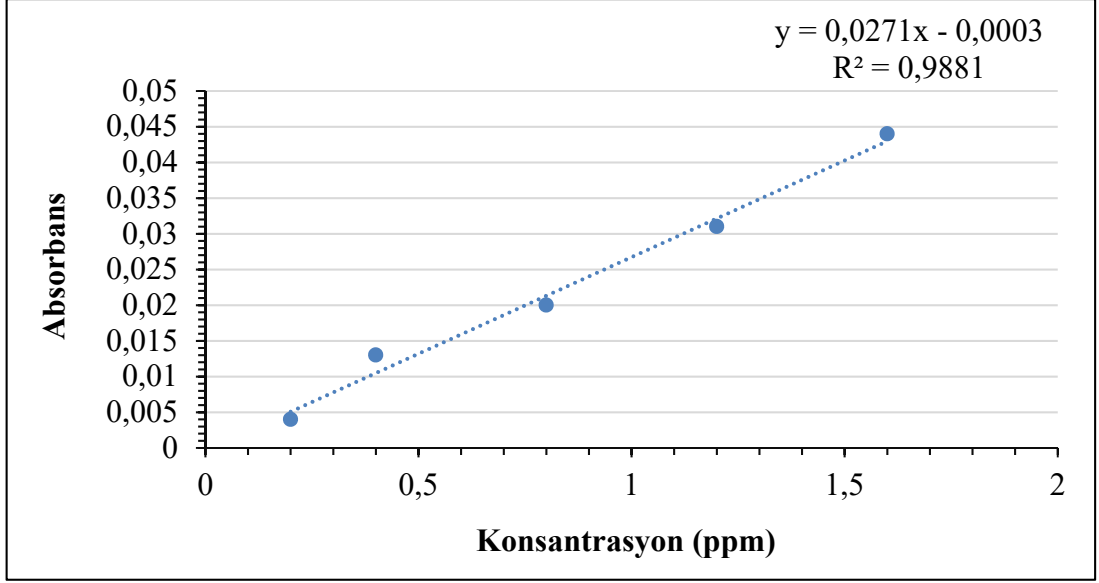
Şekil 3.23  $\gamma$ -tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (100–400 ppm)



Şekil 3.24 δ-tokoferol standardına ait kalibrasyon grafiği (25–100 ppm)

#### 3.2.5.14. Toplam Fenolik Madde

Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının ve mikrokapsüllerden soğuk ekstraksiyon yöntemi ile elde edilen yağların toplam fenolik madde içerikleri, Gutfinger [506] tarafından kullanılan Folin–Ciocalteu yönteminde değişiklik yapılarak belirlenmiştir. 2.5 g yağ, 25 mL hacimli kapaklı santrifüj tüpüne tartılmış ve burada, 5 mL *n*-hekzanda çözündürülmüştür. Santrifüj tüpünün içerisine daha sonra 5 mL metanol/su (60:40; v/v) ilave edilmiş ve vorteks cihazında en yüksek devirde 2 dk boyunca karıştırılmıştır. Süre sonunda, santrifüj cihazına alınan tüpler, 3500 devirde 10 dk boyunca santrifüj edilmiştir. İşlem bittikten sonra, içerisinde yağın çözündüğü hekzan üst fazı atılmış ve metanolik alt fazdan 1 mL, 25 mL hacimli balon jøjeye alınmıştır. Balon jøjeye daha sonra 5 mL saf su ve 0.5 mL Folin–Ciocalteu ayırıcı ilave edilerek 3 dk karanlıkta bekletilmiştir. Süre sonunda 1 mL sodyum karbonat çözeltisi (%35’lik; w/v) ilave edilmiş ve hacim çizgisine kadar saf suyla seyreltilmiştir. Balon jöje içerisindeki karışım 2 saat karanlıkta bekletilmiş ve süre sonunda, absorbansı spektrofotometrede (Shimadzu UVmini–1240, Kyoto, Japonya) köre (içerisinde yağ ya da standart olmayan karışım) karşı 725 nm’de okunmuştur. Farklı konsantrasyonlarda gallik asit çözeltileri hazırlanarak gallik asit kalibrasyon grafiği oluşturulmuş (Şekil 3.25) ve sonuçlar, “mg gallik asit eşdeğeri (GAE)/100g” cinsinden ifade edilmiştir.



**Şekil 3.25** Gallik asit kalibrasyon grafiği (0.2–1.6 ppm)

### 3.2.6. Depolama Analizleri

#### 3.2.6.1. Nem İçeriği

Mikrokapsüllerin nem miktarlarında meydana gelen değişimler, üretimin ilk, 4., 8. ve 12. haftasında mikrokapsüllerin 105°C sıcaklıktaki etüvde (Memmert UNB400, Almanya) sabit ağırlığa ulaşınca dek kurutulmasıyla gravimetrik olarak belirlenmiştir ve sonuçlar “%” olarak ifade edilmiştir.

#### 3.2.6.2. Su Aktivitesi ( $a_w$ )

Mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinde meydana gelen değişimler, üretimin ilk, 4., 8. ve 12. haftasında su aktivitesi ölçüm cihazı (Rotronic Hygropalm, Bassersdorf, İsviçre) kullanılarak 25°C sıcaklıkta belirlenmiştir.

#### 3.2.6.3. Peroksit Değeri (PV)

Enkapsülasyon işlemine tabi tutulmamış yağ, mikrokapsüllerin içerisinde enkapsüle edilmiş yağ (enkapsüle yağ) ve mikrokapsüllerin içerisinde enkapsüle edilemeyip yüzeyde kalmış yağların (yüzey yağı) peroksit değerleri, Tontul ve Topuz [507] tarafından modifiye edilen resmi AOCS (American Oil Chemists’ Society) yöntemi (Cd 8b–90) kullanılarak belirlenmiştir [508]. Yaklaşık 0.3 g yağ örneği, kapaklı erlene tartılmış ve 10 mL asetik asit/kloroform çözeltisi (3:2; v/v) içerisinde çözündürülmüştür. Daha sonra, erlene 0.5 mL doymuş KI çözeltisi ilave edilmiş ve erlen 1 dk boyunca karıştırılmıştır. Süre sonunda, erlene 10 mL distile su ve indikatör

olarak 0.5 mL nişasta çözeltisi (%1'lik; w/v) ilave edilmiştir. Elde edilen karışım, mavi renk kaybolana dek 0.002 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edilmiştir. Peroksit değeri, aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{Peroksit Değeri (meq peroksit/kg yağ)} = \frac{(S-B) \times N \times 1000}{W}$$

Burada;

S = örneğin titrasyonunda harcanan sodyum tiyosülfat çözeltisinin miktarı (mL)

B = körün titrasyonunda harcanan sodyum tiyosülfat çözeltisinin miktarı (mL)

N = sodyum tiyosülfat çözeltisinin normalitesi

W = örnek miktarı (g)

#### 3.2.6.4. Konjuge Dien (K<sub>232</sub>) Değeri

Enkapsülasyon işlemine tabi tutulmamış yağ, mikrokapsüllerin içerisinde enkapsüle edilmiş yağ (enkapsüle yağ) ve mikrokapsüllerin içerisinde enkapsüle edilemeyip yüzeyde kalmış yağların (yüzey yağı) konjuge dien değerleri, resmi AOCS yöntemi (Ti 1a-64) kullanılarak belirlenmiştir [508]. Buna göre, 250 mg yağ örneği, 50 mL hacimli balon jojeye tartılmış ve spektrofotometrik saflıktaki izooktan içerisinde çözündürülmüştür. Balon joje, oda sıcaklığında karanlık ortamda 15 dk bekletilmiştir. Süre sonunda, çözeltinin absorbansı spektrofotometrede izooktana karşı 234 nm'de okunmuştur. K<sub>232</sub> değeri, aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır:

$$K_{232} (\%) = \frac{0.84 \times (A_s - K_0)}{b \times c}$$

Burada;

A<sub>s</sub> = örneğin absorbansı

K<sub>0</sub> = ester grupları için düzeltme katsayısı (0,07)

b = kuvvet uzunluğu (1 cm)

c = örnek konsantrasyonu (g/L)

#### 3.2.6.5. P-anisidin Değeri

Enkapsülasyon işlemine tabi tutulmamış yağ, mikrokapsüllerin içerisinde enkapsüle edilmiş yağ (enkapsüle yağ) ve mikrokapsüllerin içerisinde enkapsüle edilemeyip yüzeyde kalmış yağların (yüzey yağı) p-anisidin değerleri, Tontul ve

Topuz [507] tarafından değiştirilen resmi AOCS yöntemi (Cd 18–90) kullanılarak belirlenmiştir [508]. 0.3 g yağ örneği, 10 mL hacimli balon joje içerisine tartılmış ve spektrofotometrik saflıktaki *n*-hekzan içerisinde çözündürülmüştür. Bu çözeltinin absorbansı ( $A_1$ ), spektrofotometrede *n*-hekzana karşı 350 nm’de okunmuştur. Daha sonra, bir deney tüpüne bu çözeltiden 5 mL alınmış ve üzerine 1 mL *p*-anisidin çözeltisi (glasiyal asetik asit içerisinde %0.25’lik; w/v) ilave edilmiştir. Aynı sırada, başka bir deney tüpü içerisine 5 mL *n*-hekzan alınmış ve üzerine 1 mL *p*-anisidin çözeltisi ilave edilmiştir. Deney tüplerinin kapakları kapatılarak karıştırılmış ve oda sıcaklığında karanlıkta 10 dk bekletilmiştir. Süre sonunda, 1.deney tüpünde yer alan yağlı çözeltinin absorbansı ( $A_2$ ), 2.deney tüpünde hazırlanan *n*-hekzanlı çözeltiye karşı spektrofotometrede 350 nm’de okunmuştur. *P*-anisidin değeri, aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır:

$$pAV = \frac{25 \times (1.2 \times A_2 - A_1)}{W}$$

Burada;

W = örnek miktarı (g)

#### 3.2.6.6. Toplam Oksidasyon (Totoks) Değeri

Toplam oksidasyon değeri, aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{Totoks Değeri} = 2 \times (\text{Peroksit değeri}) + p\text{-anisidin değeri}$$

#### 3.2.7. Deney Tasarımı ve Optimizasyon

Karışım deney tasarımı; faktörlerin, bir karışımın bileşenleri olduğu ve yanıtın, karışımdaki her bir bileşenin oranına bağlı bir fonksiyon olduğu özel bir yanıt yüzey deney tasarım yöntemidir. Karışım deney tasarımında yanıt, bileşenlerin oranlarına bağlı olarak değişiklik göstermekle birlikte, bileşenlerin toplamı daima sabittir [509]. Bu tip tasarımların en sık kullanıldığı alan, birden fazla girdinin bir araya getirilmesi ile bir ürünün elde edildiği ürün formülasyonlarıdır [510]. D-optimal tasarım, bir karışım tasarım çeşididir. Bileşenlerin (bağımsız değişkenlerin) aralıkları aynı olmadığında ya da kısıtlar ile çalışılması gereken karmaşık (kompleks) bir alan söz konusu olduğunda optimal karışım tasarımları tercih edilmelidir [511]. Bu çalışmada en yüksek enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri içeriğinin elde edilmesini sağlayan optimum duvar materyali formülasyonunu

belirlemek için D-optimal tasarım yöntemi kullanılmıştır. Bugüne kadar yapılan benzer çalışmalar araştırılarak PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik bağımsız değişkenler olarak seçilmiştir. Bağımsız değişkenlerin, ön denemeler sonucunda belirlenen alt ve üst sınır değerleri Tablo 3.4’de verilmiştir.

**Tablo 3.4** D-optimal tasarım yöntemindeki bağımsız değişkenlerin sınır değerleri

|   | <b>Bağımsız Değişken</b> | <b>Alt Sınır (%)</b> | <b>Üst Sınır (%)</b> |
|---|--------------------------|----------------------|----------------------|
| A | PAS proteini             | 10                   | 19                   |
| B | Maltodekstrin            | 0.5                  | 5                    |
| C | Gam arabik               | 0.5                  | 5                    |

Bu çalışma kapsamında kullanılan D-optimal tasarım yönteminde kısıt “A+B+C=%20” olarak belirlenmiştir. Enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı optimizasyon çalışmasının bağımlı değişkenleri yani yanıt olarak seçilmiştir. Bu projede optimizasyonun amacı, enkapsülasyon veriminin, çözünürlüğün ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarının maksimize edildiği üç bileşenli optimum duvar materyali formülasyonunun belirlenmesidir. Design Expert Ver 7.0.0 yazılımı kullanılarak 18 deneme formülasyonu oluşturulmuş ve enkapsülasyon verimi sonuçları değerlendirilmiştir. Dış faktörlerin sebep olabileceği etkileri minimize etmek amacıyla, denemeler, yazılım tarafından belirlenen rastgele sıraya göre gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın optimizasyon kısmında, uygun istatistiksel modelin belirlenmesi için enkapsülasyon verimi sonuçları Design Expert Ver. 7.0.0. programı kullanılarak değerlendirilmiştir. Öncelikle, “kareler toplamı” tablosu, “uyum eksikliği (lack of fit)” testleri, “düzeltilmiş regresyon katsayısı ( $Adj-R^2$ )” ve “tahminlenen regresyon katsayısı ( $predicted R^2$ )” değerleri incelenerek önerilen model belirlenmiştir. Daha sonra, bu modelin uygunluğu ANOVA tablosu oluşturularak irdelenmiştir.  $p$ -değeri 0.05’den büyük olan model terimleri, “önemsiz” kabul edilerek model hiyerarşisi göz önünde bulundurulmak kaydıyla modelden çıkartılmıştır. Aşağıdaki kriterler değerlendirilerek modelin uygunluğuna karar verilmiştir:

- Modelin  $p$ -değeri  $< 0.05$  olmalı (yani önemli olmalı)
- Uyum eksikliği  $p$ -değeri  $> 0.05$  olmalı (yani önemsiz olmalı)
- Yeterli kesinlik (adequate precision) değeri  $> 4$  olmalı
- ( $Adjusted R^2 - Predicted R^2$ )  $< 0.2$  olmalı [511].

Yukarıda belirtilen kriterlere bağılı olarak yapılan deęerlendirmeler sonucunda tespit edilen uygun model kullanılarak, enkapsülasyon veriminin, çözünürlüğün ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının maksimize edileceęi optimum duvar materyali karışımının bileşimi (A+B+C) belirlenmiştir. Modellerin uygunluęunun belirlenmesi, optimizasyon ve grafiklerin elde edilmesi amacıyla Design Expert Ver. 7.0.0. programı kullanılmıştır.

### **3.2.8. İstatistiksel Deęerlendirme**

Çalışma iki tekerrür ve analizler üç paralel şekilde gerçekleştirilmiştir. Oluşturulan 18 formülasyonun emülsiyon, mikrokapsül ve depolama süresince incelenen kalite özellikleri SAS Ver. 8.2. (SAS Institute, Cary, NC, A.B.D.) programı kullanılarak istatistiksel olarak deęerlendirilmiştir. Emülsiyon (emülsiyon stabilitesi, emülsiyon viskozitesi, emülsiyon damlacık boyutu) ve mikrokapsül özellikleri (parçacık büyüklüğü, yığın yoğunluğu, sıkıştırılmış yoğunluk, Carr indeks, Hausner oranı, akabilirlik, ıslanabilirlik, çözünürlük, yağ asitleri bileşimi, tokoferol bileşimi ve toplam fenolik madde içerięi), tamamen rastgele desen kullanılarak analiz edilmiştir. Depolama süresince periyodik olarak yapılan analizler (nem içerięi, su aktivitesi, peroksit deęeri, konjuge dien deęeri, *p*-anisidin deęeri, totoks deęeri) ise  $19 \times 4$  faktöriyel desen kullanılarak analiz edilmiştir. Burada; 1. faktör uygulama çeşidi (enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeęi yağı, Deneme-1, Deneme-2 gibi), 2.faktör ise depolama süresi (0., 4., 8. ve 12.hafta) olarak kabul edilmiştir. Faktöriyel desen kullanılarak deęerlendirilen parametrelerde, istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) olan faktörler için en küçük önemli fark (LSD) deęeri  $\alpha=0.05$  seviyesinde hesaplanmıştır. Çeşit  $\times$  depolama süresi etkileşiminin önemli olduęu durumlarda, her bir faktör (çeşit ve depolama süresi) için ayrı bir LSD hesaplaması ve harflendirme yapılmamıştır. Etkileşimin önemsiz olduęu durumlarda, her bir faktör için LSD hesaplanmış ancak sadece istatistiksel olarak önemli olan faktör/faktörler için harflendirme yapılmıştır. Veriler, Fisher's LSD yöntemi kullanılarak kıyaslanmıştır ( $p<0.05$ ). Pearson korelasyon katsayıları ve *p* deęerleri SAS Ver.8.2. paket programında PROC CORR prosedürü kullanılarak hesaplanmıştır.

### **3.2.9. Kullanılan Kimyasal Çözeltiler**

**Metanollü potasyum hidroksit :** 11.20 g potasyum hidroksit, 100 mL hacimli balon joje içerisine tartılmış ve balon jojenin hacim çizgisine kadar kromatografik

saflıktaki metanol ile seyreltilmiştir. Elde edilen bu çözeltinin konsantrasyonu 2 N olarak hesaplanmıştır (molekül ağırlığı<sub>potasyum hidroksit</sub> = 56 g/mol).

**Tokoferol stok çözeltileri :**  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - ve  $\delta$ -tokoferol stok çözeltileri, 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1000 ppm) konsantrasyona sahip olacak şekilde propanol/*n*-hekzan (0.5:99.5; v/v) içerisinde çözündürülerek hazırlanmıştır. Daha sonra bu stok çözeltiler seyreltilerek farklı konsantrasyonlara sahip ara stok çözeltiler elde edilmiştir.

**Sodyum karbonat :** 35 g sodyum karbonat, 100 mL hacimli balon joje içerisine tartılmış ve balon jojenin hacim çizgisine kadar saf suyla seyreltilmiştir. Elde edilen bu çözeltinin konsantrasyonu %35 (w/v) olarak hesaplanmıştır.

**Gallik asit stok çözeltisi :** 0.1 g gallik asit, 100 mL hacimli balon joje içerisine tartılmış ve balon jojenin hacim çizgisine kadar spektrofotometrik saflıktaki metanol ile seyreltilmiştir. Elde edilen bu çözeltinin konsantrasyonu 1000  $\mu\text{g/mL}$  (1000 ppm) olarak hesaplanmıştır. Daha sonra bu stok çözelti seyreltilerek farklı konsantrasyonlara sahip ara stok çözeltiler elde edilmiştir.

**Sodyum tiyosülfat :** Yaklaşık 0.49–0.50 g sodyum tiyosülfat–5–hidrat, 1 L hacimli balon joje içerisine alınmış ve balon joje hacim çizgisine kadar, kaynatılmış–soğutulmuş saf su ile seyreltilmiştir. Elde edilen bu çözeltinin konsantrasyonu 0.002 N olarak hesaplanmıştır (molekül ağırlığı<sub>sodyum tiyosülfat–5–hidrat</sub> = 248.19 g/mol).

**P–anisidin :** 0.25 g *p*-anisidin, 100 mL hacimli balon joje içerisine tartılmış ve balon jojenin hacim çizgisine kadar glasiyal asetik asit ile seyreltilmiştir. Elde edilen bu çözeltinin konsantrasyonu %0.25 (w/v) olarak hesaplanmıştır.

#### 4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

##### 4.1. Emülsiyon Karakterizasyonu

##### 4.1.1. Emülsiyon Stabilitesi

Enkapsülasyon işlemi süresince emülsiyon stabilitesinin sağlanması, yüksek bir yağ enkapsülasyon veriminin elde edilmesi için önemli bir adımdır [512]. Bu çalışmada emülsiyon stabilitesi, emülsiyondan ayrılan krema yüksekliği olarak ifade edilmiş olup ilk 24 saat içerisinde emülsiyonlarda herhangi bir ayrılma meydana gelmemiş olup kinetik olarak stabil bir özellik göstermişlerdir. Oda sıcaklığında 48 saat sonunda ise emülsiyonların üzerinde oluşan krema yüksekliği %13.65–35.28 arasında değişim göstermiştir (Tablo 4.1). Duvar materyali kaplaması bileşiminin, 48 saat sonunda emülsiyon stabilitesi üzerine etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ). Krema yüksekliğinin (%ayrılmanın) fazla olması emülsiyon stabilitesinin düşük olduğu anlamına gelmektedir.

**Tablo 4.1** Emülsiyonların 48 saat sonunda emülsiyon stabilitesi değerleri (%)

| Deneme      | Emülsiyon Stabilitesi (% ayrılma) |
|-------------|-----------------------------------|
| Deneme – 1  | $27.98 \pm 2.98^{bc}$             |
| Deneme – 2  | $26.99 \pm 3.31^{cd}$             |
| Deneme – 3  | $14.52 \pm 3.35^{hi}$             |
| Deneme – 4  | $21.31 \pm 0.91^{defgh}$          |
| Deneme – 5  | $17.69 \pm 1.36^{fghi}$           |
| Deneme – 6  | $23.00 \pm 0.27^{cdef}$           |
| Deneme – 7  | $25.07 \pm 1.25^{cde}$            |
| Deneme – 8  | $19.77 \pm 0.72^{efghi}$          |
| Deneme – 9  | $13.65 \pm 0.31^i$                |
| Deneme – 10 | $21.11 \pm 4.44^{defgh}$          |
| Deneme – 11 | $35.28 \pm 2.81^a$                |
| Deneme – 12 | $23.40 \pm 1.61^{cdef}$           |
| Deneme – 13 | $15.48 \pm 1.19^{ghi}$            |
| Deneme – 14 | $18.62 \pm 1.48^{efghi}$          |
| Deneme – 15 | $22.03 \pm 2.98^{cdefg}$          |
| Deneme – 16 | $18.06 \pm 1.3^{efghi}$           |
| Deneme – 17 | $20.91 \pm 1.38^{defgh}$          |
| Deneme – 18 | $34.45 \pm 2.78^{ab}$             |

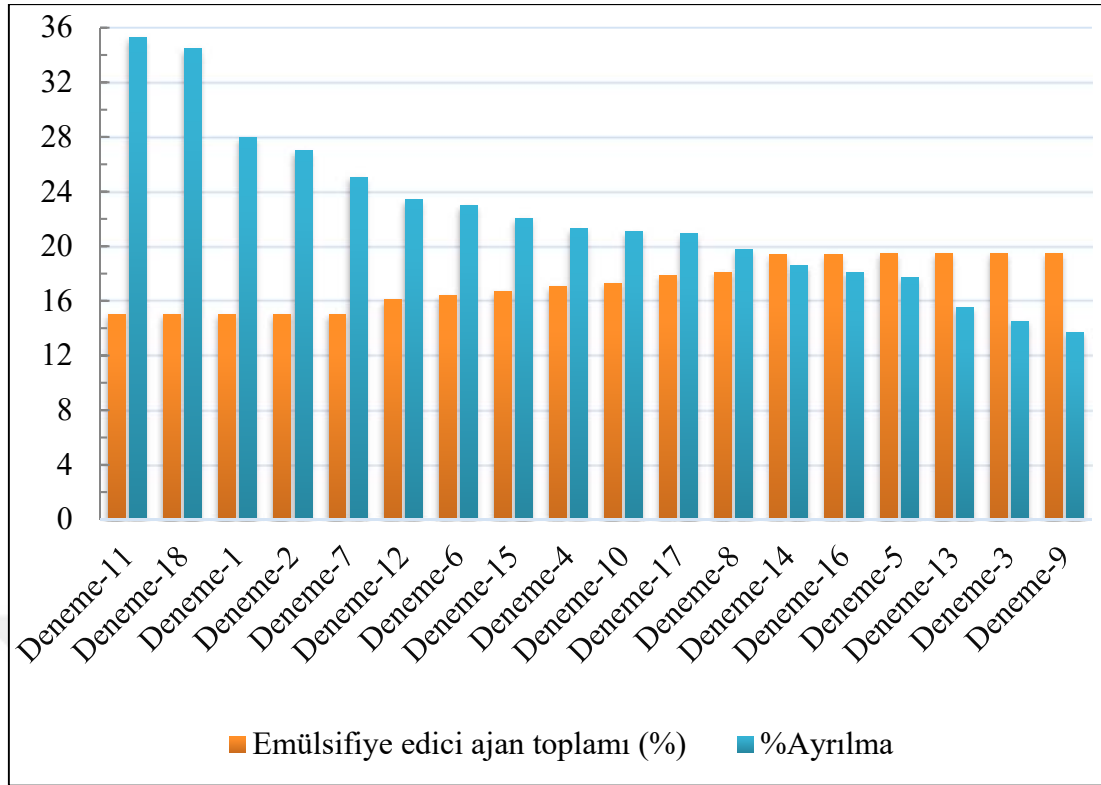
Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Üç farklı bileşenden meydana gelen bu duvar materyalinin yer aldığı emülsiyonlarda stabilite, elektrostatik kuvvetler dolayısıyla oluşan protein–

karbonhidrat kompleksleri tarafından etkilenmektedir [513]. Protein ve polisakkariti birarada içeren emülsiyon sistemlerinde proteinler, su–yağ ara yüzeyinde adsorbe olmuş birincil katmanı oluştururken, hidrofilik polisakkaritlerin protein kaplı yağ damlacıklarının dış yüzeyinde, emülsiyonun stabilizasyon özelliklerini iyileştiren ikincil bir katmanı oluşturduğu düşünülmektedir [514].

Genel olarak bu parametre, formülasyondaki emülsifiye edici özelliğe sahip bileşenlerin –PAS proteini ve gam arabik– toplam miktarı ile ters orantılı olarak değişmiştir (Şekil 4.1). Gam arabik gibi polielektrolitler, elektrostatik çekim, hidrojen bağları ya da Van der Waals kuvvetleri yoluyla proteinler ile etkileşim kurarak emülsiyon stabilitesini artırabilirler. Ayrıca, yüksek bir moleküler ağırlığa sahip olmasına rağmen gam arabik, dallanmış yapısı sayesinde su–yağ ara yüzeyine hızlı bir şekilde nüfuz eder ve PAS proteini ile birlikte ara yüzeyi yoğun bir şekilde sarmalar [215]. Matsumura ve ark. [515], yüzey aktif bir özelliğe sahip olmayan ya da çok az sahip olan maltodekstrinin emülsiyon stabilitesi üzerine olumlu etkisini, maltodekstrin çözeltisinin, emülsiyon içerisindeki yağ globüllerinin biraraya toplanmasını engelleyen viskoz yapısı ile açıklamışlardır. Ancak, bu çalışmada elde edilen emülsiyonların viskoziteleri arasında belirgin bir fark gözlenememiştir. Aynı emülsifiye edici ajan toplamına sahip olmasına rağmen, Deneme–11/Deneme–18 ve Deneme–1/Deneme–2/Deneme–7’in stabiliteleri arasındaki belirgin fark, bu denemelerin bazılarında ara yüzeye adsorbe olmuş PAS proteini ve gam arabik arasında meydana gelen dengeli dağılımın, bu biyopolimerler arasında daha kuvvetli bir etkileşim oluşmasına sebep olması ve bunun da daha güçlü bir ara yüzey membranının oluşmasına yardımcı olması ile açıklanabilir [215].



**Şekil 4.1** Emülsiyon stabilitelerinin, emülsifiye edici ajanların toplam miktarına bağlı olarak değişimi

Carneiro ve ark. [95] tarafından yapılan çalışmada, rotor stator tip homojenizatör ile oluşturulan su-içerisinde-keten tohumu yağı emülsiyonlarında 24 saat sonunda sadece PAS proteini-maltodekstrin karışımında faz ayrımının meydana geldiği (%16.80) tespit edilmiştir. Silva ve Meireles [493], annatto (*Bixa orellana* L.) çekirdeği yağı ve inülin ile ultrasonikatör kullanarak oluşturdukları emülsiyonlarda 24 saat sonunda ayrılmanın %0–7 arasında değiştiğini belirlemiştir. Frascareli ve ark. [261] ise 24 saat sonunda yalnızca %26 ve %30 gibi yüksek yağ içeriğine sahip emülsiyonlarda faz ayrımı olduğunu, diğer kahve yağı-gam arabik emülsiyonlarının oldukça stabil olduğunu bildirmişlerdir. Çalışmamızda oluşturulan emülsiyonlarda ilk 24 saat sonunda faz ayrımı olmadığı düşünüldüğünde, bu çalışmadan elde edilen stabilite sonuçlarının daha önce yapılan çalışmaların sonuçları ile uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

Homojenizasyon esnasında yağ, oldukça küçük damlacıklar halinde parçalanmakta ve duvar materyali bu damlacıkların etrafını çevreleyerek onların biraraya gelmesini ve kümeleşmesini engellemektedir [516]. Yüksek basınç

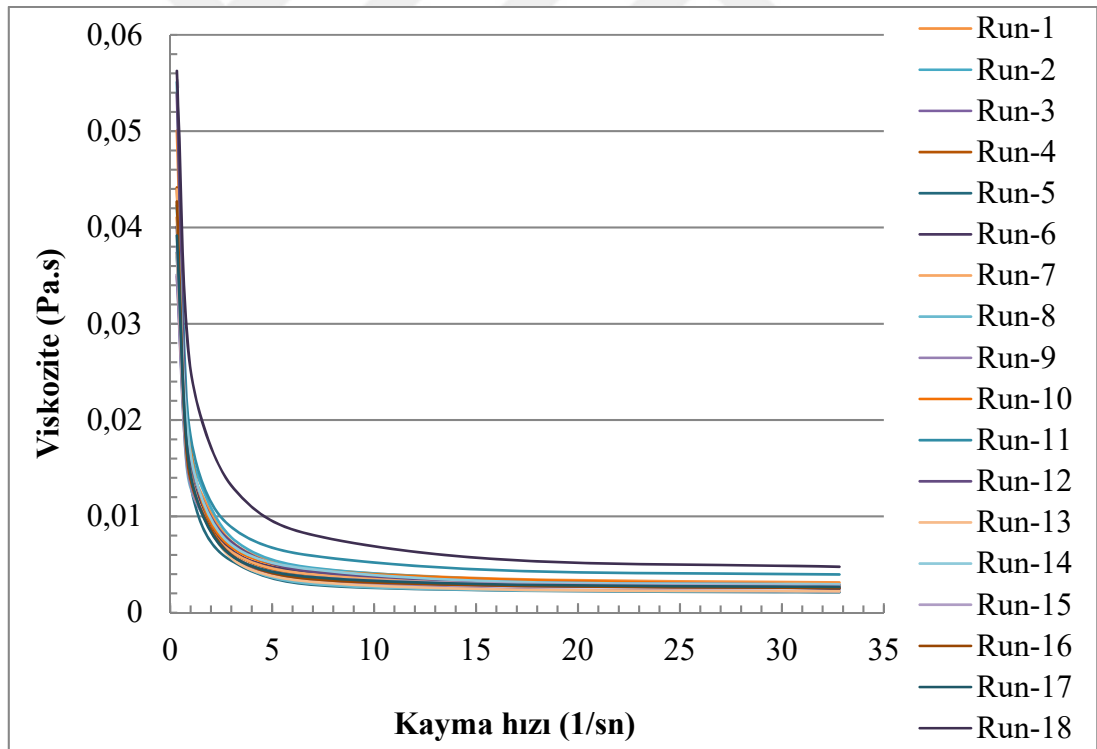
homojenizasyon, ultrasonik homojenizasyon ya da mikrofluidizasyon gibi kuvvetli homojenizasyon işlemlerinin kullanıldığı emülsiyonlarda çok daha küçük boyutlara sahip yağ globülleri elde edilmekte ve bu da kinetik olarak daha dayanıklı emülsiyonların oluşmasına yardımcı olmaktadır [168]. Diğer yandan, Kuhn ve Cunha [517], yüksek basınç homojenizasyonla oluşturdukları keten tohumu yağı-PAS proteini emülsiyonlarının en az 9 gün stabil kaldığını fakat homojenizasyon basıncının artmasıyla yağ damlacıklarının yüzey alanında ve emülsiyon sıcaklığında meydana gelen artışın, birincil oksidasyon ürünlerinin oluşmasına sebep olduğunu bildirmiştir.

#### 4.1.2. Emülsiyon Viskozitesi

Emülsiyon viskozitesi özellikle püskürtmeli kurutma yöntemiyle enkapsülasyonun yapıldığı çalışmalarda, atomizasyon aşamasında sorun yaşanmaması açısından büyük önem taşımaktadır [166]. Diğer yandan, emülsiyon viskozitesinin optimum bir noktaya kadar artması, yağ damlacıklarının emülsiyon içerisindeki hareketini azaltacağı, böylece emülsiyon stabilitesini ve enkapsülasyon verimini olumlu yönde etkileyeceği için gereklidir [13]. Gıda emülsiyonlarının reolojik özellikleri emülsiyon içerisindeki dispers faz (bu çalışmada dispers faz yağ) miktarına, sürekli fazı oluşturan bileşenlerin reolojik özelliklerine, damlacık boyutuna, yağ damlacıkları arasındaki kolloidal etkileşimlere (itme ve çekme kuvvetlerine bağlı oluşumlar; yağ damlacıklarının biraraya gelerek viskoziteyi artırmaları gibi) ve damlacıkların sahip olduğu elektriksel yüke bağlıdır [168]. Polavarapu ve ark. [518] yağları meydana getiren serbest yağ asitleri, fosfolipitler, di- ve monogliseritler ve peptitler gibi minör bileşenlerin, yağ damlacıklarının ara yüzey özelliklerini ve böylece, emülsifiye olmuş yağ damlacıkları arasındaki etkileşimi değiştirerek viskozite üzerine etki gösterdiklerini ileri sürmüşlerdir. Bu çalışmada oluşturulan emülsiyonların, kayma hızına bağlı değişimleri Şekil 4.2’de gösterilmiştir.

Birçok gıda emülsiyonunun viskozitesi, kayma hızı miktarına veya kayma hızının uygulanma süresine bağlı olarak değişiklik gösterdiği için genel olarak gıda emülsiyonları Newton tipi olmayan akış özelliği sergilemektedir [168]. Şekil 4.2’de de görüldüğü üzere, oluşturulan emülsiyonlar Newton tipi olmayan (non-Newtonian), pseudoplastik (kayma ile incelen) akışkan özelliğine sahiptir ( $0 < \text{akış profil katsayısı} < 1$ ). Yani, uygulanan dönme hızının artmasına bağlı olarak emülsiyonların viskozitesinde azalma olduğu tespit edilmiştir. Emülsiyonların viskoziteleri arasında

belirgin bir fark gözlenmemiştir. Hazırlanan emülsiyonlarda farklı miktarlarda bulunan PAS proteini ve gam arabik, sahip oldukları yüksek molekül ağırlığından dolayı yapılarına daha fazla miktarda su bağlamaktadırlar. Bu sayede emülsiyon viskozitesini artırıcı etki göstermektedirler [95,256]. Diğer yandan, formülasyonda kullanılan yüksek dekstroz eşdeğerlikli maltodekstrin (DE=20), kısa zincirli yapılara sahip olduğu için daha az miktarda su bağlayarak ve dispers fazı oluşturan yağ ile daha iyi etkileşime girmek vasıtasıyla yağ damlacıklarının boyutunu küçülterek viskozitenin azalmasına sebep olmaktadır [156,157,519]. Örneğin; Campelo ve ark. [157], sadece PAS proteini ile oluşturulan su-içerisinde-yağ emülsiyonunun viskozitesinin, PAS proteini+maltodekstrin ile oluşturulan emülsiyonlardan daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Aynı çalışmada, maltodekstrinin dekstroz eşdeğeri düştükçe emülsiyon viskozitesinin arttığı da belirlenmiştir [157]. Ancak, çalışmamızda üç farklı duvar materyali bileşeninden meydana gelen emülsiyonlarda, viskozitenin tek bir faktör tarafından etkilenmesi mümkün değildir.



**Şekil 4.2** Emülsiyon viskozitelerinin, kayma hızına bağlı değişimleri

Kayma ile incelen akışkanlarda akış profil katsayısı ( $n$ ), 0 ile 1 arasında olmalıdır [520]. Tablo 4.2’de verilen  $n$  değerleri incelendiğinde, çalışma kapsamında hazırlanan emülsiyonların kayma ile incelen özellikte akışkanlar olduğu

doğrulanmaktadır.

**Tablo 4.2** Emülsiyonların akış profil katsayıları ve regresyon katsayıları

| Deneme      | Akış Profil Katsayısı ( $n$ ) | $R^2$ |
|-------------|-------------------------------|-------|
| Deneme – 1  | 0.41                          | 0.88  |
| Deneme – 2  | 0.40                          | 0.94  |
| Deneme – 3  | 0.42                          | 0.89  |
| Deneme – 4  | 0.41                          | 0.88  |
| Deneme – 5  | 0.36                          | 0.86  |
| Deneme – 6  | 0.41                          | 0.92  |
| Deneme – 7  | 0.41                          | 0.87  |
| Deneme – 8  | 0.37                          | 0.89  |
| Deneme – 9  | 0.39                          | 0.91  |
| Deneme – 10 | 0.41                          | 0.91  |
| Deneme – 11 | 0.44                          | 0.90  |
| Deneme – 12 | 0.37                          | 0.89  |
| Deneme – 13 | 0.37                          | 0.92  |
| Deneme – 14 | 0.41                          | 0.91  |
| Deneme – 15 | 0.42                          | 0.89  |
| Deneme – 16 | 0.39                          | 0.90  |
| Deneme – 17 | 0.41                          | 0.88  |
| Deneme – 18 | 0.45                          | 0.98  |

Tonon ve ark. [161], keten tohumu yağının; Frascareli ve ark. [261], kahve yağının enkapsülasyonu için gam arabik ile oluşturdukları emülsiyonların viskozitelerinin, kayma geriliminden bağımsız olduğunu ve bu yüzden Newton tipi akış özelliği gösterdiğini bildirmişlerdir. Benzer şekilde Carneiro ve ark. [95] tarafından gerçekleştirilen araştırmada, keten tohumu yağının enkapsülasyonu için maltodekstrin; gam arabik, PAS proteini ya da iki farklı modifiye nişasta ile biraraya getirilerek duvar materyali olarak kullanılmıştır. Bir çeşit modifiye nişasta haricinde (Hi-Cap), maltodekstrinin diğer bileşenlerle oluşturduğu tüm su içerisinde–keten tohumu yağı emülsiyonlarının Newton tipi akışkan özelliği gösterdiği belirlenmiştir. Ayrıca, bir kalınlaştırıcı ajan olan gam arabik’in maltodekstrin ile birlikte kullanıldığı emülsiyonların, en yüksek viskoziteye sahip oldukları da tespit edilmiştir [95]. Yeşil kahve yağı ile yapılan benzer başka bir çalışmada ise maltodekstrin+modifiye nişasta (3 farklı modifiye nişasta) ve maltodekstrin+gam arabik kombinasyonları duvar materyali olarak kullanılmıştır. Bir çeşit modifiye nişasta (Capsul) dışında, oluşturulan tüm emülsiyonların Newton tipi akış özelliğine sahip olduğu belirlenmiştir [118]. Oluşturulan emülsiyonların Newton tipi akışkan olduğunu bildiren birçok yağ enkapsülasyon çalışmasının aksine, Rodea-González ve ark. [215], chia (*Salvia*

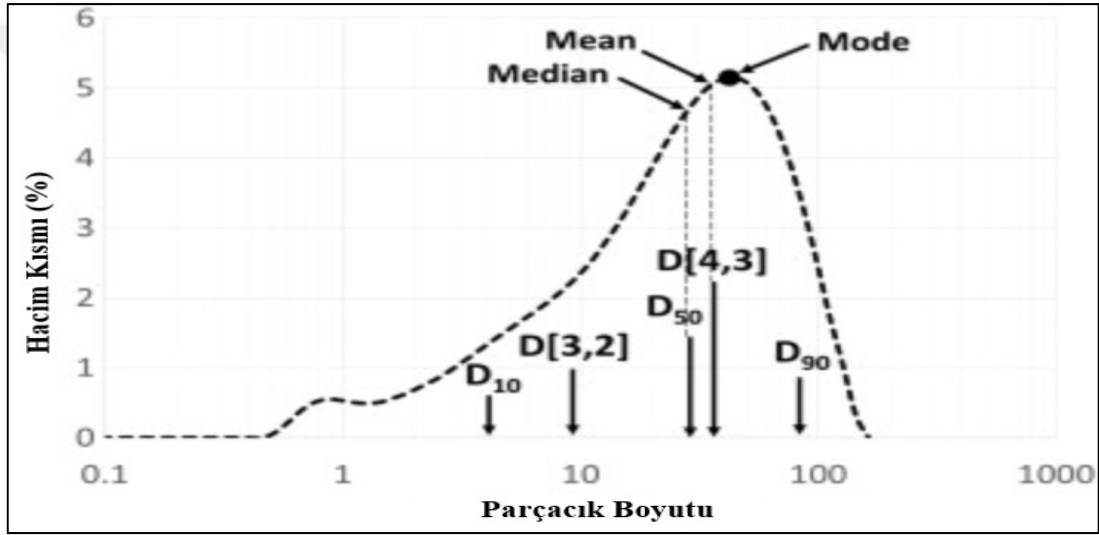
*hispanica* L.) esansiyel yağının enkapsülasyonu amacıyla hazırladıkları PAS proteini+gam arabik ve PAS proteini+mesquite gam içerisinde yağ emülsiyonlarının düşük ve yüksek kayma hızlarında Newton tipi, orta kuvvetli kayma hızlarında ise pseudoplastik (kayma ile incelen) özellik gösterdiğini belirtmişlerdir. Araştırmacılara göre, floküle olmuş (yağ damlacıklarının kümeleştiği) emülsiyonlarda, bekleme (rest) ya da denge halinde iken tersinir (reversible) bir yapı oluşmaktadır. Böyle bir sisteme bir kayma kuvveti uygulandığında bu yapının parçalanması sonucu viskozite, uygulanan kayma kuvvetine göre değişmekte ve emülsiyon da kayma kuvvetine bağlı değişen bir özellik göstermektedir [215]. Zeytinyağının enkapsülasyonu üzerine yapılan bir çalışmada, maltodekstrin, maltodekstrin+gam arabik, maltodekstrin+inülin ve gam arabik+inülinde oluşan farklı duvar materyalleri oluşturulmuştur. Emülsiyonların pseudoplastik özellik gösterdiği ve emülsiyonda gam arabik miktarının artması ile viskozitede de artışın meydana geldiği görülmüştür [107]. Ixtania ve ark. [264] da sodyum kazeinat+laktoz içerisinde chia yağı emülsiyonlarının pseudoplastik özellik gösterdiğini bildirmişlerdir. Benzer durum, PAS proteini+gam arabik karışımı içerisinde zeytinyağı emülsiyonu için de tespit edilmiştir [521]. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde su-içerisinde-yağ emülsiyonlarının, emülsiyonu oluşturan bileşenlerin özelliklerine bağlı olarak farklı akış özelliklerine sahip olabildikleri anlaşılmaktadır.

#### 4.1.3. Damlacık Büyüklüğü

Emülsiyon stabilitesinin ve buna bağlı olarak enkapsülasyon veriminin yüksek olması, emülsiyondaki damlacıkların büyüklüğünün kontrol altına alınması ile mümkün olmaktadır. Emülsiyonun damlacık büyüklüğü ve emülsiyon stabilitesi; biyopolimerlerin özelliklerine (çeşit, konsantrasyon, moleküler ağırlık, yapısındaki reaktif grup varlığı gibi), çözünenin özelliklerine (pH, tuzlar ve sıcaklık), aktif bileşenin duvar materyaline oranına ve homojenizasyon şartlarına (kayma hızı, kayma hızının uygulanma süresi, kullanılan homojenizatörün çeşidi) bağlı olarak değiştirilebilir [522]. Yağ damlacıklarının küçük olması; mikrokapsülün duvar matriksi içine bu yağ damlacıklarının daha etkin bir şekilde hapsedilmesine ve böylece, elde edilen emülsiyonun daha stabil olmasına yardımcı olmaktadır [99].

Emülsiyonlardaki damlacıkların büyüklüğü farklı terimlerle ifade edilebilmektedir. Yüzey ağırlıklı ortalama çap olarak bilinen Sauter çapı ( $d_{3,2}$ ), daha

fazla yüzey alanına sahip olan küçük damlacıkların varlığına karşı daha hassastır [523]. Hacim ağırlıklı ortalama çap olan De Brouckere çapı ( $d_{4,3}$ ) daha büyük damlacıkların ölçümü için daha uygun bir parametredir ve biraraya toplanmış damlacıkların varlığını gösteren iyi bir indikatördür [524].  $D_{v10}$ ,  $D_{v50}$  ve  $D_{v90}$  değerleri ise sırasıyla, ortamdaki damlacıklarının %10'unun; %50'sinin ve %90'ının bu değerlerden daha küçük çaplara sahip olduğunu işaret etmektedir [525]. Bu terimler, Şekil 4.3'de bir parçacık boyut dağılım grafiği üzerinde anlatılmıştır. Span değeri ise emülsiyondaki damlacık boyutu dağılımının genişliği hakkında fikir vermektedir. Bu değer küçülmesi, parçacık boyut dağılımının daha dar bir alana yayıldığını yani parçacık büyüklüklerinin homojen bir şekilde dağıldığını göstermektedir [526,527].



**Şekil 4.3** Parçacık boyut analizinde kullanılan terimler [525]

Bu çalışmada elde edilen emülsiyonların damlacık büyüklüğünün ( $d_{3,2}$ ) 1.11–1.84  $\mu\text{m}$  arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Emülsiyonlardaki damlacıkların %10'unun büyüklüğünün 0.41–0.58  $\mu\text{m}$ 'den; %50'sinin büyüklüğünün 1.93–3.78  $\mu\text{m}$ 'den ve %90'ının büyüklüğünün 8.11–12.90  $\mu\text{m}$ 'den küçük olduğu görülmüştür. Tablo 4.3 ve Tablo 4.4'de görüldüğü üzere, formülasyon bileşimlerinin, damlacıkların  $d_{3,2}$ ,  $d_{4,3}$ ,  $D_{v(10)}$ ,  $D_{v(50)}$ ,  $D_{v(90)}$  ve span değerleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

**Tablo 4.3** Emülsiyonların d<sub>3,2</sub>, d<sub>4,3</sub> ve D<sub>V(10)</sub> değerleri

| Deneme      | d <sub>3,2</sub> (μm)       | d <sub>4,3</sub> (μm)        | D <sub>V(10)</sub> (μm)     |
|-------------|-----------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| Deneme – 1  | 1.84 ± 0.28 <sup>a</sup>    | 6.67 ± 0.61 <sup>abc</sup>   | 0.51 ± 0.08 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 2  | 1.55 ± 0.28 <sup>bc</sup>   | 4.55 ± 0.78 <sup>cde</sup>   | 0.58 ± 0.06 <sup>a</sup>    |
| Deneme – 3  | 1.57 ± 0.60 <sup>abc</sup>  | 6.04 ± 1.23 <sup>abcd</sup>  | 0.56 ± 0.01 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 4  | 1.25 ± 0.07 <sup>cd</sup>   | 3.79 ± 0.42 <sup>de</sup>    | 0.50 ± 0.02 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 5  | 1.52 ± 0.01 <sup>abcd</sup> | 6.00 ± 0.14 <sup>abcd</sup>  | 0.41 ± 0.01 <sup>d</sup>    |
| Deneme – 6  | 1.57 ± 0.19 <sup>abc</sup>  | 5.20 ± 0.85 <sup>abcde</sup> | 0.57 ± 0.04 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 7  | 1.31 ± 0.06 <sup>bcd</sup>  | 6.26 ± 3.18 <sup>abcd</sup>  | 0.51 ± 0.03 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 8  | 1.25 ± 0.18 <sup>cd</sup>   | 5.00 ± 1.11 <sup>bcde</sup>  | 0.49 ± 0.05 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 9  | 1.23 ± 0.15 <sup>cd</sup>   | 5.36 ± 1.23 <sup>abcde</sup> | 0.48 ± 0.04 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 10 | 1.11 ± 0.28 <sup>d</sup>    | 3.31 ± 0.98 <sup>e</sup>     | 0.44 ± 0.10 <sup>cd</sup>   |
| Deneme – 11 | 1.31 ± 0.06 <sup>bcd</sup>  | 5.00 ± 0.80 <sup>bcde</sup>  | 0.53 ± 0.01 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 12 | 1.32 ± 0.01 <sup>bcd</sup>  | 7.70 ± 1.27 <sup>a</sup>     | 0.52 ± 0.01 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 13 | 1.48 ± 0.28 <sup>abcd</sup> | 7.00 ± 0.57 <sup>abc</sup>   | 0.54 ± 0.05 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 14 | 1.25 ± 0.08 <sup>cd</sup>   | 6.98 ± 0.95 <sup>abc</sup>   | 0.53 ± 0.06 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 15 | 1.30 ± 0.01 <sup>cd</sup>   | 5.69 ± 1.00 <sup>abcde</sup> | 0.51 ± 0.01 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 16 | 1.30 ± 0.12 <sup>cd</sup>   | 5.66 ± 1.72 <sup>abcde</sup> | 0.50 ± 0.01 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 17 | 1.82 ± 0.16 <sup>a</sup>    | 7.16 ± 1.48 <sup>ab</sup>    | 0.53 ± 0.01 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 18 | 1.73 ± 0.03 <sup>ab</sup>   | 5.76 ± 0.59 <sup>abcde</sup> | 0.55 ± 0.02 <sup>ab</sup>   |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

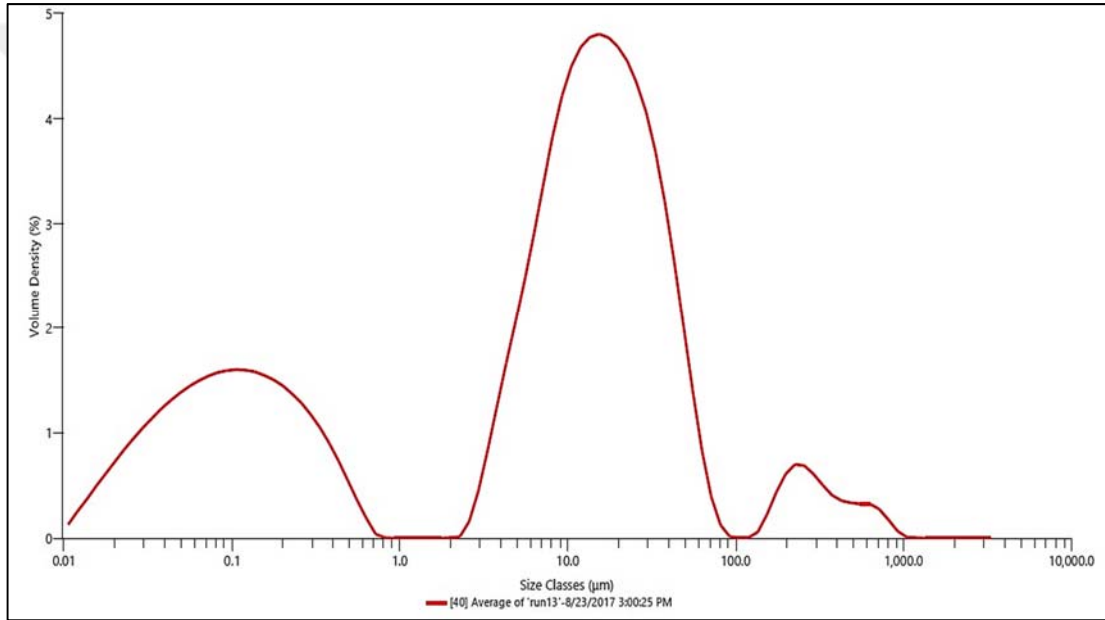
**Tablo 4.4** Emülsiyonların D<sub>V(50)</sub>, D<sub>V(90)</sub> ve span değerleri

| Deneme      | D <sub>V(50)</sub> (μm)    | D <sub>V(90)</sub> (μm)      | Span                        |
|-------------|----------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| Deneme – 1  | 3.78 ± 0.12 <sup>a</sup>   | 12.90 ± 1.70 <sup>a</sup>    | 3.27 ± 0.32 <sup>d</sup>    |
| Deneme – 2  | 2.76 ± 0.53 <sup>abc</sup> | 10.71 ± 1.55 <sup>abcd</sup> | 3.70 ± 0.17 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 3  | 2.29 ± 0.04 <sup>bc</sup>  | 11.20 ± 0.42 <sup>abcd</sup> | 4.66 ± 0.11 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 4  | 1.96 ± 0.19 <sup>c</sup>   | 8.68 ± 0.47 <sup>cd</sup>    | 4.20 ± 0.18 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 5  | 2.34 ± 0.16 <sup>bc</sup>  | 11.33 ± 0.81 <sup>abc</sup>  | 4.69 ± 0.66 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 6  | 3.00 ± 0.23 <sup>abc</sup> | 11.90 ± 1.27 <sup>ab</sup>   | 3.77 ± 0.13 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 7  | 2.32 ± 0.15 <sup>bc</sup>  | 11.13 ± 2.09 <sup>abcd</sup> | 4.63 ± 1.21 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 8  | 2.25 ± 0.61 <sup>c</sup>   | 11.25 ± 2.91 <sup>abc</sup>  | 4.79 ± 0.02 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 9  | 2.14 ± 0.4 <sup>c</sup>    | 10.54 ± 0.93 <sup>abcd</sup> | 4.76 ± 0.59 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 10 | 1.93 ± 0.55 <sup>c</sup>   | 8.11 ± 2.12 <sup>d</sup>     | 3.99 ± 0.09 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 11 | 2.67 ± 0.87 <sup>bc</sup>  | 9.22 ± 1.24 <sup>bcd</sup>   | 3.37 ± 0.63 <sup>cd</sup>   |
| Deneme – 12 | 2.45 ± 0.26 <sup>bc</sup>  | 12.85 ± 0.64 <sup>a</sup>    | 5.06 ± 0.28 <sup>a</sup>    |
| Deneme – 13 | 2.60 ± 0.28 <sup>bc</sup>  | 12.05 ± 0.35 <sup>ab</sup>   | 4.46 ± 0.36 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 14 | 2.55 ± 0.40 <sup>bc</sup>  | 12.80 ± 0.57 <sup>a</sup>    | 4.96 ± 0.57 <sup>a</sup>    |
| Deneme – 15 | 2.32 ± 0.02 <sup>bc</sup>  | 11.50 ± 2.12 <sup>abc</sup>  | 4.76 ± 0.96 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 16 | 2.58 ± 0.79 <sup>bc</sup>  | 10.94 ± 1.92 <sup>abcd</sup> | 4.14 ± 0.57 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 17 | 3.35 ± 0.83 <sup>ab</sup>  | 11.80 ± 1.27 <sup>abc</sup>  | 3.43 ± 0.46 <sup>cd</sup>   |
| Deneme – 18 | 2.99 ± 1.05 <sup>abc</sup> | 11.63 ± 1.17 <sup>abc</sup>  | 3.89 ± 1.01 <sup>abcd</sup> |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Bu çalışmada hazırlanan emülsiyonlardaki damlacık büyüklüklerinin bimodal dağılım (iki modlu, çift tepeli dağılım) gösterdiği belirlenmiştir (Şekil 4.4). Yüksek hızlı karıştırıcılar ile homojenize edilen emülsiyonlarda daha homojen bir boyut dağılımının (monomodal/unimodal dağılım) yakalanması oldukça güçtür. Carvalho ve ark. [528] da yeşil kahve yağının mikroenkapsülasyonu amacıyla yürüttükleri araştırmada, Ultra-Turrax ile homojenize ettikleri emülsiyonların damlacık büyüklüklerinin bimodal dağılım gösterdiğini bildirmişlerdir. Daha etkili bir homojenizasyon yöntemi olan yüksek basınç homojenizatörün uygulandığı başka bir enkapsülasyon çalışmasında ise emülsiyonların damlacık büyüklüklerinin 0.41–0.43  $\mu\text{m}$  arasında olduğu ve monomodal bir dağılım gösterdikleri tespit edilmiştir [518].



**Şekil 4.4** Bir emülsiyonun (Deneme-13, 2.tekerrür) damlacık boyut analiz grafiği

Damlacık boyutunu etkileyen en önemli faktörlerden biri kullanılan homojenizasyon tekniğinin çeşididir. Çoğunlukla emülsiyonlar Ultra-Turrax gibi yüksek hızlı karıştırıcılar ile hazırlansa da son yıllarda ultrasonikasyon, yüksek basınç homojenizasyon ve mikrofluidizasyon yöntemlerinin homojenizasyon amaçlı kullanımı da artmaya başlamıştır. Vanzo ve ark. [119], Ultra-Turrax ile değişen oranlarda maltodekstrin+PAS proteini+kahve yağı ile oluşturdukları emülsiyonların damlacık büyüklüklerinin ( $d_{3,2}$ ) 3.85–4.05 arasında olduğunu ve duvar materyali bileşiminin bu parametre üzerine istatistiksel olarak bir etkisinin olmadığını belirtmişlerdir. Tonon ve ark. [161], Ultra-Turrax ile oluşturdukları gam arabik–keten

tohumu yağı emülsiyonlarında damlacık büyüklüğünün ( $d_{3,2}$ ) 2.27–4.77  $\mu\text{m}$  arasında olduğunu ve emülsiyonun kuru madde miktarının artması ile damlacık büyüklüğünün azaldığını tespit etmişlerdir. Bu etkiyi ise gam arabik miktarının artmasıyla emülsiyonun viskozitesinin artmasına ve böylece hareketleri azalan damlacıkların biraraya gelememeleri ile açıklamışlardır. Benzer bir açıklama, Ultra-Turrax ile homojenize ettikleri gam arabik–kahve yağı emülsiyonlarında damlacık büyüklüğünün ( $d_{3,2}$ ) 2.90–5.18  $\mu\text{m}$  arasında değiştiğini tespit eden Frascareli ve ark. [261] ve Ultra-Turrax ile hazırladıkları maltodekstrin+gam arabik+*Moringa oleifera* yağı ve maltodekstrin+PAS proteini+*Moringa oleifera* yağı emülsiyonlarında damlacık büyüklüğünün ( $d_{3,2}$ ) 1.94–4.92  $\mu\text{m}$  arasında değiştiğini tespit eden Premi ve Sharma [529] tarafından da yapılmıştır [261,529]. Keten tohumu yağı ile yapılan başka bir çalışmada, Ultra-Turrax ile yapılan homojenizasyon sonunda emülsiyondaki yağ damlacıklarının büyüklüğünün ( $d_{3,2}$ ) 1.73–2.19  $\mu\text{m}$  arasında olduğu belirlenmiştir. Tonon ve ark.'nın [161] aksine, farklı duvar materyallerinin sebep olduğu viskozite farklılığının yanısıra her bir duvar materyalinin sahip olduğu emülsifiye edici özelliklerin de damlacıkların büyüklüğü üzerine etki ettiği bildirilmiştir [95]. Rodea-González ve ark. [215], emülsiyonda ara yüzey gerilimi üzerine etki etmek vasıtasıyla damlacıkların oluşması için ara yüzey özelliklerinin değiştirilmesi işleminin, duvar materyalini oluşturan biyopolimerler tarafından etkilendiğini; biyopolimerlerin konsantrasyonu sıfırdan artmaya başladıkça, ara yüzey geriliminin hızla azaldığını ve bu azalmanın, bir sınır değere kadar devam ettiğini fakat bir süre sonra, biyopolimer konsantrasyonunda meydana gelen artışın, ara yüzey gerilimi üzerine etkisinin çok az olduğunu ifade etmişlerdir. Turasan ve ark. [378], yüksek hızlı karıştırıcı ile yaptıkları homojenizasyon sonunda damlacık büyüklüklerinin ( $d_{3,2}$ ) 0.5–10  $\mu\text{m}$  arasında, ultrasonikasyonla gerçekleştirdikleri homojenizasyon sonunda ise 0.187–0.255  $\mu\text{m}$  arasında değiştiğini ve ultrason uygulamasının, damlacık boyutunun azaltılması üzerine olumlu etkisi olduğunu tespit etmişlerdir. Zungur ve ark. [530], Ultra-Turrax ile homojenize ettikleri emülsiyonlarda span değerlerinin 0.946–3.684; ultrasonikatör ile yaptıkları homojenizasyon sonucunda span değerlerinin 0.399–5.574 arasında olduğunu belirlemişlerdir. Jafari ve ark. [99] ise mikrofluidizasyon yöntemiyle yapılan homojenizasyon işleminin, ultrasonikasyon ile yapılan homojenizasyon işleminden daha etkili bir şekilde damlacık boyutunu küçülttüğünü bildirmişlerdir. Etkili bir homojenizasyon işlemi olan yüksek basınç homojenizatör ile yapılan bir çalışmada, sodyum kazeinat+laktoz+chia yağı emülsiyonlarında damlacık büyüklüklerinin

$d_{3,2}=0.21-0.29 \mu\text{m}$ ,  $d_{4,3}=0.23-0.38 \mu\text{m}$  arasında deęiřtięi ve uygulama basıncının artmasıyla damlacık boyutunun azaldıęı g r lm řt r [264]. Benzer řekilde, Laohasongkram ve ark. [114], y ksek basın la yapılan homojenizasyonda uygulama basıncının ve duvar materyalinin aktif bileřene oranının artmasıyla em lsiyondaki damlacık b y kl ę n n azaldıęını belirtmiřlerdir. Maltodekstrinin farklı modifiye niřastalar ya da gam arabikle birlikte kullanıldıęı yeřil kahve yaęı em lsiyonlarında, Ultra-Turrax ile yapılan homojenizasyonda damlacık b y kl klerinin ( $d_{3,2}$ ) 2.02–2.33  $\mu\text{m}$ ; Ultra-Turrax'ı takiben ger ekleřtirilen y ksek basın  homojenizasyonundan sonra ise damlacık b y kl klerinin 1.05–1.51  $\mu\text{m}$  arasında olduęu belirlenmiřtir [118]. Y ksek basın  homojenizasyonun em lsiyon  zellikleri  zerine etkisinin arařtırıldıęı bir  alıřmada, 20 mPa basın  altında 7 kez homojenize edilen PAS proteini–keten tohumu yaęı em lsiyonlarında damlacık b y kl ę n n ( $d_{4,3}$ ) 2.17  $\mu\text{m}$ 'den 0.93  $\mu\text{m}$ 'ye, span deęerinin 1.62'den 0.89'a d řt ę ; fakat, homojenizasyon iřleminin 80 mPa basın  altında yapılması durumunda span deęerinin 1.33'ten 5.91'e y kseldięi ve par acık daęılımının bimodal hale geldięi g r lm řt r [517]. Bunun sebebi, damlacık b y kl ę n n k   lmesiyle ara y zey alanının artmasıdır. Damlacık b y kl ę  belirli bir deęerin altına indięinde, damlacıkların y zeyini tamamen sarmak i in yeterli duvar materyali olmadıęından damlacıklar, etraflarındaki dięer damlacıklar ile tekrar biraraya gelme eęilimi g stermektedirler [531]. B ylece, yer yer oluřan damlacık k meleri y z nden b y kl k daęılımı homojenlięini yitirmektedir.  zellikle protein bileřenleri i eren em lsiyonların, ařırı y ksek basın  altında homojenizasyona maruz kalması, em lsiyon sıcaklıęının artmasına ve bundan dolayı proteinlerin denat re olmasına sebep olabilmektedir. Denature olan proteinlerin, em lsifiye edici  zellikleri azalmakta ve b ylece em lsiyon stabilitesi d řerek damlacıkların b y kl kleri artmaktadır [517]. Bu y zden, protein bileřenleri i eren em lsiyonların homojenizasyonuna dikkat edilmelidir.

 alıřmamızda elde edilen damlacık b y kl ę  sonu ları, literat rde y ksek hızlı karıřtırıcı ile yapılan benzer  alıřmaların sonu ları ile uyum i erisindedir. Farklı denemelerin damlacıklarının b y kl kleri arasındaki fark,  alıřmamızda elde edilen ve aralarında belirgin bir fark tespit edilemeyen viskozite sonu ları ile iliřkilendirilememiřtir. Em lsiyonu oluřturan yaę damlacıklarının etrafının  ok katmanlı bir duvar materyali ile  evrelendięi bu  alıřmada, damlacık b y kl ę n n, em lsiyondaki protein–karbonhidrat bileřenleri arasında meydana gelen farklı

etkileşimler (sterik veya elektrostatik kuvvetler) tarafından etkilendiği ve bu yüzden viskozite gibi tek bir parametre ile açıklanamadığı düşünülmektedir. Damlacık büyüklüğünün, formülasyondaki farklı bileşenlerin oluşturduğu sinerjistik etkiler tarafından etkilenebildiği daha önce Omar ve ark. [104] tarafından da ileri sürülmüştür.

## **4.2. Mikro kapsül Karakterizasyonu**

### **4.2.1. Rekonstitue Parçacık Büyüklüğü**

Çalışmada elde edilen ürünler, dondurularak kurutulduktan sonra öğütülerek boyut küçültme işlemi gerçekleştirilmiştir. Rekonstitue mikrokapsüllerin büyüklükleri ( $d_{4,3}$ ) 25.65–70.50  $\mu\text{m}$  arasında değişim göstermektedir. Kwak [83], parçacık büyüklüğü 8–300  $\mu\text{m}$  arasında değişen kapsüllerin “mikrokapsül”; bu mikrokapsüllerin elde edilmesine olanak sağlayan işlemin ise “mikroenkapsülasyon” olarak adlandırıldığını belirtmiştir. Bu tanım göz önüne alındığında, bu çalışmada elde edilen kabak çekirdeği yağı içeren kapsüller, “mikrokapsül” olarak tanımlanmaktadır. Span değerlerinin 6.07–18.63 arasında olması, parçacık büyüklüklerinin homojen olmadığını ortaya koymaktadır. Span değerinin küçük olması, mikroparçacık büyüklüklerinin birbirine yakın (homojen) olması ve bunun da, ürünün akabilirlik özelliklerini olumlu etkilemesi açısından önemlidir [529]. Bıçaklı öğütücüde yapılan boyut küçültme işlemi, çok farklı büyüklüklere sahip mikrokapsüllerin ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Tablo 4.5 ve Tablo 4.6’da görüldüğü üzere, farklı denemelerde elde edilen mikrokapsüllerin  $d_{4,3}$ ,  $d_{3,2}$ ,  $D_{v(10)}$ ,  $D_{v(50)}$  ve  $D_{v(90)}$  değerleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ). Tablo Ek A.1 tablosunda verilen Pearson korelasyon katsayıları ve  $p$  değerleri incelendiğinde, parçacık büyüklüğünün tanımlanmasında kullanılan parametreler ( $d_{3,2}$ ;  $d_{4,3}$ ;  $D_{v90}$ ,  $D_{v10}$ ,  $D_{v50}$ , span) ile duvar materyali olarak kullanılan hammaddeler arasında anlamlı ilişkiler tespit edilememiştir. Ancak, bu çalışmada emülsiyonlar dondurarak kurutulduktan sonra pellet yapıdaki son ürünlerin öğütüldüğü ve esasen, öğütmenin Tablo 4.5 ve Tablo 4.6’da verilen parçacık büyüklüğü parametreleri üzerine etkili olduğu unutulmamalıdır.

**Tablo 4.5** Rekonstitüe mikrokapsüllerin  $d_{3,2}$ ,  $d_{4,3}$  ve  $D_{V(10)}$  değerleri

| Deneme      | $d_{4,3}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $d_{3,2}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $D_{V(10)}$ ( $\mu\text{m}$ ) |
|-------------|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------------|
| Deneme – 1  | $28.00 \pm 1.20^e$          | $0.27 \pm 0.04^b$           | $0.09 \pm 0.02^b$             |
| Deneme – 2  | $36.60 \pm 5.40^{cde}$      | $0.30 \pm 0.02^b$           | $3.53 \pm 3.44^a$             |
| Deneme – 3  | $38.40 \pm 6.90^{cde}$      | $0.31 \pm 0.10^b$           | $0.44 \pm 0.04^b$             |
| Deneme – 4  | $32.90 \pm 4.70^{de}$       | $0.60 \pm 0.27^a$           | $1.32 \pm 1.20^{ab}$          |
| Deneme – 5  | $51.00 \pm 9.30^{bc}$       | $0.28 \pm 0.03^b$           | $0.10 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 6  | $28.75 \pm 0.85^e$          | $0.29 \pm 0.02^b$           | $0.10 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 7  | $32.75 \pm 0.05^{de}$       | $0.29 \pm 0.03^b$           | $0.10 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 8  | $70.50 \pm 5.00^a$          | $0.24 \pm 0.04^b$           | $0.08 \pm 0.02^b$             |
| Deneme – 9  | $68.30 \pm 2.60^a$          | $0.23 \pm 0.03^b$           | $0.08 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 10 | $25.65 \pm 1.35^e$          | $0.27 \pm 0.02^b$           | $0.09 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 11 | $30.10 \pm 1.50^{de}$       | $0.28 \pm 0.01^b$           | $0.09 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 12 | $28.35 \pm 1.55^e$          | $0.34 \pm 0.05^b$           | $0.13 \pm 0.03^b$             |
| Deneme – 13 | $27.15 \pm 0.65^e$          | $0.28 \pm 0.05^b$           | $0.09 \pm 0.02^b$             |
| Deneme – 14 | $65.50 \pm 2.30^{ab}$       | $0.27 \pm 0.01^b$           | $0.09 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 15 | $33.30 \pm 4.40^{de}$       | $0.24 \pm 0.03^b$           | $0.08 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 16 | $67.25 \pm 6.05^a$          | $0.29 \pm 0.01^b$           | $0.10 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 17 | $44.50 \pm 12.70^{cd}$      | $0.24 \pm 0.01^b$           | $0.08 \pm 0.01^b$             |
| Deneme – 18 | $32.45 \pm 3.95^{de}$       | $0.37 \pm 0.01^b$           | $0.14 \pm 0.01^b$             |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

**Tablo 4.6** Rekonstitüe mikrokapsüllerin  $D_{V(50)}$ ,  $D_{V(90)}$  ve span değerleri

| Deneme      | $D_{V(50)}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $D_{V(90)}$ ( $\mu\text{m}$ ) | Span                |
|-------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------|
| Deneme – 1  | $6.90 \pm 0.78^{ab}$          | $87.85 \pm 0.85^{bcdef}$      | $12.87 \pm 1.33^a$  |
| Deneme – 2  | $17.05 \pm 6.25^a$            | $91.85 \pm 0.35^{bcde}$       | $6.06 \pm 2.40^a$   |
| Deneme – 3  | $10.05 \pm 6.25^{ab}$         | $86.70 \pm 9.50^{cdef}$       | $15.02 \pm 10.29^a$ |
| Deneme – 4  | $13.56 \pm 6.55^{ab}$         | $93.15 \pm 3.15^{bcde}$       | $8.75 \pm 4.08^a$   |
| Deneme – 5  | $9.45 \pm 4.16^{ab}$          | $96.80 \pm 5.20^{abcd}$       | $18.63 \pm 6.27^a$  |
| Deneme – 6  | $9.46 \pm 2.74^{ab}$          | $84.60 \pm 1.30^{def}$        | $9.71 \pm 2.68^a$   |
| Deneme – 7  | $8.49 \pm 3.52^{ab}$          | $88.95 \pm 7.75^{bcdef}$      | $12.19 \pm 4.13^a$  |
| Deneme – 8  | $10.17 \pm 1.44^{ab}$         | $101.85 \pm 2.15^{ab}$        | $10.19 \pm 1.23^a$  |
| Deneme – 9  | $7.49 \pm 2.32^{ab}$          | $85.05 \pm 4.95^{def}$        | $12.78 \pm 4.62^a$  |
| Deneme – 10 | $7.94 \pm 0.47^{ab}$          | $74.75 \pm 4.25^f$            | $10.13 \pm 1.18^a$  |
| Deneme – 11 | $9.47 \pm 2.63^{ab}$          | $95.15 \pm 0.25^{abcd}$       | $10.88 \pm 3.05^a$  |
| Deneme – 12 | $8.35 \pm 3.15^{ab}$          | $90.25 \pm 0.65^{bcde}$       | $12.55 \pm 4.66^a$  |
| Deneme – 13 | $9.07 \pm 3.84^{ab}$          | $79.05 \pm 6.55^{ef}$         | $10.98 \pm 5.37^a$  |
| Deneme – 14 | $6.42 \pm 0.35^b$             | $108 \pm 3.00^a$              | $16.83 \pm 0.45^a$  |
| Deneme – 15 | $5.35 \pm 0.78^b$             | $96.70 \pm 6.30^{abcd}$       | $18.63 \pm 3.90^a$  |
| Deneme – 16 | $10.93 \pm 3.77^{ab}$         | $98.50 \pm 3.50^{abcd}$       | $10.13 \pm 3.16^a$  |
| Deneme – 17 | $5.84 \pm 1.69^b$             | $100.50 \pm 7.50^{abc}$       | $19.18 \pm 6.82^a$  |
| Deneme – 18 | $9.22 \pm 1.99^{ab}$          | $94.95 \pm 3.85^{abcd}$       | $10.70 \pm 1.89^a$  |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Heinzelmann ve ark. [371], dondurarak kurutma yöntemiyle elde ettikleri balık yağı mikrokapsüllerinin büyüklüğünün 30–100  $\mu\text{m}$  arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Farklı polimerleşme derecesine sahip iki farklı inülinin duvar materyali ve annatto (*Bixa orellana* L.) çekirdeği yağının aktif bileşen olarak kullanıldığı başka bir enkapsülasyon çalışmasında ise dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin büyüklüğünün ( $d_{4,3}$ ) 101 ve 158  $\mu\text{m}$ , span değerlerinin 2.4 ve 2.3 olduğu belirlenmiştir. Araştırmacılar, parçacık büyüklüğünü göz önünde bulundurarak, çalışmada elde edilen parçacıkların mikro seviyede olduğunu ve bu yüzden “mikroparçacık” olarak adlandırılabilirliklerini ifade etmişlerdir [493]. Yine annatto çekirdeği yağı ile gerçekleştirilen başka bir çalışmada dondurarak kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin parçacık büyüklüklerinin ( $d_{4,3}$ ) 204 ve 387  $\mu\text{m}$ , span değerlerinin 2.3 ve 2.2 olduğu belirlenmiştir [220]. Dondurarak kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin daha büyük parçacık büyüklüğüne sahip olması, mikrokapsülün içine hapsedilen aktif bileşene difüze olacak oksijene karşı daha geniş bir bariyer sağlarken; öğütme esnasında oluşan ve mikrokapsülün içine kadar uzanan gözenekler ise oksijen difüzyonunu kolaylaştırmaktadır [282].

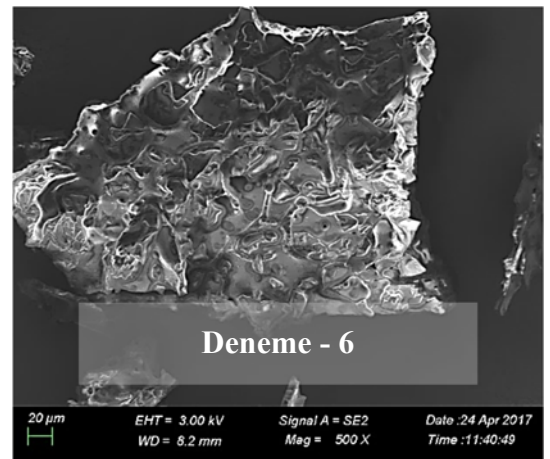
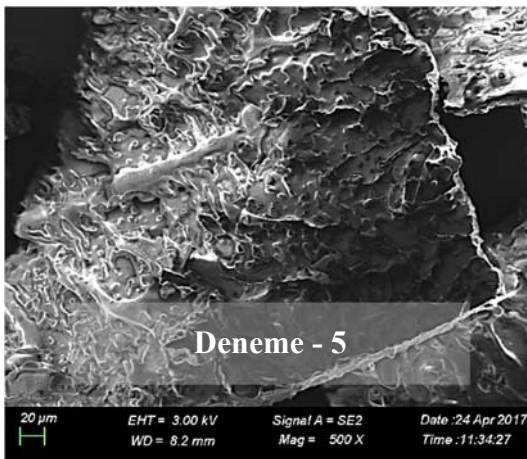
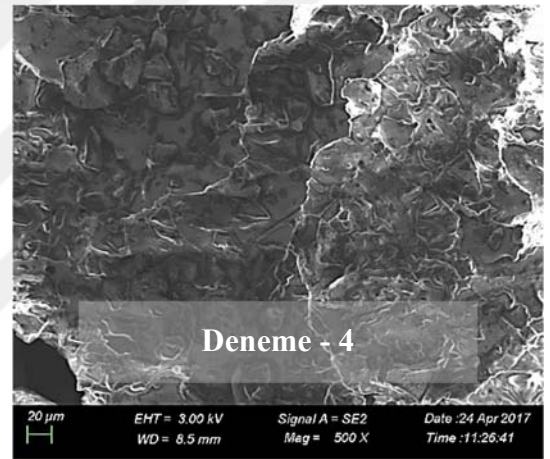
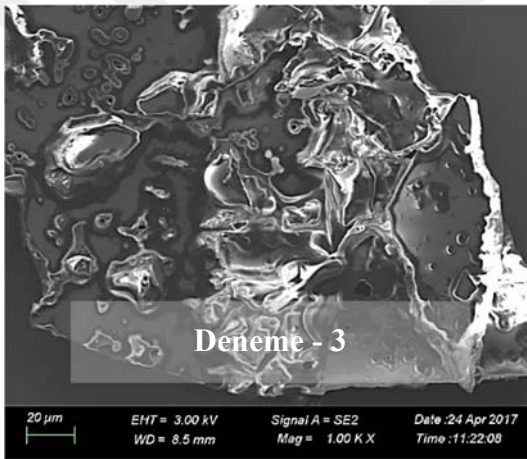
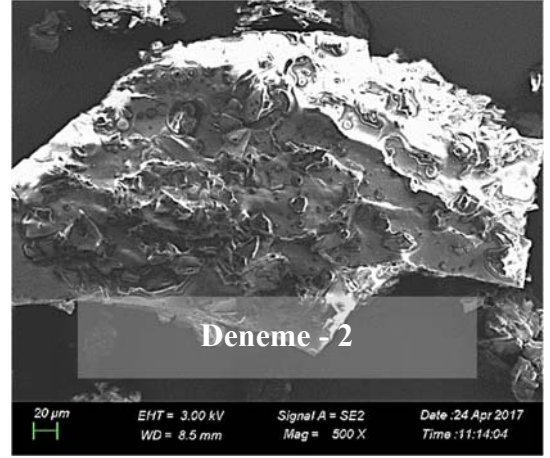
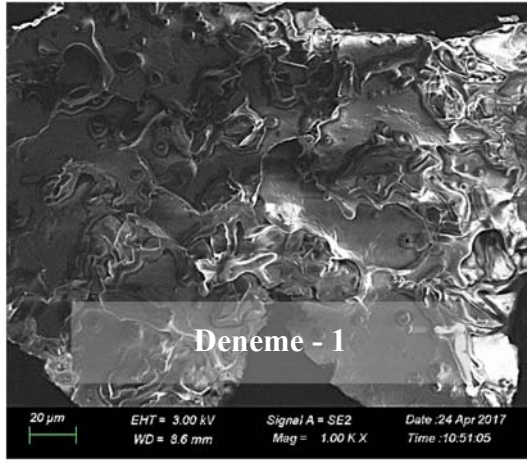
Püskürtmeli kurutma ile yapılan enkapsülasyon işlemlerinde daha küçük büyüklüklere ve daha homojen bir dağılıma sahip parçacıklar elde edilebilmektedir. Keten tohumu yağının püskürtmeli kurutucu ile enkapsülasyonu amacıyla yapılan bir çalışmada, mikrokapsüllerin parçacık büyüklüklerinin ( $d_{4,3}$ ) 17.43–28.20  $\mu\text{m}$  ve span değerinin 1.94–3.29 arasında olduğu tespit edilmiştir [532]. Koç ve ark. [533], duvar materyali olarak maltodekstrin, PAS proteini ve maltodekstrin+PAS proteinini kullandıkları zeytinyağı enkapsülasyonu çalışmasında (püskürtmeli kurutucu), mikrokapsüllerin parçacık büyüklüğünün ( $d_{4,3}$ ) 10.83–55.98  $\mu\text{m}$ ; span değerinin 1.927–10.87 arasında değiştiğini ve parçacık büyüklük dağılımının bimodal dağılım gösterdiğini bildirmişlerdir. Botrel ve ark. [256], 2’den küçük span değerlerinin, püskürtmeli kurutma ile yapılan proseslerde dar bir büyüklük dağılımı göstergesi (yani parçacık büyüklükleri homojen) olduğunu belirtmişlerdir. Püskürtmeli kurutucu ile yapılan enkapsülasyon işlemlerinde parçacık büyüklüğü daha kontrol edilebilir bir parametredir. Örneğin, sabit bir atomizasyon hızında emülsiyon viskozitesinin artmasıyla birlikte atomizasyon esnasında daha büyük damlacıkların oluştuğu ve böylece son ürünün parçacık büyüklüğünün arttığı bildirilmiştir [95]. Emülsiyonun

kuru madde oranının artması da viskoziteyi artırdığı için benzer şekilde parçacık büyüklüğünde artışın meydana geldiği belirlenmiştir [161].

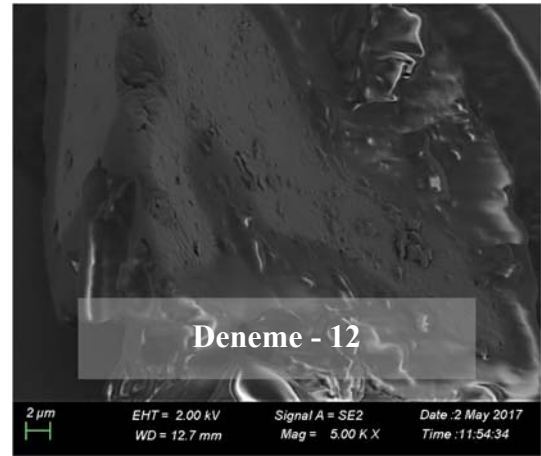
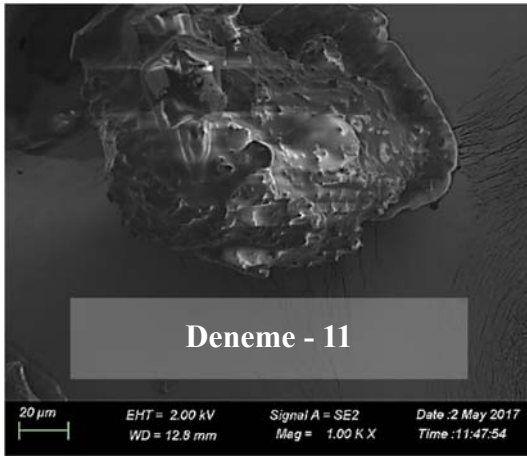
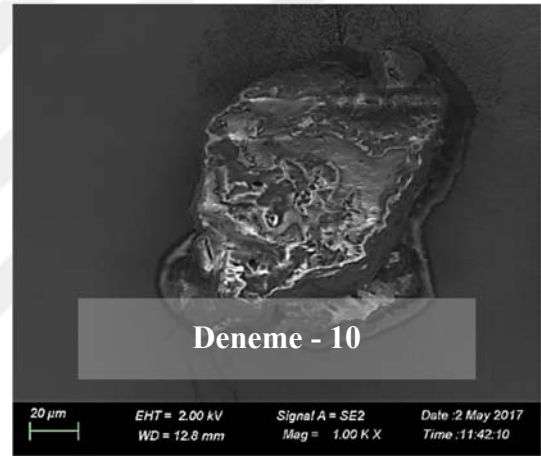
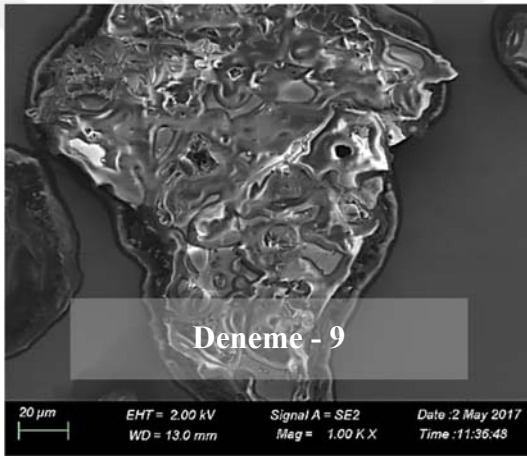
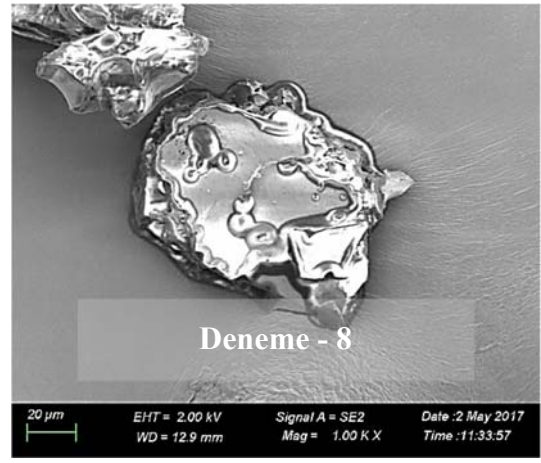
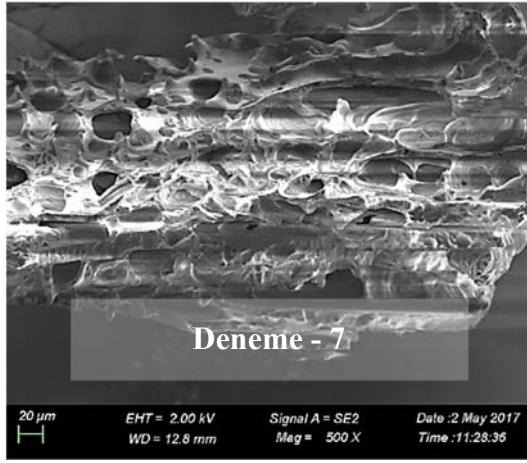
Daha önce dondurarak kurutma yöntemiyle gerçekleştirilen yağ enkapsülasyonu çalışmaları incelendiğinde, bu çalışmada elde edilen rekonstitüe parçacık büyüklüğü sonuçlarının uyumlu olduğu anlaşılmaktadır. Püskürtmeli kurutucu ile yapılan çalışmaların sonuçları ile kıyaslandığında ise, bu çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin büyüklüklerinin daha yüksek olduğu ve dağılımın homojen olmadığı görülmüştür.

#### **4.2.2. Parçacık Morfolojisi**

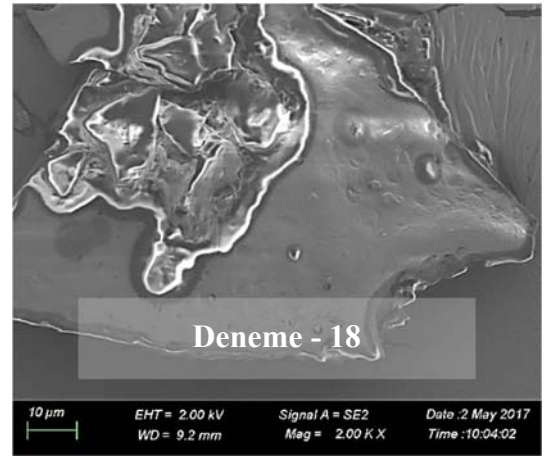
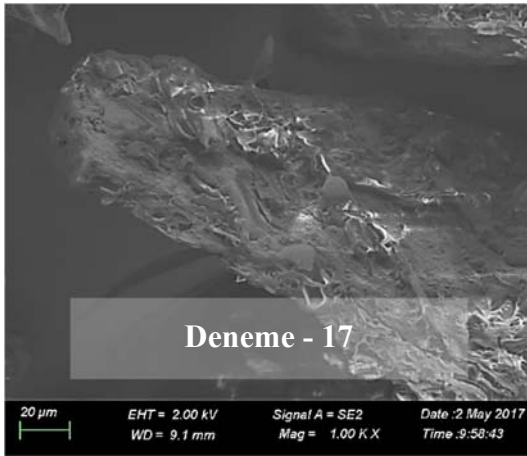
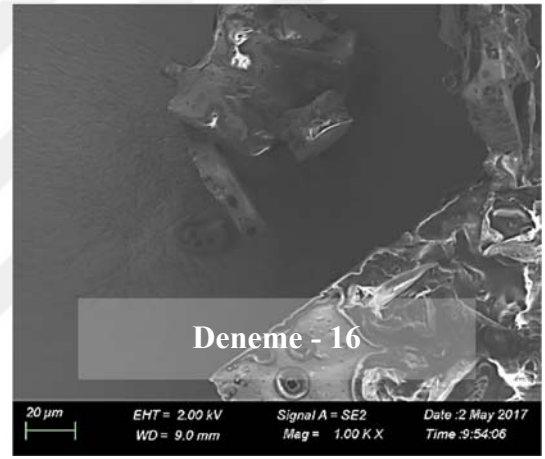
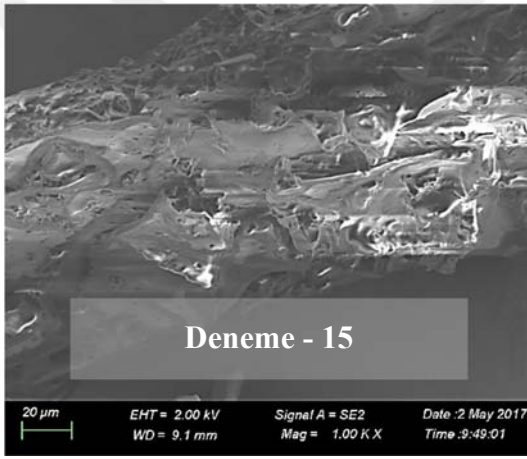
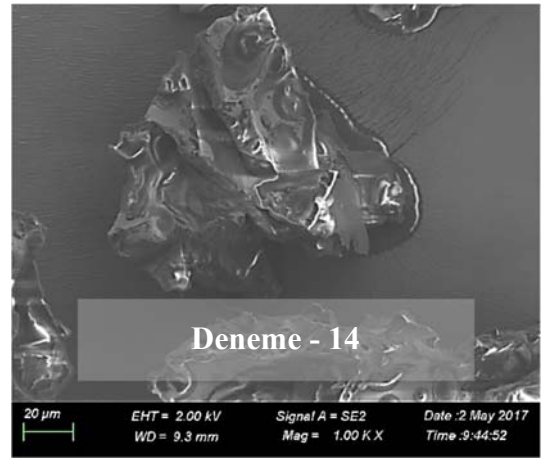
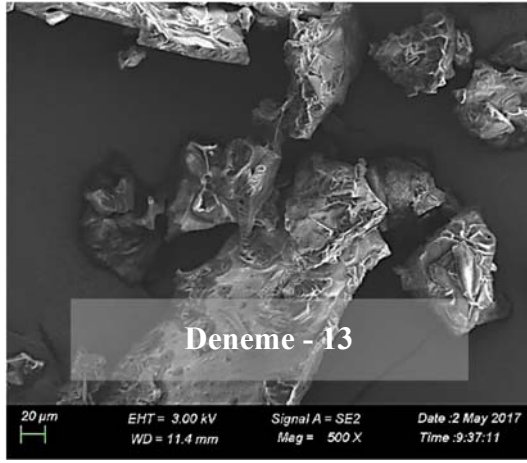
Parçacık büyüklüğü gibi mikrokapsülün morfolojik yapısı da akabilirlik, dağılılabilirlik, yoğunluk ve stabilite gibi kalite özelliklerini etkileyen önemli bir parametredir [534]. Liyofilizatörde kurutulduktan sonra öğütülen mikrokapsüllere ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 4.5–4.10’da verilmiştir. İnceleme sonucunda, kabak çekirdeği yağı içeren mikrokapsüllerin düzensiz bir şekle ve pürüzlü, gözenekli, delikli, yer yer kırık bir yüzey yapısına sahip oldukları belirlenmiştir. Mikrokapsüllerin bu gözenekli yapısının, donma esnasında oluşan ve daha sonra süblimasyonla buharlaştırılan buz kristallerinin geride bıraktığı boşluklar sebebiyle meydana geldiği düşünülmektedir [370]. Düzensiz şekilli mikrokapsüllerin oksijen ve neme karşı koruyuculuklarının orta derecede; ısıya karşı koruyuculuklarının iyi; basınç ve ışığa karşı koruyuculuklarının ise mükemmel olduğu ileri sürülmüştür [535].



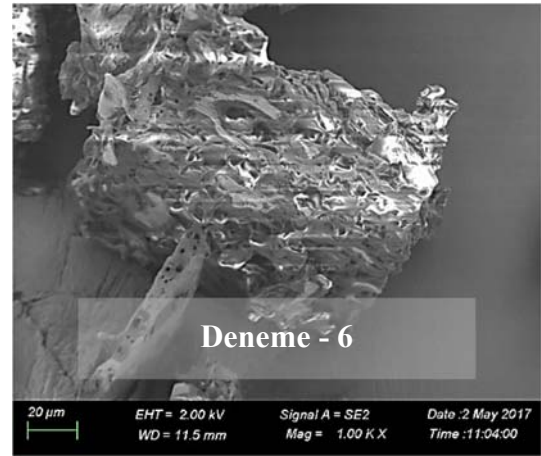
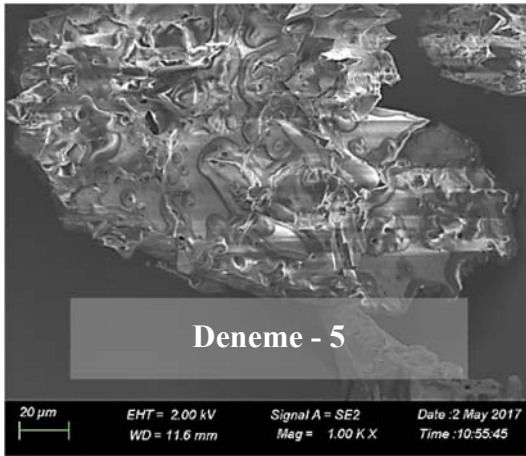
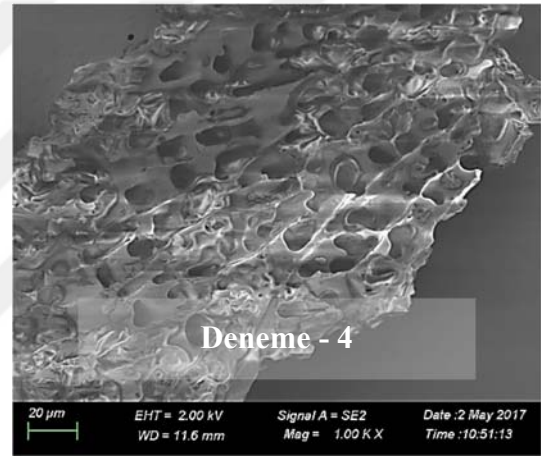
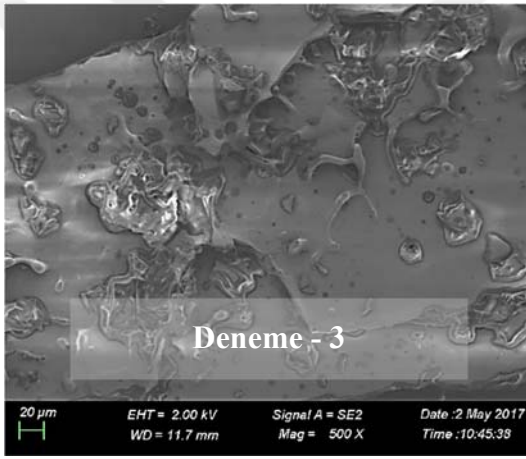
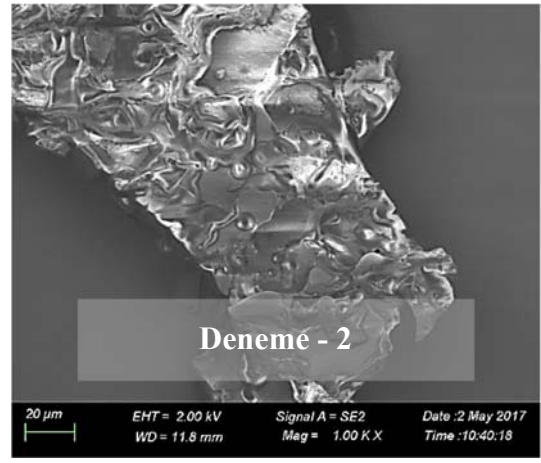
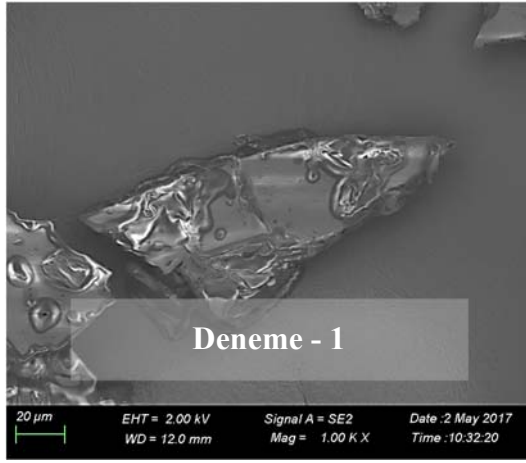
Şekil 4.5 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (1.Tekerrür/ Deneme1–Deneme6)



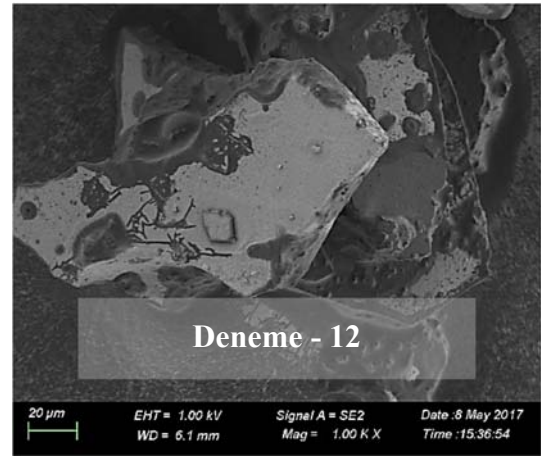
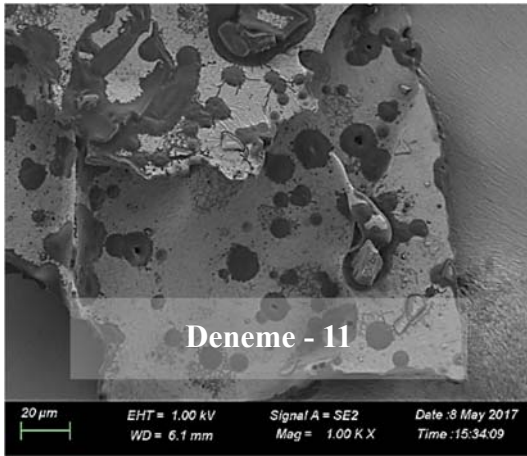
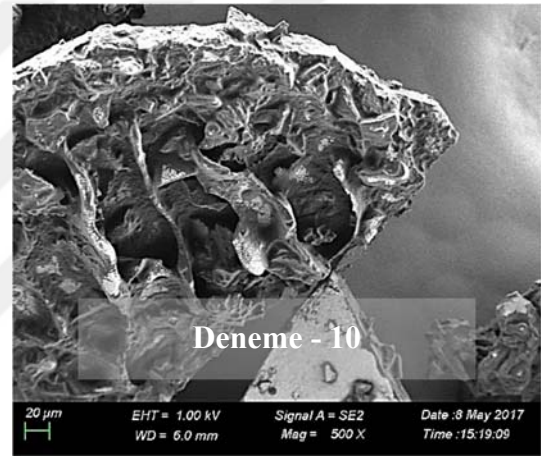
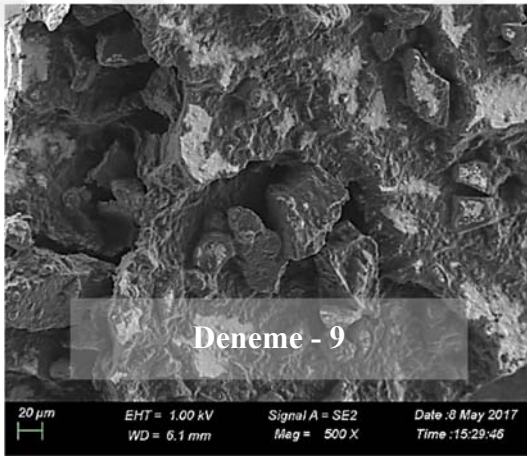
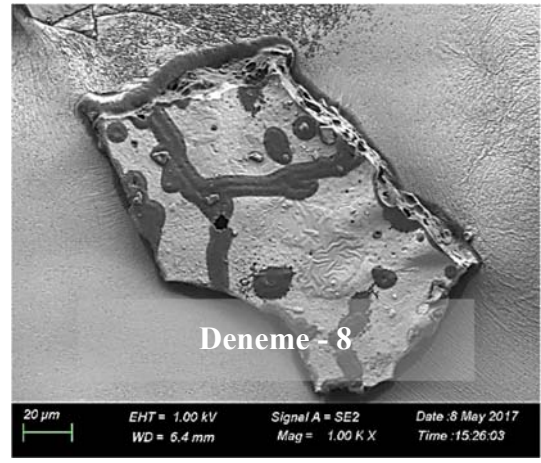
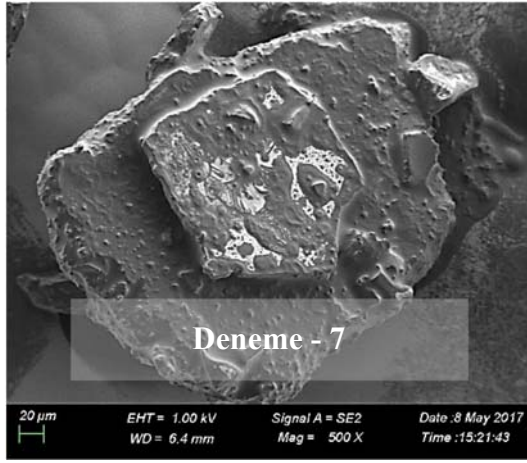
**Şekil 4.6** Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (1.Tekerrür/Deneme7–Deneme12)



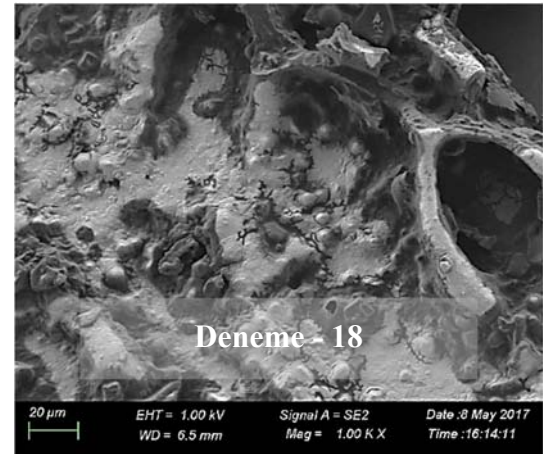
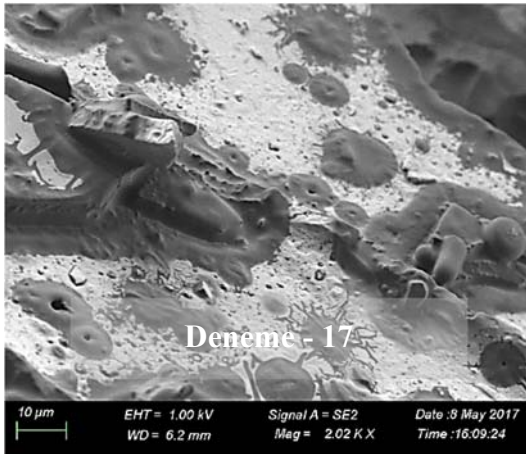
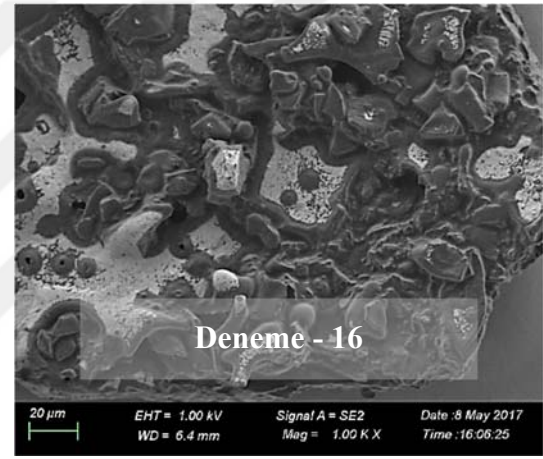
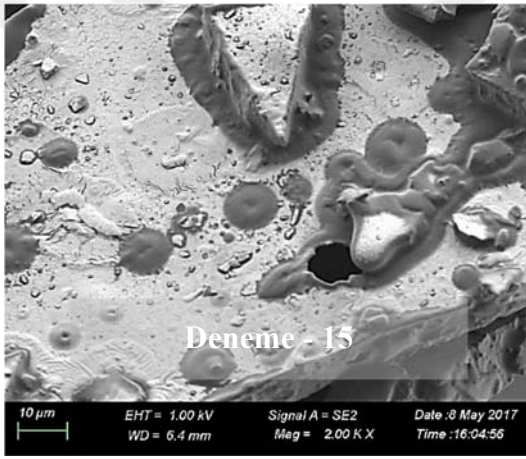
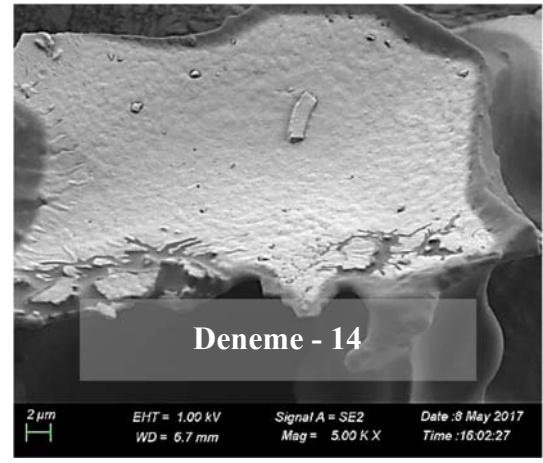
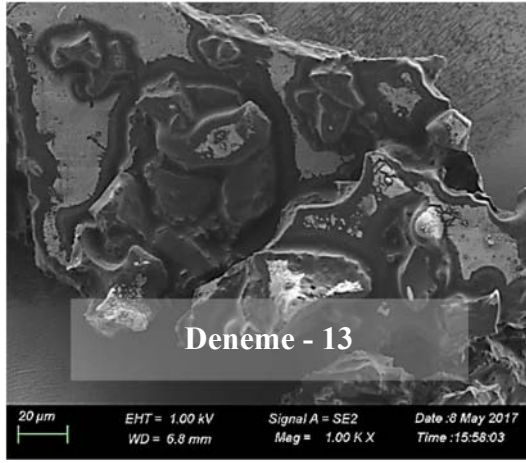
Şekil 4.7 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (1.Tekerrür/ Deneme13–Deneme18)



Şekil 4.8 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (2.Tekerrür/ Deneme1–Deneme6)



Şekil 4.9 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (2.Tekerrür/ Deneme7–Deneme12)



Şekil 4.10 Mikrokapsüllerin SEM görüntüleri (2.Tekerrür/ Deneme13–Deneme18)

Anwar ve Kunz [22], dondurarak kurutma yöntemiyle elde ettikleri balık yağı mikrokapsüllerinin oldukça gözenekli, düzensiz bir yapıya sahip olduklarını tespit etmişlerdir. Bu mikroyapısından dolayı mikrokapsüllerin, oksijen difüzyonunu kolaylaştırdığı ve bunun da, özellikle parçacık yüzeyindeki yağların hızla okside olmasına sebep olduğu ifade edilmiştir. Benzer şekilde Silva ve ark. [110] da, liyofilizatörde elde ettikleri zeytinyağı–limon suyu mikrokapsüllerinin, tepeciklerin ve çöküntülerin bulunduğu düzensiz bir yüzey yapısına sahip olduğunu bildirmişlerdir. Mikrokapsüllerin yüzeyinde görülen deliklerin ise liyofilizasyon sırasında uzaklaşan su ile ilişkili olabileceği ileri sürülmüştür. Kabak çekirdeği yağının enkapsülasyonu amacıyla yürütülen bir çalışmada, püskürtmeli kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin küresel bir yapıya ve homojen, pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu, ancak liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin yüzeyinin gözenekli ve şekillerinin de düzensiz olduğu görülmüştür. Enkapsüle edilmeye çalışılan aktif bileşen ile çevresi arasında, dondurarak kurutma sonucunda oluşan gözenekli yapıya sahip bu bariyerin aktif bileşeni, uzun bir depolama sürecinde etkili bir şekilde koruyamayacağı ifade edilmiştir [536]. Çalışmamızda elde edilen mikrokapsüllerin oksidasyon indislerinin depolama süresince belirgin şekilde yükselmesi, parçacıkların sahip olduğu morfolojik yapıyla ilişkilendirilebilir.

Bu çalışma kapsamında elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin sahip olduğu düzensiz şekil ve pürüzlü gözenek yapısı, liyofilizatörde kurutulan ürünlerin tipik bir özelliğidir. Benzer fiziksel yapılar, daha önce dondurarak kurutma yöntemi ile yapılan enkapsülasyon çalışmalarında da gözlenmiştir.

#### **4.2.3. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk**

Yığın yoğunluğu; toz ya da gözenekli bir materyalin kütesinin, gözeneklerin içerisindeki hava, kurutulmuş katı madde ve nemi de içeren görünen hacim değerine bölünmesi ile elde edilmektedir [537]. Yığın yoğunluğu, özellikle öğütme ya da kurutma işlemiyle elde edilen bir son ürünün; depolama, işleme, paketleme ve nakliye özellikleri hakkında fikir vermesi açısından önemli bir parametredir [20]. Örneğin, yığın yoğunluğu düşük ürünlere kıyasla, aynı hacimdeki bir alana yığın yoğunluğu yüksek olan ürünlerden daha fazla miktarda depolama yapılabilmektedir [95]. Ayrıca, depolama süresince stabilite, dağılıbilirlik (dispersibility), akabilirlik, çözünürlük ve diğer kuru bileşenlerle karışabilme gibi fonksiyonel özellikleri de yığın yoğunluğu

verileri ile tahmin edilebilmektedir. Yığın yoğunluğu; parçacıklar arasındaki hava, parçacık büyüklüğü ve dağılımı, parçacık şekli, elektrostatik kuvvetler ve nem içeriği tarafından büyük ölçüde etkilenmektedir [538]. Toz bir ürünün yığın yoğunluğunun düşük olması, parçacıklar arasında bulunan havanın fazla olduğu anlamına gelmektedir [161]. Parçacıklar arasında kalan havanın fazla olması ise ürünün depolama stabilitesini etkileyen oksidatif tepkimeleri tetiklemektedir [539].

Bu çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu değerlerinin 0.22–0.32 g/mL arasında olduğu görülmüştür (Tablo 4.7). Duvar materyali bileşiminin, mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu değerleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ). Küçük parçacıklar, boşlukları daha iyi doldurabildiği için, parçacık büyüklüğü daha az olan tozların yığın yoğunluğu değerleri daha yüksektir [540]. Çalışmamızda da parçacık büyüklüğü ( $d_{4,3}$ ) ile yığın yoğunluğu arasında negatif bir korelasyon olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r=-0.54865$ ,  $p=0.0005$ ). Örneğin; yığın yoğunluğu en düşük deneme olan Deneme–9, en büyük parçacık büyüklüğü ( $d_{4,3}$ ) değerine sahipken; en düşük parçacık büyüklüğü değerine sahip Deneme–10 en yüksek yığın yoğunluğuna sahiptir.

**Tablo 4.7** Mikrokapsüllerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri

| Deneme      | Yığın Yoğunluğu (g/mL) | Sıkıştırılmış Yoğunluk (g/mL) |
|-------------|------------------------|-------------------------------|
| Deneme – 1  | $0.31 \pm 0.04^{abc}$  | $0.60 \pm 0.01^a$             |
| Deneme – 2  | $0.25 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.52 \pm 0.03^{abcd}$        |
| Deneme – 3  | $0.25 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.48 \pm 0.01^{bcd}$         |
| Deneme – 4  | $0.26 \pm 0.03^{abcd}$ | $0.53 \pm 0.02^{abcd}$        |
| Deneme – 5  | $0.24 \pm 0.02^{bcd}$  | $0.50 \pm 0.05^{abcd}$        |
| Deneme – 6  | $0.31 \pm 0.03^{abc}$  | $0.54 \pm 0.01^{abcd}$        |
| Deneme – 7  | $0.27 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.53 \pm 0.02^{abcd}$        |
| Deneme – 8  | $0.23 \pm 0.02^d$      | $0.51 \pm 0.03^{abcd}$        |
| Deneme – 9  | $0.22 \pm 0.01^d$      | $0.46 \pm 0.01^d$             |
| Deneme – 10 | $0.32 \pm 0.07^a$      | $0.56 \pm 0.05^{abcd}$        |
| Deneme – 11 | $0.28 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.54 \pm 0.02^{abcd}$        |
| Deneme – 12 | $0.31 \pm 0.04^{abc}$  | $0.58 \pm 0.03^{abc}$         |
| Deneme – 13 | $0.32 \pm 0.05^{ab}$   | $0.59 \pm 0.03^{ab}$          |
| Deneme – 14 | $0.24 \pm 0.01^{cd}$   | $0.47 \pm 0.01^{cd}$          |
| Deneme – 15 | $0.25 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.52 \pm 0.01^{abcd}$        |
| Deneme – 16 | $0.24 \pm 0.02^{cd}$   | $0.52 \pm 0.10^{abcd}$        |
| Deneme – 17 | $0.25 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.51 \pm 0.07^{abcd}$        |
| Deneme – 18 | $0.28 \pm 0.01^{abcd}$ | $0.49 \pm 0.02^{bcd}$         |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Carneiro ve ark. [95] da püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri maltodekstrin+PAS proteini+keten tohumu yağı mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun  $0.28 \text{ g/cm}^3$ , maltodekstrin+gam arabik+keten tohumu yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğunu  $0.40 \text{ g/cm}^3$  olduğunu belirlemişlerdir. Koç ve ark. [533], püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle ettikleri zeytinyağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluklarının  $205\text{--}530 \text{ kg/m}^3$  arasında değiştiğini ve duvar materyalinde PAS proteini miktarının artmasıyla yığın yoğunluğunun yükseldiğini bildirmişlerdir. Benzer şekilde Kim ve Morr [541], püskürtmeli kurutucu kullandıkları portakal yağı enkapsülasyonu çalışmasında, duvar materyali olarak PAS proteini kullanılan mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun  $0.13 \text{ g/mL}$ ; gam arabikli mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun  $0.27 \text{ g/mL}$  olduğunu; bu farkın sebebinin ise gam arabik bazlı mikrokapsüllerin kuruma esnasında daha fazla küçülmesi (büzüşmesi) olduğunu belirtmiştir. Tatar [542], püskürtmeli kurutucu ile elde ettiği balık yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğu değerlerinin  $0.367\text{--}0.429 \text{ g/cm}^3$  arasında değiştiğini ve hemiselüloz içeren mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun daha yüksek olduğunu ifade etmiştir. Bae ve Lee [113], püskürtülerek kurutulan avokado yağı mikrokapsüllerinde yığın yoğunluğunun  $0.25\text{--}0.28 \text{ g/cm}^3$  arasında olduğunu ve formülasyonda maltodekstrin oranı arttıkça yoğunluğun da arttığını bildirmiştir. Bunu da, maltodekstrin miktarı yüksek mikrokapsüllerde meydana gelen topaklaşma veya sonuç olarak hacimde azalmaya yol açan yapısal çökmeler ile ilişkilendirmişlerdir. Benzer şekilde, çalışmamızda da elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu ile maltodekstrin miktarları arasında pozitif bir ilişki olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r=0.34508$ ;  $p=0.0393$ ) (Tablo Ek A.1). Diğer yandan, Shamaei ve ark. [262], püskürtmeli kurutucuda sadece yağsız süt tozu ile enkapsüle edilen ceviz yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğunun ( $290\text{--}366.67 \text{ kg/m}^3$ ), yağsız süt tozu+Tween 80 ( $300\text{--}366.07 \text{ kg/m}^3$ ) ve yağsız süt tozu+maltodekstrin ( $303.01\text{--}370.13 \text{ kg/m}^3$ ) ile enkapsüle edilen ceviz yağı mikrokapsüllerinin yığın yoğunluğundan daha düşük olduğunu belirlemişlerdir. Bu farklılığı da sadece yağsız süt tozu kullanılan ceviz yağı mikrokapsüllerin nem içeriğinin, yağsız süt tozu+Tween 80 ve yağsız süt tozu+maltodekstrin kullanılarak enkapsüle edilen ceviz yağı mikrokapsüllerinin nem içeriğinden düşük olmasıyla açıklamışlardır. Püskürtmeli kurutucudan farklı olarak, dondurularak kurutulan ürünler öğütüldüğü için, püskürtmeli kurutucuda elde edilen ürünlerin bazı fiziksel özellikleri üzerinde etkili olan duvar materyalini oluşturan bileşenlerin cinsi, oranı ya da duvar materyali:aktif bileşen oranı gibi faktörlerin

dondurarak kurutulan ürünlerin fiziksel özellikleri üzerine etkili olması zaten beklenmemektedir.

Quispe–Condori ve ark. [259], zein–keten tohumu yağı emülsiyonlarını hem püskürtmeli kurutma hem de dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle etmişlerdir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun 272.85 ve 282.14 kg/m<sup>3</sup>; aynı formülasyonla dondurmalı kurutucuda kurutulanların yığın yoğunluğunun ise 309.18 ve 350.05 kg/m<sup>3</sup> olduğunu belirlemişlerdir. Aynı çalışmada, püskürtmeli kurutucuda elde edilenlerin yığın yoğunluğu üzerine duvar materyali:yağ oranı etkili iken, dondurmalı kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin üzerine etki eden herhangi bir faktör saptanamamıştır. Quispe–Condori ve ark.’nın [259] aksine, Ogrodowska ve ark. [536], maltodekstrin+PAS proteini+guar gam+kabak çekirdeği yağından oluşan emülsiyonların püskürtmeli kurutucuda kurutulmasıyla elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun 314–352 kg/m<sup>3</sup> arasında, dondurarak kurutma ile elde edilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun 158 kg/m<sup>3</sup> olduğunu tespit etmişlerdir.

Sıkıştırılmış yoğunluk değeri, toz ürünlerin akabilirliği hakkında fikir edinilmesini sağlayan Carr İndeks ve Hausner oranı verilerinin hesaplanması için ölçülmüştür. Sıkıştırmadan dolayı yoğunluk değerinde büyük bir artışın meydana gelmesi, toz üründe gözlenebilecek olası akabilirlik problemlerinin işaretçisidir [543]. Çalışmamızda, sıkıştırmadan dolayı tozların yoğunluk değerlerinde meydana gelen artış %73.98–119.12 arasında değişim göstermiştir. Bu değerler göz önünde bulundurulduğunda, elde edilen mikrokapsüllerin akabilirlik özelliklerinin zayıf olması beklenmektedir. Çalışmamızda elde edilen mikrokapsüllerin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin 0.46–0.60 g/mL arasında olduğu görülmektedir (Tablo 4.7). Duvar materyali bileşiminin, mikrokapsüllerin sıkıştırılmış yoğunluk değerleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ). Ancak, farklı üretimler arasındaki bu farkın asıl sebebinin, öğütme esnasında çok homojen büyüklüğe sahip toz ürünlerin elde edilememesi olduğu düşünülmektedir. Yığın yoğunluğuna benzer şekilde, parçacık büyüklüğü ( $d_{4,3}$ ) ile sıkıştırılmış yoğunluk değerleri arasında negatif bir korelasyon olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r=-0.42213$ ;  $p=0.0103$ ) (Tablo Ek A.1). Yüksek sıkıştırılmış yoğunluk değerine sahip tozların, küçük kaplarda daha fazla miktarda depolanabilmesi büyük bir avantajdır.

Holgado ve ark. [544], dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle ettikleri rafine ayçiçek yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluklarının 616 ve 659 kg/m<sup>3</sup> olduğunu tespit etmişlerdir. Lipofilik bir molekülün püskürtmeli kurutucu ile enkapsülasyonu için farklı duvar materyallerinin kullanıldığı bir araştırmada, mikrokapsüllerin sıkıştırılmış yoğunluklarının 560–650 kg/m<sup>3</sup> arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir [107]. Püskürtmeli kurutucu ile yapılan başka bir enkapsülasyon çalışmasında ise PAS proteini+trehaloz+ayçiçek yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluğunun 543 kg/m<sup>3</sup>, sodyum kazeinat+trehaloz+ayçiçek yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluğunun 542 kg/m<sup>3</sup> olduğu tespit edilmiştir [194]. Modifiye nişasta (nişasta oktenil süksinat) ve trehalozun duvar materyali olarak kullanıldığı bir çalışmada, püskürtmeli kurutucu ile elde edilen kanola yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin 472–655 kg/m<sup>3</sup> arasında olduğu bildirilmiştir [539]. Yine püskürtmeli kurutucu ile elde edilen portakal yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin 0.21–0.46 g/mL arasında değiştiği belirlenmiştir [541]. Premi ve Sharma [529], püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri *Moringa oleifera* yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin 0.56–0.74 g/cm<sup>3</sup> arasında değiştiğini belirlemiştir. Aynı araştırmacılar, maltodekstin+gam arabikten oluşan mikrokapsüllerin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin, maltodekstrin+PAS proteininden oluşan mikrokapsüllerden daha yüksek olduğunu da ifade etmişlerdir. Püskürtmeli kurutucu ile elde edilen keten tohumu yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin 0.516–0.584 g/cm<sup>3</sup> arasında olduğu görülmüştür [545].

Literatürde dondurarak kurutma yöntemi ile yapılan yağ enkapsülasyonu çalışmalarının büyük bir kısmında mikrokapsüllerin yoğunluk değerlerinin irdelenmediği görülmüştür. Bu yüzden, diğer bir kurutma yöntemi olan püskürtmeli kurutucu ile yapılan yağ enkapsülasyonu çalışmalarının sonuçlarıyla kıyaslama yapılmıştır. Bu çalışmada elde edilen yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin, literatürde yer alan değerler ile benzerlik gösterdiği anlaşılmıştır.

#### 4.2.4. Akabilirlik

Akabilirlik söz konusu olduğunda iki çeşit tozdan söz etmek mümkündür: kohezif olan tozlar ve kohezif olmayan (serbest şekilde akabilen) tozlar. Kohezif olmayan tozlarda parçacıklar arası kuvvetler göz ardı edilebilecek şekilde önemsizdir.

Kuru ya da parçacık büyüklüğü 100–200  $\mu\text{m}$  üzerinde olan birçok toz ürün kohezif olmayan tozlar sınıfına girmektedir [546]. Akabilirlik üzerine etki eden kuvvetler; yer çekimi kuvveti, sürtünme kuvveti, kohezyon (Van der Waals ve kapiler kuvvetlerinden kaynaklı parçacıklar arası çekim) ve adhezyon (parçacık ile duvar arasındaki çekim) kuvvetleridir [547]. Akabilirlikle ilgili sorunlar, niteliği ne olursa olsun birçok kohezif toz üründe meydana gelebilir. Ancak bu sorunlar; yapışkan maddelerin varlığı (örneğin, yağlar), higroskopik yapı ve sıcaklık gibi faktörlerden büyük ölçüde etkilendikleri için toz gıda ürünlerinde daha sık meydana gelmektedir [20]. Bir ürünün akabilirlik özellikleri; Carr's İndeks, yığın açısı (angle of repose), Hausner oranı ya da sıkıştırma testi gibi çeşitli ampirik yöntemler kullanılarak belirlenebilmektedir [548]. Bu çalışmada tozların akabilirlik özellikleri, Carr's İndeks ve Hausner oranı değerleri kullanılarak irdelenmiştir. Tozların, bu değerlere göre sınıflandırılması Tablo 4.8'de verilmiştir.

**Tablo 4.8** Akabilirlik özelliklerine göre toz ürünlerin sınıflandırılması [259]

| <b>Carr's İndeks</b> | <b>Hausner Oranı</b> | <b>Akabilirlik Özelliği</b> |
|----------------------|----------------------|-----------------------------|
| $\leq 10$            | 1.00 – 1.11          | Mükemmel                    |
| 11 – 15              | 1.12 – 1.18          | İyi                         |
| 16 – 20              | 1.19 – 1.25          | Orta                        |
| 21 – 25              | 1.26 – 1.34          | Vasat                       |
| 26 – 31              | 1.35 – 1.45          | Zayıf                       |
| 32 – 37              | 1.46 – 1.59          | Çok zayıf                   |
| $> 38$               | $> 1.60$             | Çok kötü                    |

Çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin Carr's İndeks ve Hausner oranı değerleri üzerine, farklı formülasyonların etkisinin istatistiksel olarak önemsiz ( $p>0.05$ ) olduğu görülmüştür (Tablo 4.9). Carr's İndeks değerleri 43.18–53.13; Hausner oranı değerleri 1.76–2.18 arasında değişmektedir. Elde edilen mikrokapsüllerin akabilirlik özelliklerinin oldukça zayıf olduğu anlaşılmaktadır. Parçacık büyüklüğü azaldıkça birim kütle başına düşen parçacık yüzey alanı artmakta ve bu, yüzey kohezif kuvvetlerinin etkileşimi için daha fazla yüzey alanının oluşmasını sağlamaktadır. Etkileşimin artması ile kohezyon kuvveti artmaktadır. Sonuç olarak, parçacık büyüklüğünün azalması, toz ürünün akabilirlik özelliklerini kötüleştirmektedir [549]. Ancak, çalışmamızda mikrokapsüllerin parçacık büyüklüğü ( $d_{4,3}$ ) ile Carr's İndeks (Pearson  $r=0.35733$ ;  $p=0.0324$ ) ve Hausner oranı (Pearson  $r=0.34552$ ;  $p=0.0390$ ) değerleri arasında zayıf pozitif ilişkiler olduğu saptanmıştır.

(Tablo Ek A.1.). Denemeler arasındaki bazı istisnalar, bu korelasyonun zayıf çıkmasına neden olmaktadır. Örneğin, parçacık büyüklüğü en fazla olan Deneme-9'un Carr's İndeks (51.79) ve Hausner oranı (2.08) değerleri, parçacık büyüklüğü daha az olan bazı denemelerden (Deneme-1, Deneme-6 gibi) daha yüksektir. Bu yüksek değerler, Deneme-9'un sahip olduğu yüksek nem (%3.72) ve yüzey yağı (%8.68) ile ilişkilendirilebilir. Nem içeriğinin ve yüzey yağının yüksek olması, toz ürünün akabilirlik özelliklerini olumsuz etkileyen faktörlerdir [105,529]. Bu örnek; Fitzpatrick ve ark.'nın [549] da belirttiği gibi akabilirlik özelliğinin, parçacık büyüklüğü tarafından önemli şekilde etkilenmesine rağmen, parçacıkların yüzey özellikleri gibi diğer faktörlerin de akabilirlik üzerine etkili olduğunu ortaya koymaktadır. Toz ürünlerin akabilirliğinin yüzey ile ilgili bir özellik olduğu ve yüzey bileşiminin (kompozisyonunun) de akabilirlik niteliğini etkilediği unutulmamalıdır [550]. Diğer yandan, düşük yığın yoğunluğu, toz ürünün kohezif olduğunun yani akabilirlik özelliğinin zayıf olduğunun bir işaretidir [551]. Mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu ile Carr's İndeks (Pearson  $r=-0.73222$ ;  $p<.0001$ ) ve Hausner oranları (Pearson  $r=-0.67731$ ;  $p<.0001$ ) arasında kuvvetli negatif bir korelasyon olduğu tespit edilmiştir (Tablo Ek A.1).

**Tablo 4.9** Mikrokapsüllerin Carr's İndeks ve Hausner oranı değerleri

| Deneme      | Carr's İndeks             | Hausner Oranı            |
|-------------|---------------------------|--------------------------|
| Deneme – 1  | 49.17 ± 6.36 <sup>a</sup> | 2.00 ± 0.25 <sup>a</sup> |
| Deneme – 2  | 51.96 ± 1.04 <sup>a</sup> | 2.09 ± 0.05 <sup>a</sup> |
| Deneme – 3  | 48.96 ± 1.04 <sup>a</sup> | 1.96 ± 0.04 <sup>a</sup> |
| Deneme – 4  | 52.38 ± 4.76 <sup>a</sup> | 2.12 ± 0.21 <sup>a</sup> |
| Deneme – 5  | 52.05 ± 1.12 <sup>a</sup> | 2.09 ± 0.05 <sup>a</sup> |
| Deneme – 6  | 43.88 ± 6.02 <sup>a</sup> | 1.81 ± 0.20 <sup>a</sup> |
| Deneme – 7  | 48.87 ± 2.22 <sup>a</sup> | 1.97 ± 0.09 <sup>a</sup> |
| Deneme – 8  | 53.13 ± 1.13 <sup>a</sup> | 2.14 ± 0.05 <sup>a</sup> |
| Deneme – 9  | 51.79 ± 1.79 <sup>a</sup> | 2.08 ± 0.08 <sup>a</sup> |
| Deneme – 10 | 43.21 ± 7.79 <sup>a</sup> | 1.80 ± 0.25 <sup>a</sup> |
| Deneme – 11 | 47.46 ± 3.58 <sup>a</sup> | 1.92 ± 0.13 <sup>a</sup> |
| Deneme – 12 | 47.21 ± 8.32 <sup>a</sup> | 1.95 ± 0.31 <sup>a</sup> |
| Deneme – 13 | 46.14 ± 4.96 <sup>a</sup> | 1.88 ± 0.17 <sup>a</sup> |
| Deneme – 14 | 49.97 ± 0.04 <sup>a</sup> | 2.00 ± 0.01 <sup>a</sup> |
| Deneme – 15 | 52.04 ± 0.04 <sup>a</sup> | 2.09 ± 0.01 <sup>a</sup> |
| Deneme – 16 | 53.20 ± 5.97 <sup>a</sup> | 2.18 ± 0.28 <sup>a</sup> |
| Deneme – 17 | 50.67 ± 5.59 <sup>a</sup> | 2.06 ± 0.23 <sup>a</sup> |
| Deneme – 18 | 43.18 ± 0.98 <sup>a</sup> | 1.76 ± 0.03 <sup>a</sup> |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Duvar materyali olarak zeinin kullanıldığı keten tohumu yağı enkapsülasyonu çalışmasında, püskürtmeli kurutucu ile üretilen mikrokapsüllerin Hausner oranlarının 1.53 ve 1.68, Carr's İndekslerinin 34.40 ve 40.14; dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin Hausner oranlarının 1.42 ve 1.57 ve Carr's İndekslerinin 29.04 ve 35.19 olduğu bildirilmiştir [259]. Turchiuli ve ark. [552], püskürtmeli kurutucu ile elde edilen ve parçacık büyüklüğü küçük olduğu için akabilirlik özellikleri de zayıf olan mikrokapsülleri aglomerasyon işlemine tabi tutmuşlardır. Parçacık büyüklüğü artmasına rağmen toz ürünün akabilirlik özelliğinde bir iyileşme meydana gelmediğini gözlemlemişlerdir. Bu sonucu da, aglomeratların pürüzlü ve düzensiz şekilli bir yapıya sahip olması ile açıklamışlardır. O çalışmada elde edilen sonuçların aksine, Domian ve ark. [194], aglomerasyon işlemi uygulanan ayçiçek yağı mikrokapsüllerinin akabilirlik özelliklerinin (Hausner oranı=1.12–1.23), püskürtmeli kurutucuda elde ettikleri mikrokapsüllerden (Hausner oranı=1.21–1.54) daha iyi olduğunu ileri sürmüşlerdir. Başka bir çalışmada yine Turchiuli ve ark. [107], püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri yağ mikrokapsüllerinin kohezif ve buna bağlı olarak zayıf akabilirliğe (Carr's İndeks=29–43, Hausner oranı=1.42–1.75) sahip olduğunu belirtmişlerdir. Premi ve Sharma [529], püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle ettikleri *Moringa oleifera* yağı kapsüllerinde duvar materyali olarak maltodekstrin+PAS proteini kullanıldığında akabilirlik özelliklerinin kötü (Carr's İndeks: 19.67–26.78; Hausner oranı: 1.27–1.36); maltodekstrin+gam arabik kullanıldığında akabilirlik özelliklerinin daha iyi (Carr's İndeks: 13.51–17.39; Hausner oranı: 1.14–1.21) olduğunu ifade etmişlerdir. Bu farklılığın sebebi olarak da mikrokapsüllerin nem ve yüzey yağı içeriklerini işaret etmişlerdir. Balık yağı üzerine yapılan bir araştırmada, püskürtmeli kurutucu ile elde edilen balık yağı mikrokapsüllerinin Carr's İndeks değerlerinin 24.58–33.72 ve Hausner oranı değerlerinin 1.29–1.45 arasında olduğu ve bu değerlerin, duvar materyali olarak kullanılan balık jelatini ve maltodekstrin miktarından etkilendiği belirlenmiştir [553]. Bütün bu çalışmalara benzer şekilde, şeker pancarından elde edilen pektinle püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilen balık yağı mikrokapsüllerinin Carr's İndeks değerlerinin 29–38 arasında değişim gösterdiği bildirilmiştir [554].

Bugüne kadar yapılan yağ enkapsülasyonu çalışmaları incelendiğinde, enkapsüle yağların akabilirlik özelliklerinin zayıf olduğu anlaşılmaktadır. Bu

çalışmada elde edilen sonuçların da literatürdeki benzer çalışmaların sonuçları ile uyumlu olduğu görülmüştür.

#### 4.2.5. Islanabilirlik

Parçacıklı ya da toz halindeki gıda ürünleri tüketilmeden önce genellikle sulandırılırlar. Bir gıda ürününün sulandırılma özelliği hakkında fikir edinilmesini sağlayan bazı parametreler vardır. Bunlar sırasıyla ıslanabilirlik, batabilirlik, dağılılabilirlik (dispers olabilirlik) ve çözünürlüktür [555]. Parçacık büyüklüğü 100 µm'den küçük olan toz ürünlerde parçacıklar arası boşluk daha az olduğu için bu tozların ıslanmaları zordur [538]. Parçacık büyüklüğünün yanı sıra, yüzeyde yağ varlığı gibi parçacık yüzeyi özellikleri de ıslanabilirliği etkilemektedir [546]. Islanabilirlik ayrıca yoğunluk, pürüzlülük, yüzeyin elektriksel yükü, yüzey alanı ve amfipatik maddelerin varlığı gibi faktörlere bağlı olarak değişiklik gösterebilmektedir [105].

**Tablo 4.10** Mikrokapsüllerin suda ıslanabilirlik süreleri

| Deneme      | Islanabilirlik (sn)         |
|-------------|-----------------------------|
| Deneme – 1  | 146 ± 1.00 <sup>jk</sup>    |
| Deneme – 2  | 160.25 ± 1.75 <sup>i</sup>  |
| Deneme – 3  | 269.75 ± 1.25 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 4  | 151.75 ± 0.75 <sup>j</sup>  |
| Deneme – 5  | 242.75 ± 0.25 <sup>c</sup>  |
| Deneme – 6  | 199.50 ± 0.50 <sup>f</sup>  |
| Deneme – 7  | 161.25 ± 4.75 <sup>i</sup>  |
| Deneme – 8  | 250.75 ± 0.75 <sup>b</sup>  |
| Deneme – 9  | 267.75 ± 1.75 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 10 | 183.25 ± 0.75 <sup>g</sup>  |
| Deneme – 11 | 134.25 ± 0.75 <sup>m</sup>  |
| Deneme – 12 | 143 ± 2.00 <sup>kl</sup>    |
| Deneme – 13 | 243.25 ± 3.75 <sup>c</sup>  |
| Deneme – 14 | 171.75 ± 1.75 <sup>h</sup>  |
| Deneme – 15 | 230.75 ± 4.25 <sup>d</sup>  |
| Deneme – 16 | 174.25 ± 0.25 <sup>h</sup>  |
| Deneme – 17 | 210.25 ± 2.25 <sup>e</sup>  |
| Deneme – 18 | 137.25 ± 3.25 <sup>lm</sup> |

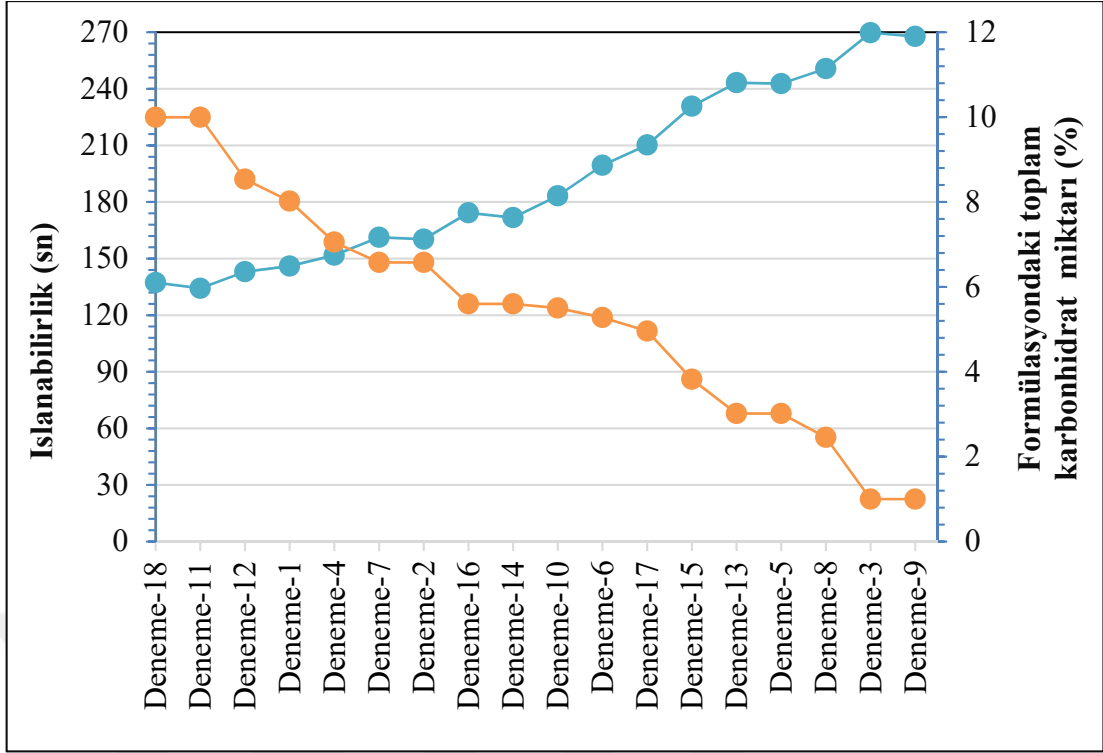
Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin 0.1 gramının 100 mL suda ıslanma sürelerinin 134.25–269.75 saniye arasında değiştiği görülmektedir (Tablo 4.10). Duvar materyali bileşiminin, ıslanabilirlik özelliği üzerine etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ). Oгородowska ve ark. [536], iki farklı yöntemle (püskürtmeli

kurutma ve dondurarak kurutma) elde ettikleri kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin ıslanma süresinin 180 saniyeden yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Balık yağının gam arabik, hemiselüloz ve gam arabik+hemiselüloz ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edildiği bir araştırmada, mikrokapsüllerin (1 gram) tamamen ıslanması için gereken sürenin 9.53–16.17 dakika arasında değiştiği ve formülasyonda hemiselüloz miktarının artmasıyla ıslanma süresinin de artış gösterdiği belirlenmiştir [542]. PAS proteini+inülin ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilen biberiye esansiyel yağı mikrokapsüllerinin (1 gram) ıslanabilirlik sürelerinin 37–303 saniye arasında olduğu bildirilmiştir. Duvar materyalinde inülin miktarının artmasıyla ıslanma süresinin kısaldığı görülmüştür. Araştırmacılar bu sonucun, inülin içeren mikrokapsüllerin yüksek nem içermesi ve hidrofilik karaktere sahip olması ile ilişkili olabileceğini ileri sürmüşlerdir [273]. Benzer bir açıklama, avokado yağını maltodekstrin+PAS proteini izolatu ile püskürtmeli kurutucu kullanarak enkapsüle eden Bae ve Lee'den [113] de gelmiştir. Araştırmacılar, mikrokapsüllerin (1 gram) ıslanabilirlik sürelerinin 7.61–18.05 dakika arasında olduğunu ve duvar formülasyonunda maltodekstrin miktarının artması ile mikrokapsüllerin hidrofilik niteliğinin güçlenerek suyun, parçacıklar arasına penetrasyonunun kolaylaştığını ve böylece ıslanabilirlik süresinin kısaldığını ifade etmişlerdir [113].

Tablo Ek A.1'de görüldüğü gibi, mikrokapsüllerin ıslanabilirlik süresi, formülasyonda yer alan tüm bileşenlerin miktarlarından güçlü bir şekilde etkilenmektedir. Örneğin; formülasyondaki PAS proteini miktarının artmasına bağlı olarak mikrokapsüllerin ıslanma süreleri de artmaktadır. Bunun aksine, karbonhidrat bileşenleri olan maltodekstrin ve gam arabik miktarının artması, ıslanma süresinin azalmasına sebep olmaktadır (Şekil 4.11). Ayrıca, duvar materyali formülasyonundaki toplam karbonhidrat bileşenleri (maltodekstrin+gam arabik) miktarı ile mikrokapsüllerin ıslanabilirlik özelliği arasında da çok kuvvetli negatif bir ilişki olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r=-0.96591$ ;  $p<.0001$ ).



**Şekil 4.11** Mikro kapsüllerin ıslanabilirlik sürelerinin, duvar materyalindeki toplam karbonhidrat (maltodekstrin+gam arabik) miktarına bağlı değişimi

Nişasta sodyum oktenil süksinat ve nişasta sodyum oktenil süksinat+trehalozun duvar materyali olarak kullanıldığı bir yağ enkapsülasyonu çalışmasında, püskürtmeli kurutucu ile elde edilen mikro kapsüllerin (16.70 gram) ıslanabilirlik süresinin, iki formülasyon haricinde (9 saniye), 300 saniyenin üzerinde olduğu belirlenmiştir [539]. Fäldt ve Bergenståhl [556], parçacık yüzeyinde bulunan yağın, parçacık yüzeyinin hidrofobikleşmesine sebep olduğunu ve bunun da yüzey ile parçacığa nüfuz eden su arasındaki temas açısını artırdığını ifade etmişlerdir. Suyun parçacığa nüfuz hızı ile temas açısı arasında ters bir ilişki olduğu için bu açının artması, ıslanabilirlik özelliğini olumsuz etkilemektedir. Benzer şekilde, de Barros Fernandes ve ark. [126] da mikro kapsüllerin yağ miktarında meydana gelen artışın, ıslanma sürelerini arttırdığını tespit etmişlerdir (1 g toz=772–1856 saniye). Çalışmamızda elde edilen mikro kapsüllerin enkapsülasyon verimlerinin düşmesi, mikro kapsül yüzeyindeki yağ miktarının artması anlamına gelmektedir. Dolayısıyla, enkapsülasyon veriminin de ıslanabilirlik süresini belli bir oranda etkilediği düşünülmektedir (Pearson  $r=-0.40298$ ;  $p=0.0148$ ) (Tablo Ek A.1). Botrel ve ark. [557], püskürtmeli kurutucuyla ürettikleri balık yağı mikro kapsüllerinin (0.1 gram)

ıslanma sürelerinin 40–253 saniye arasında değişim gösterdiğini ifade etmişlerdir. Aynı araştırmacılar, PAS proteini ve suda çözünür karbonhidratlar gibi hidrofilik bileşenlerin suya ilave edilmesiyle bu bileşenleri içeren tozların başlangıçta çok hızlı bir şekilde ıslandıklarını ve dışı ıslak–içi kuru özellikte topakları oluşturma eğiliminde olduklarını belirtmişlerdir. Oluşan bu topaklar ise suyun parçacıklar arasına nüfuz etmesini engelleyerek o ürünün ıslanabilirlik özelliğini azaltmaktadır.

Yukarıdaki çalışmalarda görüldüğü üzere, analiz esnasında kullanılan numune miktarı çalışmalar arasında farklılık göstermektedir. Bu yüzden, çalışmamızda elde edilen ıslanabilirlik sonuçlarının, 1 gram numune ile yapılan diğer çalışmaların sonuçları ile kıyaslanması anlamlı değildir. Ancak, çalışmamızda elde edilen sonuçlar, 0.1 gram numune için ıslanabilirlik süresinin belirlendiği ve Botrel ve ark. [557] tarafından yürütülen araştırmada elde edilen sonuçlar ile benzerlik göstermektedir. Bazı araştırmacıların aksine, kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin ıslanabilirlik süreleri ile tozların nem içerikleri arasında anlamlı bir ilişki tespit edilememiştir. Bu çalışmada mikrokapsüllerin ıslanabilirlik süresini etkileyen faktörlerin, duvar materyalini oluşturan bileşenlerin miktarı ve yüzey yağı miktarı olduğu anlaşılmıştır.

#### **4.2.6. Çözünürlük**

Çözünürlük, toz parçacıklarını oluşturan bileşenlerin suda hangi oranda çözündüklerini ifade eden bir kavramdır. Bu özellik esas olarak, tozun kimyasal bileşimine ve fiziksel durumuna bağlı olarak değişmektedir [546]. Kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin suda çözünürlük değerleri %25.44–36.09 arasında değişim göstermektedir (Tablo 4.11).

**Tablo 4.11** Mikrokapsüllerin çözünürlük değerleri

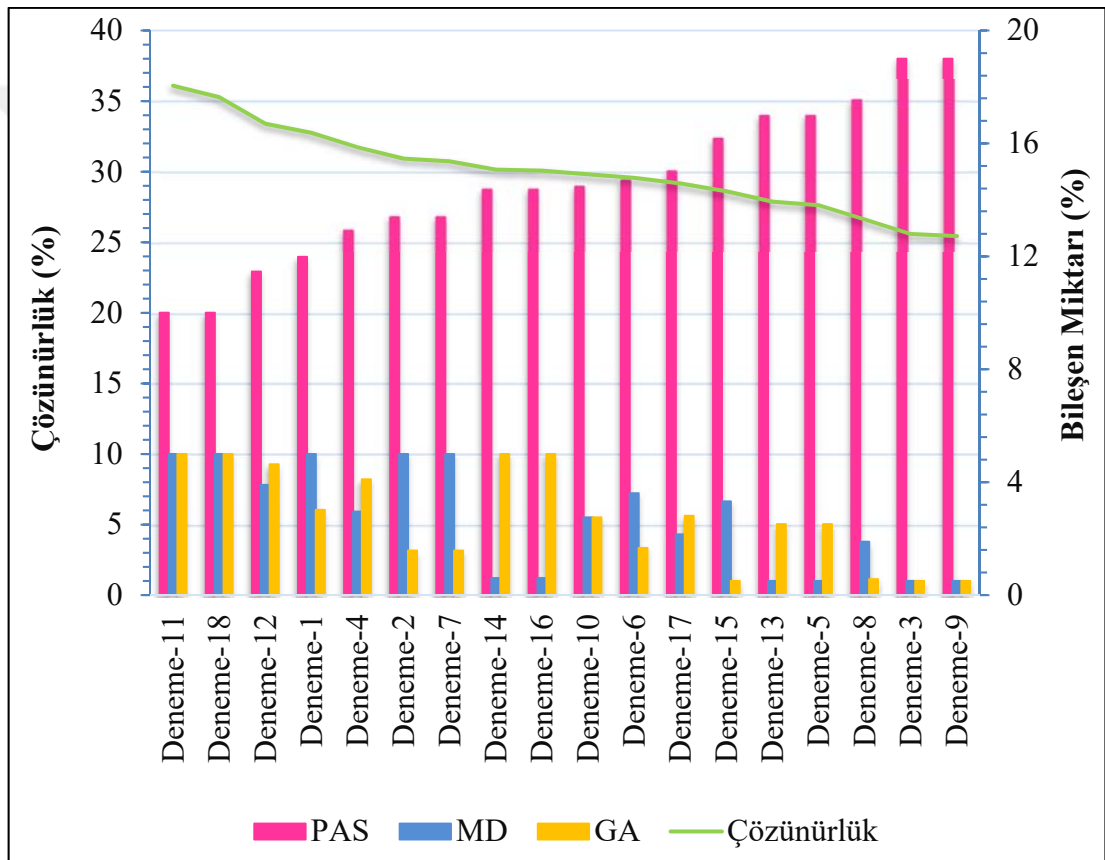
| Deneme      | Çözünürlük (%)              |
|-------------|-----------------------------|
| Deneme – 1  | 32.75 ± 0.20 <sup>bc</sup>  |
| Deneme – 2  | 30.94 ± 0.18 <sup>de</sup>  |
| Deneme – 3  | 25.58 ± 0.17 <sup>k</sup>   |
| Deneme – 4  | 31.74 ± 0.05 <sup>cd</sup>  |
| Deneme – 5  | 27.63 ± 0.06 <sup>ij</sup>  |
| Deneme – 6  | 29.56 ± 0.04 <sup>gh</sup>  |
| Deneme – 7  | 30.74 ± 0.10 <sup>def</sup> |
| Deneme – 8  | 26.63 ± 0.24 <sup>j</sup>   |
| Deneme – 9  | 25.44 ± 0.18 <sup>k</sup>   |
| Deneme – 10 | 29.82 ± 0.04 <sup>fg</sup>  |
| Deneme – 11 | 36.09 ± 0.65 <sup>a</sup>   |
| Deneme – 12 | 33.40 ± 0.36 <sup>b</sup>   |
| Deneme – 13 | 27.88 ± 0.05 <sup>i</sup>   |
| Deneme – 14 | 29.15 ± 0.17 <sup>gh</sup>  |
| Deneme – 15 | 28.62 ± 0.07 <sup>hi</sup>  |
| Deneme – 16 | 30.09 ± 0.02 <sup>efg</sup> |
| Deneme – 17 | 29.17 ± 0.07 <sup>gh</sup>  |
| Deneme – 18 | 35.28 ± 0.09 <sup>a</sup>   |

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Porras–Saavedra ve ark. [558], parçacık yüzeyinde protein miktarının artmasıyla ıslanma süresinin uzadığını ileri sürmüşlerdir. Bunun sebebi olarak da protein–protein birleşimini (association) tetikleyen ve böylece çözünürlüğün azalmasına yol açan hidrofobik etkileşimleri işaret etmişlerdir. Bu çalışmadaki mikrokapsüllerin çözünürlük değerleri ile duvar materyalini oluşturan bileşenler arasındaki ilişkiye ait korelasyon katsayıları Tablo Ek A.1’de verilmiştir. Formülasyondaki protein miktarı ile çözünürlük arasında ters bir ilişki olduğu görülmüştür (Pearson  $r=-0.98890$ ;  $p<.0001$ ). Protein miktarında meydana gelen artış, mikrokapsüllerin çözünürlüğünün azalmasına yol açmıştır. Maltodekstrin ve gam arabik ise ıslanabilirlik özelliğinde olduğu gibi çözünürlük özelliğini de iyileştirmiştir (sırasıyla Pearson  $r=0.75881$ ;  $p<.0001$ ; Pearson  $r=0.75280$ ;  $p<.0001$ ). Püskürtmeli kurutma ya da dondurarak kurutma gibi yöntemler kullanılarak elde edilen nem içeriği düşük ürünlerde karbonhidratların çoğunlukla amorf halde bulunduğu bilinmektedir [305]. Amorf niteliğin artışı, toz ürünün sudaki çözünürlüğünü de artırmaktadır [503]. Formülasyondaki karbonhidrat bazlı duvar materyallerinin çözünürlük üzerine olan olumlu etkilerinin, bu durum ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir.

Bir toz gıdanın sulandırılma niteliğini ortaya koyan verilerden biri, ıslanabilirlik ile birlikte çözünürlüktür. Bu yüzden, duvar bileşenlerinin bu iki parametre üzerine yaptığı etkiler birbirine benzemektedir. Her bir denemenin formülasyon bileşimi ve bunlara bağlı olarak mikrokapsüllerin çözünürlüğünde meydana gelen değişim grafiksel olarak Şekil 4.12’de gösterilmiştir. Hızlı bir şekilde ıslanan toz ürünün su ile etkileşimi yüksektir ve böyle bir ürünün çözünürlüğünün de yüksek olması beklenmektedir. Kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin çözünürlüğü ve ıslanabilirliği arasında kuvvetli bir negatif ilişkinin olduğu görülmüştür (Pearson  $r=-0.93489$ ;  $p<.0001$ ).



**Şekil 4.12** Her bir denemenin bileşimi ve mikrokapsüllerin çözünürlük değerleri

PAS proteini, maltodekstrin ve modifiye nişasta kullanılarak püskürtmeli kurutucuda üretilen nar çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin çözünürlüğünün %97’den yüksek olduğu bildirilmiştir [559]. Gerçekleştirilen bir diğer araştırmada, püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilen biberiye esansiyel yağı mikrokapsüllerinin çözünürlüklerinin %43.60–48.90 arasında olduğu bildirilmiştir. Mikrokapsüldeki yağ miktarının artmasıyla parçacığın hidrofobik karakterinin güçlendiği ve su ile

etkileşiminin ve çözünürlüğünün de azaldığı ifade edilmiştir [126]. Yine biberiye esansiyel yağı üzerine yapılan başka bir çalışmada ise püskürtmeli kurutucu ile elde edilen mikrokapsüllerin çözünürlüklerinin %42.38–46.57 arasında değiştiği bildirilmiştir [125]. Bezelye proteini izolatu ile püskürtmeli kurutucu kullanılarak elde edilen keten tohumu mikrokapsüllerinin çözünürlüklerinin %8.69–10.90 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir [560]. Botrel ve ark. [256], PAS proteini, PAS proteini+maltodekstrin ve PAS proteini+inülin kombinasyonlarıyla püskürtmeli kurutucuda ürettiği balık yağı mikrokapsüllerinin çözünürlüğünün %78.70–79.70 arasında olduğunu ve böyle yüksek bir çözünürlüğün, duvar materyali olarak kullanılan ve suda çözünürlüğü yüksek olan karbonhidrat ve protein bileşikleri sayesinde elde edildiğini belirtmişlerdir. Gac meyvesi (*Momordica cochinchinensis* Spreng) yağının PAS proteini ve gam arabikle püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilmesiyle oluşan toz ürünün suda çözünürlük indeksinin %84.76–92.28 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Elde edilen bu çok yüksek sonuçlar ise, gam arabığının yapısında bulunan yüksek molekül ağırlıklı arabinogalaktan ile hidrofobik polipeptit zinciri arasında kendiliğinden oluşan güçlü polisakkarit–protein etkileşimi ile ilişkilendirilmiştir [561].

Diğer birçok fizikokimyasal özellik gibi çözünürlük de çeşitli faktörlere bağlı olduğu için bugüne kadar yapılan yağ enkapsülasyonu çalışmalarında çok farklı sonuçlar elde edildiği görülmektedir. Literatürdeki sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda, çalışmamızda elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin çözünürlüklerinin kabul edilebilir olduğu anlaşılmıştır. Suda çözünürlük özelliğine sahip olmayan kabak çekirdeği yağı enkapsüle edilerek çözünürlük özelliği iyileştirilmiş ve böylece diğer gıdalara entegre edilebilme ihtimali artırılmıştır.

#### 4.2.7. Yağ Asitleri Bileşimi

Proje kapsamında aktif bileşen olarak kullanılan ve soğuk pres yöntemiyle elde edilen kabak çekirdeği yağının bileşimi Tablo 4.12’de verilmiştir. Yağda yüksek miktarda linoleik (C18:2) ve oleik asit (C18:1) bulunmaktadır. Bu iki yağ asidi, toplam yağ asitlerinin yaklaşık %80’ini oluşturmaktadır. Bunları, daha sonra palmitik (C16:0) ve stearik asit (C18:0) takip etmektedir. Kabak çekirdeği yağı, çoklu doymamış yağ

asitleri bakımından da son derece zengin bir kaynaktır (toplam yağ asitlerinin yaklaşık %44'ü).

**Tablo 4.12** Soğuk pres kabak çekirdeği yağının yağ asitleri bileşimi

| Yağ Asidi                              | Miktarı (%) |
|----------------------------------------|-------------|
| C6:0 – Kaproik asit                    | İz miktarda |
| C8:0 – Kaprilik asit                   | İz miktarda |
| C10:0 – Kaprik asit                    | 0.01        |
| C12:0 – Laurik asit                    | 0.11        |
| C14:1 – Miristoleik asit               | 0.01        |
| C16:0 – Palmitik asit                  | 11.11       |
| C16:1 – Palmitoleik asit               | 0.15        |
| C17:0 – Heptadekanoik asit             | 0.08        |
| C17:1 – Margoleik asit                 | 0.03        |
| C18:0 – Stearik asit                   | 6.70        |
| C18:1 – Oleik asit ( $\omega$ -9)      | 37.03       |
| C18:2 – Linoleik asit ( $\omega$ -6)   | 43.67       |
| C18:3 – Linolenik asit ( $\omega$ -3)  | 0.18        |
| C20:1 – Eikosenoik asit ( $\omega$ -9) | 0.40        |
| C21:0 – Heneikosanoik asit             | 0.09        |
| C20:4 – Araşidonik asit ( $\omega$ -6) | 0.10        |
| C24:0 – Lignoserik asit                | 0.21        |
| C24:1 – Nervonik asit ( $\omega$ -9)   | 0.10        |
| $\Sigma$ Doymuş yağ asitleri           | 18.32       |
| $\Sigma$ Tekli doymamış yağ asitleri   | 37.72       |
| $\Sigma$ Çoklu doymamış yağ asitleri   | 43.96       |

Younis ve ark. [562], Eritre’de farklı bölgelerde yetişen beş farklı kabak çekirdeğinden elde ettikleri yağlarda %43–51.90 oranında linoleik asit (C18:2), %28.30–35.50 oranında oleik asit (C18:1), %4.80–8.20 oranında stearik asit (C18:0) ve %0.17–0.30 oranında linolenik asit (C18:3) bulunduğunu tespit etmişlerdir. Ardabili ve ark. [6], İran’da yetiştirilen kabak çekirdeğinden ekstrakte ettikleri yağda %39.84 linoleik asit, %38.42 oleik asit, %10.68 palmitik asit, %8.67 stearik asit, %0.68 linolenik asit ve %0.58 palmitoleik asit (C16:1) bulunduğunu belirlemişlerdir. Kore’de farklı kabak türleri üzerine yapılan bir çalışmada, *Cucurbita pepo* türü kabağın çekirdek yağında %36.40 linoleik asit, %32.40 oleik asit, %12.97 palmitik asit, %4.67 stearik asit, %0.39 araşidik asit ve %0.23 miristik asit (C14:0) bulunduğu görülmüştür [563]. Makedonya’da yürütülen bir çalışmada, *Cucurbita pepo* türü kabaktan farklı çözgenlerle elde edilen çekirdek yağlarının %40.22–45.05 arasında linoleik asit, %35.55–37.42 oranında oleik asit, %9.65–10.88 oranında palmitik asit,

%4.68–5.40 arasında stearik asit, %2.88–5.22 arasında linolenik asit ve %0.74–0.95 arasında araşidik asit içerdikleri ifade edilmiştir [564]. Slovenya ve İtalya’da ticari olarak satılan 12 farklı kabak çekirdeği yağı ile gerçekleştirilen bir araştırma sonucunda yağların %44.30–51.58 oranında linoleik asit, %33.60–42.59 oranında oleik asit, %9.13–13.35 arasında palmitik asit, %0.22–0.62 arasında linolenik asit, %0.27–0.55 arasında stearik asit ve %0.27–0.38 arasında araşidik asit içerdikleri ortaya konulmuştur [54]. Sırbistan’da soğuk pres yöntemiyle elde edilen 6 farklı kabak çekirdeği yağının içeriğinde %37.30–44.50 oranında linoleik asit, %37.10–43.60 oranında oleik asit, %11.20–15.50 oranında palmitik asit, %5.20–6.20 oranında stearik asit, %0.10–0.30 oranında linolenik asit ve %0.10–0.40 oranında behenik asit (C22:0) bulunduğu bildirilmiştir [42]. Polonya’da yetiştirilen 6 farklı *Cucurbita pepo* türüne ait kabaktan elde edilen çekirdek yağlarının içeriğinde %42–59.20 oranında linoleik asit, %22.90–36.20 oranında oleik asit, %10.70–12.80 oranında palmitik asit, %5.28–6.99 oranında stearik asit ve %0.22–0.36 oranında linolenik asit bulunduğu belirlenmiştir [565]. Tunus’ta soğuk pres kabak çekirdeği yağı ile yürütülen çalışmada, yağın %50.88 linoleik asit, %25.82 oleik asit, %14.83 palmitik asit, %6.68 stearik asit ve %0.43 araşidik asit içerdiği tespit edilmiştir [566]. Kulaitiené ve ark. [567], Litvanya’da yetişen üç farklı kabak çekirdeğinden soğuk pres ile elde ettikleri yağların %64.65–67.24 arasında linoleik asit, %16.01–18.33 arasında oleik asit, %11.83–11.87 arasında palmitik asit, %3.18–3.58 arasında stearik asit, %0.24–0.34 arasında linolenik asit, %0.23–0.36 arasında dokosatetraenoik asit (C22:4), %0.24–0.25 arasında araşidik asit (C20:0), %0.19–0.20 arasında dokosaheksaenoik asit (C22:6), %0.11–0.13 arasında eikosenoik asitten (C20:1) meydana geldiğini bildirmişlerdir. Kabak çekirdeği yağının yağ asitleri bileşimini ortaya koyan önceki çalışmalar incelendiğinde, projede kullanılan kabak çekirdeği yağının yağ asitleri bileşiminin, daha önce yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlar ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Enkapsüle edilmemiş ve mikrokapsüllerden soğuk ekstraksiyonla elde edilen kabak çekirdeği yağlarının doymuş yağ asitleri bileşimi Tablo 4.13–4.15’de verilmiştir. Enkapsülasyon işlemi sonucunda kabak çekirdeği yağının kaproik asit (C6:0), kaprilik asit (C8:0), kaprik asit (C10:0), laurik asit (C12:0), palmitik asit (C16:0), heptadekanoik asit (C17:0), stearik asit (C18:0), heneikosanoik asit (C21:0), lignoserik asit (C24:0) ve toplam doymuş yağ asitleri miktarlarında değişim meydana

geldiği görülmüştür. Lignoserik asit (C24:0) haricinde diğer tüm doymuş yağ asitleri ve toplam doymuş yağ asitleri miktarlarında meydana gelen değişimler, istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ). Genel olarak, farklı denemeler (formülasyon) sonucunda elde edilen değişimler de birbirinden farklıdır. Enkapsülasyon sonrasında, doymuş yağ asitleri arasında en belirgin değişim kaproik asit (C6:0), kaprilik asit (C8:0), kaprik asit (C10:0) ve laurik asitte (C12:0) gözlenmiştir.

**Tablo 4.13** Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının doymuş yağ asitleri bileşimi (%)

| Deneme      | C6:0<br>(Kaproik asit)      | C8:0<br>(Kaprilik asit)   | C10:0<br>(Kaprik asit)      |
|-------------|-----------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| KCY         | 0.004 ± 0.00 <sup>i</sup>   | 0.005 ± 0.00 <sup>c</sup> | 0.01 ± 0.00 <sup>g</sup>    |
| Deneme – 1  | 0.11 ± 0.00 <sup>defg</sup> | 0.04 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.15 ± 0.00 <sup>cde</sup>  |
| Deneme – 2  | 0.11 ± 0.00 <sup>defg</sup> | 0.04 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.16 ± 0.01 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 3  | 0.08 ± 0.01 <sup>h</sup>    | 0.04 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.01 <sup>f</sup>    |
| Deneme – 4  | 0.13 ± 0.01 <sup>abcd</sup> | 0.04 ± 0.01 <sup>ab</sup> | 0.18 ± 0.02 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 5  | 0.12 ± 0.00 <sup>cdef</sup> | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.17 ± 0.00 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 6  | 0.13 ± 0.00 <sup>abcd</sup> | 0.07 ± 0.02 <sup>a</sup>  | 0.16 ± 0.00 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 7  | 0.12 ± 0.00 <sup>cdef</sup> | 0.05 ± 0.02 <sup>ab</sup> | 0.15 ± 0.00 <sup>cde</sup>  |
| Deneme – 8  | 0.11 ± 0.00 <sup>defg</sup> | 0.06 ± 0.01 <sup>ab</sup> | 0.12 ± 0.01 <sup>ef</sup>   |
| Deneme – 9  | 0.10 ± 0.01 <sup>fgh</sup>  | 0.06 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.12 ± 0.02 <sup>ef</sup>   |
| Deneme – 10 | 0.14 ± 0.01 <sup>abc</sup>  | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.18 ± 0.01 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 11 | 0.12 ± 0.02 <sup>cdef</sup> | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.15 ± 0.01 <sup>cde</sup>  |
| Deneme – 12 | 0.14 ± 0.00 <sup>abc</sup>  | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.17 ± 0.00 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 13 | 0.14 ± 0.00 <sup>abc</sup>  | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.18 ± 0.01 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 14 | 0.15 ± 0.00 <sup>a</sup>    | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.20 ± 0.00 <sup>a</sup>    |
| Deneme – 15 | 0.10 ± 0.00 <sup>fgh</sup>  | 0.05 ± 0.01 <sup>ab</sup> | 0.14 ± 0.01 <sup>def</sup>  |
| Deneme – 16 | 0.15 ± 0.00 <sup>a</sup>    | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.19 ± 0.00 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 17 | 0.14 ± 0.00 <sup>abc</sup>  | 0.05 ± 0.01 <sup>ab</sup> | 0.17 ± 0.00 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 18 | 0.12 ± 0.00 <sup>cdef</sup> | 0.05 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.15 ± 0.01 <sup>cde</sup>  |

KCY: kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

**Tablo 4.14** Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının doymuş yağ asitleri bileşimi (%) – devam

| Deneme      | C12:0<br>(Laurik asit)      | C16:0<br>(Palmitik asit)   | C17:0<br>(Heptadekanoik asit) |
|-------------|-----------------------------|----------------------------|-------------------------------|
| KCY         | 0.11 ± 0.00 <sup>i</sup>    | 11.11 ± 0.28 <sup>c</sup>  | 0.08 ± 0.00 <sup>d</sup>      |
| Deneme – 1  | 0.50 ± 0.01 <sup>defg</sup> | 11.93 ± 0.17 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 2  | 0.53 ± 0.01 <sup>cdef</sup> | 12.00 ± 0.25 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.01 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 3  | 0.38 ± 0.03 <sup>h</sup>    | 11.75 ± 0.21 <sup>b</sup>  | 0.10 ± 0.00 <sup>c</sup>      |
| Deneme – 4  | 0.60 ± 0.06 <sup>bc</sup>   | 12.18 ± 0.27 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.01 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 5  | 0.57 ± 0.01 <sup>cd</sup>   | 12.19 ± 0.05 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 6  | 0.57 ± 0.02 <sup>cd</sup>   | 12.29 ± 0.03 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 7  | 0.54 ± 0.04 <sup>cdef</sup> | 12.02 ± 0.19 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 8  | 0.45 ± 0.02 <sup>fgh</sup>  | 11.86 ± 0.09 <sup>b</sup>  | 0.10 ± 0.00 <sup>c</sup>      |
| Deneme – 9  | 0.43 ± 0.07 <sup>gh</sup>   | 11.84 ± 0.05 <sup>b</sup>  | 0.10 ± 0.01 <sup>c</sup>      |
| Deneme – 10 | 0.58 ± 0.04 <sup>bcd</sup>  | 12.16 ± 0.31 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 11 | 0.54 ± 0.04 <sup>cde</sup>  | 12.27 ± 0.34 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 12 | 0.59 ± 0.03 <sup>bcd</sup>  | 12.28 ± 0.23 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 13 | 0.61 ± 0.02 <sup>abc</sup>  | 12.19 ± 0.15 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 14 | 0.70 ± 0.03 <sup>a</sup>    | 12.48 ± 0.25 <sup>a</sup>  | 0.12 ± 0.00 <sup>a</sup>      |
| Deneme – 15 | 0.47 ± 0.01 <sup>efg</sup>  | 12.07 ± 0.09 <sup>ab</sup> | 0.10 ± 0.00 <sup>c</sup>      |
| Deneme – 16 | 0.66 ± 0.01 <sup>ab</sup>   | 12.26 ± 0.17 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 17 | 0.59 ± 0.01 <sup>bcd</sup>  | 12.20 ± 0.10 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |
| Deneme – 18 | 0.52 ± 0.04 <sup>cdef</sup> | 12.08 ± 0.20 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>ab</sup>     |

KCY: Kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

**Tablo 4.15** Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının doymuş yağ asitleri bileşimi (%) – devam

| Deneme      | C18:0<br>(Stearik asit)    | C21:0<br>(Heneikosanoik asit) | C24:0<br>(Lignoserik asit) | Σ Doymuş Y.A.                |
|-------------|----------------------------|-------------------------------|----------------------------|------------------------------|
| KCY         | 6.70 ± 0.17 <sup>c</sup>   | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.21 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 18.32 ± 0.46 <sup>e</sup>    |
| Deneme – 1  | 6.85 ± 0.08 <sup>abc</sup> | 0.11 ± 0.01 <sup>a</sup>      | 0.26 ± 0.05 <sup>a</sup>   | 20.04 ± 0.30 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 2  | 6.82 ± 0.09 <sup>bc</sup>  | 0.10 ± 0.00 <sup>ab</sup>     | 0.24 ± 0.05 <sup>a</sup>   | 20.10 ± 0.45 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 3  | 6.85 ± 0.15 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.27 ± 0.04 <sup>a</sup>   | 19.66 ± 0.35 <sup>d</sup>    |
| Deneme – 4  | 6.88 ± 0.01 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.25 ± 0.03 <sup>a</sup>   | 20.46 ± 0.42 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 5  | 6.97 ± 0.08 <sup>abc</sup> | 0.10 ± 0.00 <sup>ab</sup>     | 0.26 ± 0.05 <sup>a</sup>   | 20.53 ± 0.01 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 6  | 7.01 ± 0.00 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.23 ± 0.05 <sup>a</sup>   | 20.67 ± 0.03 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 7  | 7.16 ± 0.07 <sup>a</sup>   | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.25 ± 0.02 <sup>a</sup>   | 20.48 ± 0.31 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 8  | 6.93 ± 0.08 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.01 <sup>c</sup>      | 0.23 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 19.95 ± 0.13 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 9  | 6.94 ± 0.13 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.25 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 19.93 ± 0.07 <sup>cd</sup>   |
| Deneme – 10 | 7.08 ± 0.06 <sup>ab</sup>  | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.23 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 20.61 ± 0.43 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 11 | 7.00 ± 0.11 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.24 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 20.57 ± 0.52 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 12 | 6.89 ± 0.03 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.23 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 20.55 ± 0.25 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 13 | 7.06 ± 0.12 <sup>ab</sup>  | 0.09 ± 0.01 <sup>c</sup>      | 0.25 ± 0.05 <sup>a</sup>   | 20.67 ± 0.27 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 14 | 7.09 ± 0.07 <sup>ab</sup>  | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.28 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 21.16 ± 0.35 <sup>a</sup>    |
| Deneme – 15 | 6.98 ± 0.16 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.26 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 20.26 ± 0.27 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 16 | 7.14 ± 0.19 <sup>ab</sup>  | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.25 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 20.90 ± 0.38 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 17 | 7.16 ± 0.10 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.00 <sup>ab</sup>     | 0.25 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 20.77 ± 0.20 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 18 | 6.99 ± 0.14 <sup>abc</sup> | 0.09 ± 0.00 <sup>c</sup>      | 0.27 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 20.38 ± 0.41 <sup>abcd</sup> |

KCY: kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Enkapsülasyon öncesi ve enkapsülasyon sonrası, soğuk pres kabak çekirdeği yağında bulunan tekli doymamış yağ asitleri Tablo 4.16 ve Tablo 4.17’de verilmiştir. Kabak çekirdeği yağında en bol miktarda bulunan tekli doymamış yağ asidi olan oleik asit (C18:1) miktarı enkapsülasyon işleminden etkilenmiştir. Tekli doymamış yağ asitlerinden miristoleik asit (C14:1), palmitoleik asit (C16:1), margoleik asit (C17:1) ve oleik asit (C18:1) miktarlarında enkapsülasyon işlemi sonunda meydana gelen değişim istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ). Enkapsülasyon işlemi, eikosenoik asit (C20:1) miktarında belirgin bir artışa sebep olmamıştır. Oleik asit (C18:1) miktarı enkapsülasyon işlemiyle birlikte azalmıştır; fakat bu azalma üzerine, duvar materyalinin bileşimi –PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik miktarı– önemli bir etki yapmamıştır. Enkapsülasyon işlemi, kabak çekirdeği yağının toplam tekli doymamış yağ asitleri miktarında %1.62–2.47 oranında azalmaya yol açmıştır.

**Tablo 4.16** Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının tekli doymamış yağ asitleri bileşimi (%)

| Deneme      | C14:1<br>(Miristoleik asit) | C16:1<br>(Palmitoleik asit) | C17:1<br>(Margoleik asit) |
|-------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| KCY         | 0.01 ± 0.00 <sup>f</sup>    | 0.15 ± 0.01 <sup>d</sup>    | 0.03 ± 0.00 <sup>b</sup>  |
| Deneme – 1  | 0.05 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.19 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 2  | 0.05 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.20 ± 0.00 <sup>bcd</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 3  | 0.04 ± 0.00 <sup>e</sup>    | 0.19 ± 0.02 <sup>cd</sup>   | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 4  | 0.06 ± 0.01 <sup>b</sup>    | 0.27 ± 0.03 <sup>a</sup>    | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 5  | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.20 ± 0.01 <sup>bcd</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 6  | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.27 ± 0.03 <sup>a</sup>    | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 7  | 0.05 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.22 ± 0.02 <sup>abc</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 8  | 0.04 ± 0.00 <sup>e</sup>    | 0.20 ± 0.02 <sup>bcd</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 9  | 0.04 ± 0.01 <sup>e</sup>    | 0.19 ± 0.01 <sup>cd</sup>   | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 10 | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.24 ± 0.03 <sup>abc</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 11 | 0.05 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.22 ± 0.01 <sup>abc</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 12 | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.19 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 13 | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.20 ± 0.00 <sup>bcd</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 14 | 0.07 ± 0.00 <sup>a</sup>    | 0.26 ± 0.01 <sup>a</sup>    | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 15 | 0.04 ± 0.00 <sup>e</sup>    | 0.20 ± 0.02 <sup>bcd</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 16 | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.22 ± 0.02 <sup>abc</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 17 | 0.06 ± 0.00 <sup>b</sup>    | 0.23 ± 0.01 <sup>abc</sup>  | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |
| Deneme – 18 | 0.05 ± 0.00 <sup>cd</sup>   | 0.25 ± 0.02 <sup>ab</sup>   | 0.04 ± 0.00 <sup>a</sup>  |

KCY: kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

**Tablo 4.17** Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının tekli doymamış yağ asitleri bileşimi (%)

| Deneme      | C18:1<br>(Oleik asit)     | C20:1<br>(Eikosenoik asit) | C24:1<br>(Nervonik asit) | Σ Tekli<br>Doymamış Y.A.  |
|-------------|---------------------------|----------------------------|--------------------------|---------------------------|
| KCY         | 37.03 ± 0.11 <sup>a</sup> | 0.40 ± 0.02 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.01 <sup>a</sup> | 37.72 ± 0.11 <sup>a</sup> |
| Deneme – 1  | 36.21 ± 0.01 <sup>b</sup> | 0.42 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.00 <sup>a</sup> | 37.02 ± 0.02 <sup>b</sup> |
| Deneme – 2  | 36.24 ± 0.17 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.00 <sup>a</sup> | 37.04 ± 0.15 <sup>b</sup> |
| Deneme – 3  | 36.2 ± 0.03 <sup>b</sup>  | 0.42 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.01 <sup>a</sup> | 37.02 ± 0.05 <sup>b</sup> |
| Deneme – 4  | 36.08 ± 0.10 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.01 <sup>a</sup> | 36.96 ± 0.06 <sup>b</sup> |
| Deneme – 5  | 36.12 ± 0.06 <sup>b</sup> | 0.42 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.00 <sup>a</sup> | 36.95 ± 0.06 <sup>b</sup> |
| Deneme – 6  | 36.21 ± 0.06 <sup>b</sup> | 0.42 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.00 <sup>a</sup> | 37.11 ± 0.03 <sup>b</sup> |
| Deneme – 7  | 36.08 ± 0.12 <sup>b</sup> | 0.42 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.00 <sup>a</sup> | 36.92 ± 0.10 <sup>b</sup> |
| Deneme – 8  | 36.14 ± 0.05 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.07 ± 0.02 <sup>b</sup> | 36.91 ± 0.08 <sup>b</sup> |
| Deneme – 9  | 36.23 ± 0.21 <sup>b</sup> | 0.42 ± 0.01 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.00 <sup>a</sup> | 37.04 ± 0.21 <sup>b</sup> |
| Deneme – 10 | 35.94 ± 0.34 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.01 <sup>a</sup> | 36.79 ± 0.31 <sup>b</sup> |
| Deneme – 11 | 36.03 ± 0.13 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.00 <sup>a</sup> | 36.86 ± 0.11 <sup>b</sup> |
| Deneme – 12 | 36.14 ± 0.12 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.01 <sup>a</sup> | 36.95 ± 0.12 <sup>b</sup> |
| Deneme – 13 | 36.11 ± 0.05 <sup>b</sup> | 0.40 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.00 <sup>a</sup> | 36.92 ± 0.04 <sup>b</sup> |
| Deneme – 14 | 35.95 ± 0.06 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.01 <sup>a</sup> | 36.84 ± 0.06 <sup>b</sup> |
| Deneme – 15 | 36.22 ± 0.02 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.01 <sup>a</sup> | 37.03 ± 0.01 <sup>b</sup> |
| Deneme – 16 | 36.12 ± 0.11 <sup>b</sup> | 0.40 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.10 ± 0.00 <sup>a</sup> | 36.95 ± 0.13 <sup>b</sup> |
| Deneme – 17 | 36.05 ± 0.31 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.01 <sup>a</sup> | 36.90 ± 0.31 <sup>b</sup> |
| Deneme – 18 | 36.11 ± 0.04 <sup>b</sup> | 0.41 ± 0.00 <sup>a</sup>   | 0.11 ± 0.01 <sup>a</sup> | 36.97 ± 0.01 <sup>b</sup> |

KCY: kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Enkapsülasyon işleminin, çoklu doymamış yağ asitleri üzerine etkisi Tablo 4.18’de özetlenmiştir. Kabak çekirdeği yağının %40’ından fazlasını, çoklu doymamış yağ asitlerinden biri olan linoleik asit (C18:2) oluşturmaktadır. Enkapsülasyon işlemi, bu yağ asidinin azalmasına sebep olmuştur ve bu azalma, istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ). Diğer yandan, araşidonik asit (C20:4) miktarında gözlemlenen değişim, Deneme–7 dışında istatistiksel olarak önemsizdir ( $p > 0.05$ ). İçerdiği doymamış bağların fazla olmasından dolayı stabiliteleri düşük olduğu bilinen çoklu doymamış yağ asitlerinin toplam miktarında enkapsülasyon sonucu meydana gelen azalma (%1.46–4.46), tekli doymamış yağ asitlerinin toplam miktarında meydana gelen azalmadan (%1.62–2.47) daha fazladır (Tablo 4.19).

**Tablo 4.18** Enkapsüle edilmiş ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının çoklu doymamış yağ asitleri bileşimi (%)

| Deneme      | C18:2<br>(Linoleik asit)     | C18:3<br>(Linolenik asit) | C20:4<br>(Araşidonik asit) | Σ Çoklu<br>Doymamış<br>Y.A   |
|-------------|------------------------------|---------------------------|----------------------------|------------------------------|
| KCY         | 43.67 ± 0.40 <sup>a</sup>    | 0.18 ± 0.04 <sup>b</sup>  | 0.10 ± 0.01 <sup>b</sup>   | 43.96 ± 0.35 <sup>a</sup>    |
| Deneme – 1  | 42.54 ± 0.23 <sup>bcd</sup>  | 0.29 ± 0.08 <sup>a</sup>  | 0.12 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.94 ± 0.31 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 2  | 42.50 ± 0.36 <sup>bcd</sup>  | 0.20 ± 0.00 <sup>ab</sup> | 0.12 ± 0.01 <sup>b</sup>   | 42.82 ± 0.35 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 3  | 42.95 ± 0.25 <sup>ab</sup>   | 0.25 ± 0.06 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.01 <sup>b</sup>   | 43.32 ± 0.30 <sup>ab</sup>   |
| Deneme – 4  | 42.28 ± 0.37 <sup>bcd</sup>  | 0.18 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.01 <sup>b</sup>   | 42.58 ± 0.36 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 5  | 42.22 ± 0.04 <sup>bcd</sup>  | 0.19 ± 0.02 <sup>ab</sup> | 0.12 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.52 ± 0.05 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 6  | 41.93 ± 0.07 <sup>cde</sup>  | 0.18 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.12 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.23 ± 0.07 <sup>cde</sup>  |
| Deneme – 7  | 42.26 ± 0.21 <sup>bcd</sup>  | 0.22 ± 0.01 <sup>ab</sup> | 0.14 ± 0.02 <sup>a</sup>   | 42.63 ± 0.24 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 8  | 42.82 ± 0.07 <sup>abc</sup>  | 0.20 ± 0.02 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 43.13 ± 0.05 <sup>abc</sup>  |
| Deneme – 9  | 42.76 ± 0.26 <sup>abcd</sup> | 0.16 ± 0.00 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 43.04 ± 0.26 <sup>abcd</sup> |
| Deneme – 10 | 42.26 ± 0.07 <sup>bcd</sup>  | 0.23 ± 0.05 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.60 ± 0.12 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 11 | 42.24 ± 0.36 <sup>bcd</sup>  | 0.21 ± 0.05 <sup>ab</sup> | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.57 ± 0.41 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 12 | 42.22 ± 0.38 <sup>bcd</sup>  | 0.17 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.50 ± 0.37 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 13 | 42.09 ± 0.29 <sup>bcd</sup>  | 0.18 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.12 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.39 ± 0.28 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 14 | 41.71 ± 0.28 <sup>e</sup>    | 0.18 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.00 ± 0.29 <sup>e</sup>    |
| Deneme – 15 | 42.40 ± 0.23 <sup>bcd</sup>  | 0.17 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.68 ± 0.22 <sup>bcd</sup>  |
| Deneme – 16 | 41.87 ± 0.51 <sup>de</sup>   | 0.17 ± 0.00 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.14 ± 0.51 <sup>de</sup>   |
| Deneme – 17 | 41.98 ± 0.45 <sup>cde</sup>  | 0.23 ± 0.06 <sup>ab</sup> | 0.12 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.33 ± 0.50 <sup>cde</sup>  |
| Deneme – 18 | 42.38 ± 0.42 <sup>bcd</sup>  | 0.16 ± 0.01 <sup>b</sup>  | 0.11 ± 0.00 <sup>b</sup>   | 42.66 ± 0.42 <sup>bcd</sup>  |

KCY: kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

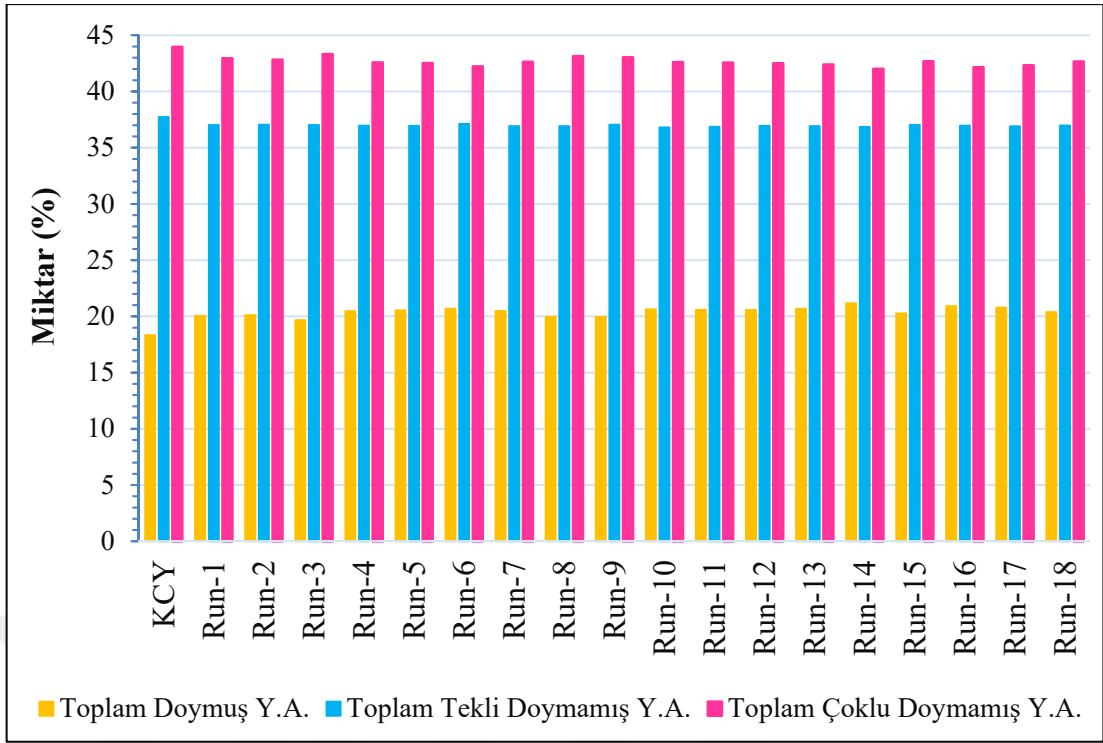
Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

**Tablo 4.19** Enkapsülasyon sonucu kabak çekirdeği yağının toplam doymuş, tekli doymamış ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarında meydana gelen %değişim

| Deneme      | Toplam Doymuş Yağ Asitleri Miktarındaki %Değişim* | Toplam Tekli Doymamış Yağ Asitleri Miktarındaki %Değişim* | Toplam Çoklu Doymamış Yağ Asitleri Miktarındaki %Değişim* |
|-------------|---------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| Deneme – 1  | 9.39                                              | -1.86                                                     | -2.32                                                     |
| Deneme – 2  | 9.72                                              | -1.80                                                     | -2.59                                                     |
| Deneme – 3  | 7.31                                              | -1.86                                                     | -1.46                                                     |
| Deneme – 4  | 11.68                                             | -2.01                                                     | -3.14                                                     |
| Deneme – 5  | 12.06                                             | -2.04                                                     | -3.28                                                     |
| Deneme – 6  | 12.83                                             | -1.62                                                     | -3.94                                                     |
| Deneme – 7  | 11.79                                             | -2.12                                                     | -3.03                                                     |
| Deneme – 8  | 8.90                                              | -2.15                                                     | -1.89                                                     |
| Deneme – 9  | 8.79                                              | -1.80                                                     | -2.09                                                     |
| Deneme – 10 | 12.50                                             | -2.47                                                     | -3.09                                                     |
| Deneme – 11 | 12.28                                             | -2.28                                                     | -3.16                                                     |
| Deneme – 12 | 12.17                                             | -2.04                                                     | -3.32                                                     |
| Deneme – 13 | 12.83                                             | -2.12                                                     | -3.57                                                     |
| Deneme – 14 | 15.50                                             | -2.33                                                     | -4.46                                                     |
| Deneme – 15 | 10.59                                             | -1.83                                                     | -2.91                                                     |
| Deneme – 16 | 14.08                                             | -2.04                                                     | -4.14                                                     |
| Deneme – 17 | 13.37                                             | -2.17                                                     | -3.71                                                     |
| Deneme – 18 | 11.24                                             | -1.99                                                     | -2.96                                                     |

\* Enkapsülasyon sonunda miktarda meydana gelen % değişim, azalma şeklinde ise verinin önüne (-) işareti koyulmuştur.

Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının toplam doymuş, tekli doymamış ve çoklu doymamış miktarları (%) Şekil 4.13’de özetlenmiştir. Enkapsülasyon işlemi sonunda kabak çekirdeği yağının toplam doymuş yağ asitleri miktarı artarken, toplam tekli ve çoklu doymamış yağ asitlerinin miktarlarında azalma meydana gelmiştir. Enkapsülasyondan sonra, doymuş yağ asitlerinin oransal miktarlarında meydana gelen artışın, oksidasyondan dolayı tekli ve çoklu doymamış yağ asitlerinin oransal miktarlarının azalması ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir [568].



**Şekil 4.13** Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının toplam doymuş, tekli doymamış ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarları

Ogrodowska ve ark. [536], kabak çekirdeği yağının toplam doymuş yağ asitleri miktarında meydana gelen artışın püskürtmeli kurutucu ile elde ettikleri mikrokapsüllerde %10.30–14.50 arasında; dondurarak kurutma yöntemiyle elde ettikleri mikrokapsüllerde ise %12.70 olduğunu tespit etmiştir. Ayrıca, enkapsülasyon işlemi sonrasında, kabak çekirdeği yağının oleik asit (C18:1) miktarının %19.20’den %21.40’a yükseldiği ve toplam tekli doymamış yağ asitleri miktarının da %8.80–11.50 oranında arttığı bildirilmiştir. Ogrodowska ve ark.’dan [536] farklı olarak, çalışmamızda dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edilen kabak çekirdeği yağının doymamış yağ asitlerinden oleik asit (C18:1) miktarında azalma; miristoleik asit (C14:1), palmitoleik asit (C16:1), margoleik asit (C17:1), eikosenoik asit (C20:1), nervonik asit (C24:1), araşidonik asit (C20:4) ve bazı denemelerde linolenik asit (C18:3) miktarlarında artış meydana geldiği belirlenmiştir.

Ceviz yağının dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edilmesi sonucunda toplam doymuş yağ asitleri miktarının %9.99’dan %10.36’ya kadar yükseldiği belirlenmiştir. Aynı çalışmada enkapsüle edilmeyen ceviz yağında palmitik asit (C16:0) miktarı %7.06 iken, mikrokapsüllerde %7.02–7.23 arasında değişim

göstermiştir. Araştırmacılar, ceviz yağının yağ asidi bileşiminin, dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan enkapsülasyon işleminden çok hafif şekilde etkilendiğini ileri sürmüşlerdir [111]. Benzer şekilde, çalışmamızda da enkapsülasyon sonucunda kabak çekirdeği yağının toplam doymuş yağ asitleri miktarında belirgin bir artışın (%7.31–15.50) söz konusu olduğu görülmüştür.

Klaypradit ve Huang [212], dondurarak kurutma yöntemiyle gerçekleştirdikleri enkapsülasyon işleminin, balık yağının eikosenoik asit (C20:1) miktarında (%6.10'dan %12.40'a) ve araşidonik asit (C20:4) miktarında (%2.20'den %2.98'e) belirgin bir artışa sebep olduğunu tespit etmiştir. Nervonik asit (C24:1) miktarında da küçük bir artış (%1.50'den %1.70'e) gözlenmiştir. Toplam doymuş yağ asitleri miktarının %33.10'dan %30.70'e ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının %35.30'dan %29.70'e indiği ve toplam tekli doymamış yağ asitleri miktarının ise %28.10'dan %33.40'a yükseldiği belirlenmiştir.

Sun–Waterhouse ve ark. [569], zeytinyağını kafeik asit eşliğinde ko–ekstrüzyon tekniğiyle enkapsüle edip 2 farklı sıcaklıkta (20°C ve 37°C) depolamışlardır. Enkapsülasyon işlemi sonucunda zeytinyağının palmitik asit (C16:0) miktarı %9.44'ten 9.38'e, palmitoleik asit (C16:1) miktarı %0.44'ten %0.43'e, oleik asit (C18:1) miktarı %80.66'dan %80.65'e, linolenik asit (C18:3) miktarı %0.64'ten %0.61'e inerken, stearik asit (C18:0) miktarı %1.72'den %1.74'e, linoleik asit (C18:2) miktarı %6.26'dan %6.28'e ve araşidik asit (C20:0) miktarı %0.33'ten %0.34'e yükselmiştir. Aynı çalışmada, zeytinyağının toplam doymuş yağ asitleri miktarının %11.49'dan %11.46'ya, toplam tekli doymamış yağ asitleri miktarının %81.10'dan %81.07'ye ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının %6.90'dan %6.89'a indiği belirlenmiştir. Sun–Waterhouse ve ark. [569] tarafından bir çoklu doymamış yağ asidi olan linoleik asit (C18:2) ve yine Klaypradit ve Huang [212] tarafından doymamış yağ asitleri olan eikosenoik asit (C20:1) ve araşidonik asit (C20:4) miktarlarında enkapsülasyon sonrası gözlemlenen artışa benzer şekilde, enkapsülasyon işleminin kabak çekirdeği yağında bulunan bazı doymamış yağ asitlerinin (C17:1–margoleik asit, C20:1–eikosenoik asit, C20:4–araşidonik asit gibi) miktarında artışa sebep olduğu çalışmamızda belirlenmiştir.

Zeytinyağının dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edildiği bir araştırmada, palmitik asit (C16:0) miktarının %10.96'dan %10.42'ye, stearik asit

(C18:0) miktarının %3.79'dan %3.59'a, linoleik asit (C18:2) miktarının %4.96'dan %4.76'ya inerken, oleik asit (C18:1) miktarının %77.88'den %78.87'ye yükseldiği belirlenmiştir. Enkapsülasyon işlemi toplam doymuş yağ asitleri miktarının azalmasına (%15.45'den %14.69'a) ve toplam tekli doymamış yağ asitleri (%78.94'den %79.94'e) miktarının artmasına yol açmıştır; fakat toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarında herhangi bir değişim gözlenmemiştir. Araştırmacılar, protein bazlı duvar materyallerinin tekli doymamış yağ asitlerini; karbonhidrat bazlı duvar materyallerinin ise linoleik asit (C18:2) ve çoklu doymamış yağ asitlerini daha etkili şekilde koruduğunu ifade etmişlerdir [108].

Tablo Ek A.2'de görüldüğü üzere, duvar materyali karışımındaki gam arabik miktarı ile kaproik asit (C6:0), kaprik asit (C10:0), laurik asit (C12:0), palmitik asit (C16:0), heptadekanoik asit (C17:0) ve palmitoleik asit (C16:1) arasında istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) pozitif korelasyonlar olduğu anlaşılmaktadır. Toplam çoklu doymamış yağ asitlerinin miktarı ise gam arabik varlığından olumsuz şekilde etkilenmektedir (Tablo Ek A.3). Bu sonuç, Calvo ve ark. [108] tarafından tespit edilen karbonhidrat bazlı bileşenlerin linoleik asit ve toplam çoklu doymamış yağ asitlerini daha iyi koruduğu çıktısı ile örtüşmemektedir. Çalışmamızda duvar materyalini oluşturan bileşenlerin, duvar materyalindeki toplam protein bileşenlerinin ve toplam karbonhidrat bileşenlerinin miktarları ile yağ asitlerinin miktarları arasında anlamlı bir ilişki saptanamamıştır.

#### 4.2.8. Tokoferol Bileşimi

Kabak çekirdeği yağının en önemli bileşenlerinden biri tokoferollerdir. Tokoferollerin esas görevi, oksidasyon reaksiyonlarını inhibe etmektir [570]. Bunun yanı sıra, kolesterol, kardiyovasküler hastalıklar ve kanseri önleyici etkileri de bulunmaktadır [571]. Çalışmada kullanılan soğuk pres kabak çekirdeği yağının ve enkapsüle edilmiş yağların  $\alpha$ -,  $\gamma$ - ve toplam tokoferol miktarları ve enkapsülasyon işlemi sonucunda bu bileşenlerde meydana gelen % değişim Tablo 4.20'de verilmiştir. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağında 91.30 mg/100g  $\alpha$ -, 180.89 mg/100g  $\gamma$ - tokoferol olmak üzere toplam 281.10 mg/100g tokoferol bulunduğu tespit edilmiştir. Bir diğer deyişle, kabak çekirdeği yağının tokoferol içeriğinin yaklaşık %64'ünü  $\gamma$ - tokoferol izomeri meydana getirmektedir.

Ardabili ve ark. [6], İran'da yetiştirilen *Cucurbita pepo* subsp. *pepo* var. *Styriaca* cinsi kabaktan elde edilen çekirdek yağının 882.62 mg/kg  $\alpha$ -tokoferol içerdiğini tespit etmiştir. Makedonya'da yürütülen bir araştırmada, *Cucurbita pepo* türü kabaktan elde edilen çekirdek yağında 38.59 mg/kg  $\alpha$ -tokoferol ve 115.20 mg/kg  $\gamma$ -tokoferol bulunduğu görülmüştür [564]. Jeznach ve ark. [572], Litvanya'da yetiştirilen beş farklı kabaktan elde edilen çekirdek yağlarının 106.80–150.5  $\mu$ g/g arası  $\alpha$ -tokoferol, 144.70–214.20  $\mu$ g/g arası  $\beta$ -tokoferol, 272.90–356.50  $\mu$ g/g arası  $\gamma$ -tokoferol ve 2.60–3.90  $\mu$ g/g arası  $\delta$ -tokoferol içerdiğini belirlemişlerdir. Tunus'ta yetiştirilen yerel bir kabak çeşidinden elde edilen kabak çekirdeği yağında  $\alpha$ -tokoferol miktarının 128 mg/100g,  $\gamma$ -tokoferol miktarının 113.66 mg/100g ve  $\delta$ -tokoferol miktarının 177 mg/100g olduğu tespit edilmiştir [573]. Rabrenović ve ark. [42], 6 farklı soğuk pres kabak çekirdeği yağında yaptıkları incelemede, yağların 2.55–5.20 mg/100g arası  $\alpha$ -tokoferol, 3.39–10.44 mg/100g arası  $\delta$ -tokoferol ve 29.92–53.60 mg/100g arası ( $\beta$ + $\gamma$ )-tokoferol içerdiklerini ortaya çıkarmışlardır. Slovenya ve Avusturya'da ticari olarak satılan 12 farklı kabak çekirdeği yağı ile gerçekleştirilen bir çalışmada, yağların ( $\alpha$ + $\gamma$ )-tokoferol miktarlarının 181–875 mg/kg arasında değişim gösterdiği belirtilmiştir [54]. Polonya'da yetiştirilen *Cucurbita pepo* türüne ait 6 farklı kabaktan elde edilen çekirdek yağlarında 0.97–6.52 mg/100g  $\alpha$ -tokoferol, 0.17–1.29 mg/100g  $\beta$ -tokoferol, 2.17–33.80 mg/100g  $\gamma$ -tokoferol ve 1.44–6.73 mg/100g  $\delta$ -tokoferol bulunduğu tespit edilmiştir [565]. Hırvatistan'da satılan iki farklı markaya ait soğuk pres kabak çekirdeği yağlarının incelendiği çalışma sonunda, Broznić ve ark. [574], yağlarda  $\alpha$ -tokoferol miktarının 10.10–11.50 mg/kg,  $\gamma$ -tokoferol miktarının 251–332.90 mg/kg ve  $\delta$ -tokoferol miktarının 2.20–2.30 mg/kg arasında değiştiğini ifade etmişlerdir. Rafinasyonun kabak çekirdeği yağının bileşenleri üzerine etkisini araştıran Tsaknis ve ark. [575] ise, yağda sadece 126 mg/kg  $\alpha$ -tokoferol tespit ettiklerini ve bu miktarın da rafinasyon işlemi sonucunda azaldığını (78 mg/kg) belirtmişlerdir. Bu çalışmalardan farklı olarak, Butinar ve ark. [576], kabak çekirdeği yağında  $\alpha$ -tokomonoenol (4.40–17.60  $\mu$ g/g),  $\gamma$ -tokomonoenol (32–118.70  $\mu$ g/g) ve  $\gamma$ -tokotrienol (1.60–6.90  $\mu$ g/g) izomerlerini de teşhis etmişlerdir.

Literatürdeki çalışmaların sonuçları ile kıyaslandığında, çalışmamızda kullanılan kabak çekirdeği yağının oldukça yüksek miktarda  $\alpha$ - ve  $\gamma$ -tokoferol içerdiği belirlenmiştir; fakat bazı çalışmaların aksine, kabak çekirdeği yağında  $\beta$ - ve  $\delta$ -tokoferol izomerleri tespit edilememiştir. Elde edilen sonuçlar, sadece Rezig ve ark.

[573] tarafından Tunus'ta gerçekleştirilen bir çalışmanın sonuçları ( $\alpha$ -tokoferol=128 mg/100g,  $\gamma$ -tokoferol=113.66 mg/100g,  $\delta$ -tokoferol=177 mg/100g) ile paralellik göstermektedir. Ancak, Konya'da yerel bir üreticiden temin edilen kabak çekirdeğinin, yağ eldesine yönelik geliştirilen özel bir çeşit olduğu ve ayrıca, tarımsal ürünlerin kimyasal bileşimi üzerine çevresel etkenler ve gübreleme gibi işlemlerin de etkisinin büyük olduğu göz önünde bulundurulursa, literatür ile çalışma sonuçları arasında farklılıkların olması olağan karşılanmıştır.

Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağında 91.30 mg/100g  $\alpha$ -tokoferol bulunurken, enkapsülasyon işlemi bu bileşende %1.68–13.52 oranında bir kaybın meydana gelmesine yol açmıştır. Enkapsülasyon işleminin, kabak çekirdeği yağının  $\alpha$ -tokoferol içeriği üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) bulunmuştur. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının  $\gamma$ -tokoferol miktarı 180.89 mg/100 g iken, mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yağların  $\gamma$ -tokoferol miktarları 134.88–157.42 mg/100g arasında değişim göstermiştir (Tablo 4.20). Deneme-18 dışındaki tüm çeşitlerde  $\gamma$ -tokoferol içeriğinde gözlemlenen azalmanın, istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) olduğu görülmüştür. Ancak, duvar materyallerinin bileşimi, bu azalma üzerine ayırt edici bir etki göstermemiştir. Enkapsüle edilmemiş yağda 281.10 mg/100g toplam tokoferol bulunuyorken, enkapsülasyon işlemi toplam tokoferollerin %13.18–22.36 oranında kayba uğramasına yol açmıştır. Deneme-9 ve Deneme-18 dışındaki tüm denemelerin toplam tokoferol miktarlarında meydana gelen azalma, istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) bulunmuştur. Enkapsülasyon sonrasında meydana gelen %değişimler göz önünde bulundurulduğundaki  $\gamma$ -tokoferole kıyasla,  $\alpha$ -tokoferolün, enkapsülasyon işleminden daha az zarar gördüğü anlaşılmaktadır. Bu sonuca paralel olarak, Farias ve ark. [577] da duvar materyali olarak maltodekstrin (DE20)+jelatini kullanarak dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle ettikleri  $\alpha$ -tokoferolün miktarında hemen hemen hiç değişim meydana gelmediğini belirlemişlerdir. Farklı izomerlerin enkapsülasyon işleminden farklı şekilde etkilenmelerinin sebebi, kimyasal yapılarından dolayı her bir izomerin, enkapsülasyon işlemine karşı hassasiyetinin farklı olmasıdır [578].

**Tablo 4.20** Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının  $\alpha$ -tokoferol,  $\gamma$ -tokoferol ve toplam tokoferol içerikleri ve enkapsülasyon sonucu bunlarda meydana gelen değişim miktarları

| Deneme      | $\alpha$ -tokoferol<br>(mg/100g) | %Değişim* | $\gamma$ -tokoferol<br>(mg/100g) | %Değişim* | $\Sigma$ tokoferol<br>(mg/100g) | %Değişim* |
|-------------|----------------------------------|-----------|----------------------------------|-----------|---------------------------------|-----------|
| KCY         | 91.30 $\pm$ 5.91 <sup>a</sup>    | -         | 180.89 $\pm$ 6.50 <sup>a</sup>   | -         | 281.10 $\pm$ 0.59 <sup>a</sup>  | -         |
| Deneme – 1  | 81.93 $\pm$ 4.40 <sup>bc</sup>   | -10.26    | 139.11 $\pm$ 18.99 <sup>b</sup>  | -23.10    | 221.04 $\pm$ 23.39 <sup>b</sup> | -21.37    |
| Deneme – 2  | 84.86 $\pm$ 5.41 <sup>abc</sup>  | -7.05     | 136.32 $\pm$ 27.89 <sup>b</sup>  | -24.64    | 221.18 $\pm$ 33.31 <sup>b</sup> | -21.32    |
| Deneme – 3  | 78.96 $\pm$ 3.58 <sup>c</sup>    | -13.52    | 145.59 $\pm$ 15.66 <sup>b</sup>  | -19.51    | 224.54 $\pm$ 19.24 <sup>b</sup> | -20.12    |
| Deneme – 4  | 82.32 $\pm$ 2.59 <sup>bc</sup>   | -9.84     | 147.49 $\pm$ 13.09 <sup>b</sup>  | -18.46    | 229.81 $\pm$ 15.68 <sup>b</sup> | -18.25    |
| Deneme – 5  | 83.07 $\pm$ 0.56 <sup>abc</sup>  | -9.01     | 149.11 $\pm$ 8.49 <sup>b</sup>   | -17.57    | 232.17 $\pm$ 9.04 <sup>b</sup>  | -17.41    |
| Deneme – 6  | 83.38 $\pm$ 2.41 <sup>abc</sup>  | -8.67     | 134.88 $\pm$ 12.51 <sup>b</sup>  | -25.44    | 218.26 $\pm$ 14.92 <sup>b</sup> | -22.36    |
| Deneme – 7  | 86.60 $\pm$ 1.25 <sup>abc</sup>  | -5.15     | 146.97 $\pm$ 8.23 <sup>b</sup>   | -18.75    | 233.57 $\pm$ 9.47 <sup>b</sup>  | -16.91    |
| Deneme – 8  | 86.79 $\pm$ 1.66 <sup>abc</sup>  | -4.94     | 146.31 $\pm$ 3.40 <sup>b</sup>   | -19.12    | 233.10 $\pm$ 1.74 <sup>b</sup>  | -17.08    |
| Deneme – 9  | 88.25 $\pm$ 3.98 <sup>ab</sup>   | -3.34     | 150.46 $\pm$ 5.00 <sup>b</sup>   | -16.82    | 238.70 $\pm$ 8.98 <sup>ab</sup> | -15.08    |
| Deneme – 10 | 83.73 $\pm$ 2.29 <sup>abc</sup>  | -8.29     | 140.18 $\pm$ 10.76 <sup>b</sup>  | -22.51    | 223.91 $\pm$ 13.06 <sup>b</sup> | -20.35    |
| Deneme – 11 | 86.05 $\pm$ 3.52 <sup>abc</sup>  | -5.75     | 142.90 $\pm$ 4.17 <sup>b</sup>   | -21.00    | 228.95 $\pm$ 7.70 <sup>b</sup>  | -18.55    |
| Deneme – 12 | 87.99 $\pm$ 2.36 <sup>ab</sup>   | -3.63     | 136.35 $\pm$ 12.27 <sup>b</sup>  | -24.62    | 224.34 $\pm$ 14.63 <sup>b</sup> | -20.19    |
| Deneme – 13 | 86.50 $\pm$ 1.28 <sup>abc</sup>  | -5.26     | 152.38 $\pm$ 5.14 <sup>b</sup>   | -15.76    | 238.88 $\pm$ 6.41 <sup>b</sup>  | -15.02    |
| Deneme – 14 | 88.56 $\pm$ 0.10 <sup>ab</sup>   | -3.00     | 150.16 $\pm$ 5.93 <sup>b</sup>   | -16.99    | 238.72 $\pm$ 5.83 <sup>b</sup>  | -15.08    |
| Deneme – 15 | 87.96 $\pm$ 1.27 <sup>ab</sup>   | -3.66     | 141.30 $\pm$ 7.29 <sup>b</sup>   | -21.89    | 229.26 $\pm$ 8.57 <sup>b</sup>  | -18.44    |
| Deneme – 16 | 89.77 $\pm$ 2.70 <sup>ab</sup>   | -1.68     | 141.04 $\pm$ 4.35 <sup>b</sup>   | -22.03    | 230.81 $\pm$ 7.05 <sup>b</sup>  | -17.89    |
| Deneme – 17 | 88.85 $\pm$ 3.01 <sup>ab</sup>   | -2.68     | 142.38 $\pm$ 12.40 <sup>b</sup>  | -21.29    | 228.73 $\pm$ 15.41 <sup>b</sup> | -18.63    |
| Deneme – 18 | 86.62 $\pm$ 2.26 <sup>abc</sup>  | -5.13     | 157.42 $\pm$ 1.35 <sup>ab</sup>  | -12.97    | 244.05 $\pm$ 0.91 <sup>ab</sup> | -13.18    |

KCY: kabak çekirdeği yağı

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

\* Enkapsülasyon sonunda miktarda meydana gelen % değişim, azalma şeklinde ise verinin önüne (-) işareti koyulmuştur.

Kabak çekirdeği yağının hem püskürterek hem de dondurarak kurutma teknikleriyle (duvar materyali kombinasyonu= %15.90 maltodekstrin+%3.90 PAS proteini+%0.50 guar gam) enkapsüle edildiği bir çalışmada, püskürtmeli kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin  $\alpha$ -tokoferol içeriklerinde %56.30–59.60, ( $\gamma$ + $\delta$ )-tokoferol miktarlarında %55.30–68.70, toplam tokoferol miktarlarında ise %55.10–66.90 oranında azalmanın meydana geldiği belirlenmiştir. Diğer yandan, dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen mikrokapsüllerin  $\alpha$ -tokoferol miktarında %71.20, ( $\gamma$ + $\delta$ )-tokoferol miktarında %69.80 ve toplam tokoferol içeriğinde %70 oranında kayıp olduğu tespit edilmiştir. Araştırmacılar, dondurarak kurutma yönteminde gözlemlenen yüksek kaybın, dondurarak kurutma süresince örneklerin hava ile çok uzun süre (72 saat) temas etmesi ile ilişkili olabileceğini ileri sürmüşlerdir [536]. Ogradowska ve ark. [536] tarafından gerçekleştirilen bu araştırmanın sonuçları ile kıyaslandığında, çalışmamızda enkapsülasyon işlemi sonucu tokoferol miktarlarında meydana gelen kayıp ( $\alpha$ -tokoferolde %1.68–13.52;  $\gamma$ -tokoferolde %12.97–25.44; toplam tokoferolde %13.18–22.36) çok daha azdır. İki çalışmanın sonuçları arasında görülen büyük farkın olası sebepleri, duvar materyali olarak kullanılan kombinasyonların farklı olması, aktif bileşen:duvar materyali oranının farklı olması (Ogradowska ve ark. [536] tarafından yapılan çalışmada %10.60 yağ + %19.80 duvar materyali) ya da kurutma işlemi sonrasında yapılan öğütme esnasında, mikrokapsüllerin yüzeyinde meydana gelen kırılma ve gözeneklerin farklı olması olarak yorumlanabilir.

Zeytinyağının dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edildiği bir çalışmada, bir deneme dışında tüm mikrokapsüllerin  $\alpha$ -,  $\beta$ - ve toplam tokoferol miktarlarında azalma meydana gelmiştir. Enkapsülasyon sonucunda, zeytinyağının  $\gamma$ -tokoferol içeriğinde ise artış gözlemlenmiştir. Aynı araştırmacılar, tokoferollerin korunması konusunda, protein bazlı bileşenlerden (sodyum kazeinat+maltodekstrin) oluşan duvar materyalinin, karbonhidrat bazlı bileşenlerden (karboksimetilselüloz+maltodekstrin) meydana gelen duvar materyalinden daha etkili olduğunu belirtmişlerdir [108]. Yine dondurarak kurutma tekniğinin kullanıldığı başka bir enkapsülasyon çalışmasında, ceviz yağının  $\alpha$ -tokoferol miktarının enkapsülasyon işleminden ve duvar materyallerinin bileşiminden etkilenmediği görülmüştür. Diğer yandan,  $\gamma$ - ve toplam tokoferol içeriklerinde azalma,  $\delta$ -tokoferol miktarında ise artış meydana gelmiştir. Protein bazlı duvar bileşenlerinin kullanıldığı mikrokapsüllerde enkapsülasyon verimi, karbonhidrat bazlı duvar materyalleri ile oluşturulan

mikrokapsüllerden daha düşük olmasına rağmen,  $\alpha$ - ve  $\delta$ -tokoferol izomerlerinin korunması üzerine daha etkili oldukları anlaşılmıştır [111]. Çalışmamızda da duvar materyalini oluşturan bileşenler ve tokoferol miktarları arasındaki ilişki incelenmiş, ancak anlamlı bir ilişki tespit edilememiştir (Tablo Ek A.3).

#### 4.2.9. Toplam Fenolik Madde İçeriği

Fenolik bileşikler, bitkilerdeki ikincil metabolitlerin temel gruplarından biridir [579]. Gıdaların renk ve aroma özelliklerinin oluşmasına katkıda bulunmaktadır. Ayrıca, sahip oldukları yüksek antioksidan aktivite ve katarakt, diyabet, kanser ve kardiyovasküler hastalıklar gibi kronik rahatsızlıkları önleyici etkileri sebebiyle son yıllarda oldukça dikkat çekmeyi başarmışlardır [580]. Enkapsülasyon işleminden önce kabak çekirdeği yağının toplam fenolik madde miktarının 13.25 mg GAE/100g olduğu belirlenmiştir (Tablo 4.21). Kulaitiené ve ark. [567], soğuk pres kabak çekirdeği yağlarının toplam fenolik madde içeriğinin 3.70–6.06 mg GAE/100g arasında değişim gösterdiğini tespit etmişlerdir. Ardabili ve ark. [6], İran’da gerçekleştirdikleri araştırmada, kabak çekirdeği yağının toplam fenolik madde içeriğinin 6.63 mg GAE/100g olduğunu belirlemişlerdir. Polonya’da yetiştirilen *Cucurbita pepo* cinsi kabaklardan elde edilen çekirdek yağlarında 34.30–113 mg GAE/100g arası toplam fenolik madde bulunduğu ifade edilmiştir. Aynı çalışmada, kabak çekirdeği yağında tanımlanabilen fenolik bileşiklerin kafeik asit, *p*-kumarik asit, *p*-hidroksibenzoik asit, vanilik asit, sinapik asit ve dihidroksibenzoik asit olduğu da bildirilmiştir [565]. Andjelkovic ve ark. [581] ise kabak çekirdeği yağında tiroso, vanilin, ferulik asit ve luteolinin de bulunduğunu tespit etmişlerdir. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde, genetik ve çevresel faktörlere bağlı olarak kabak çekirdeği yağının toplam fenolik madde içeriğinin oldukça geniş bir aralıkta değişim gösterdiği anlaşılmaktadır. Bu çalışmada bulunan toplam fenolik madde miktarının, diğer çalışmalarda elde edilen sonuçlar ile yakın olduğu görülmektedir.

**Tablo 4.21** Enkapsüle edilmemiş ve enkapsüle edilmiş kabak çekirdeği yağlarının toplam fenolik madde içerikleri

| Formülasyon Adı | Toplam fenolik madde (mg GAE/100 g) | %Değişim* |
|-----------------|-------------------------------------|-----------|
| KCY             | 13.25 ± 0.44 <sup>a</sup>           | -         |
| Deneme – 1      | 11.05 ± 0.70 <sup>b</sup>           | -16.60    |
| Deneme – 2      | 11.20 ± 0.45 <sup>b</sup>           | -15.47    |
| Deneme – 3      | 10.44 ± 0.22 <sup>b</sup>           | -21.21    |
| Deneme – 4      | 10.31 ± 0.44 <sup>b</sup>           | -22.19    |
| Deneme – 5      | 10.11 ± 0.29 <sup>b</sup>           | -23.70    |
| Deneme – 6      | 10.05 ± 0.22 <sup>b</sup>           | -24.15    |
| Deneme – 7      | 10.32 ± 0.44 <sup>b</sup>           | -22.11    |
| Deneme – 8      | 10.51 ± 0.62 <sup>b</sup>           | -20.68    |
| Deneme – 9      | 10.07 ± 0.22 <sup>b</sup>           | -24.00    |
| Deneme – 10     | 10.54 ± 0.27 <sup>b</sup>           | -20.45    |
| Deneme – 11     | 10.09 ± 0.70 <sup>b</sup>           | -23.85    |
| Deneme – 12     | 10.96 ± 0.18 <sup>b</sup>           | -17.28    |
| Deneme – 13     | 10.72 ± 0.43 <sup>b</sup>           | -19.09    |
| Deneme – 14     | 10.12 ± 0.73 <sup>b</sup>           | -23.62    |
| Deneme – 15     | 11.02 ± 0.65 <sup>b</sup>           | -16.83    |
| Deneme – 16     | 10.55 ± 0.73 <sup>b</sup>           | -20.38    |
| Deneme – 17     | 10.06 ± 1.59 <sup>b</sup>           | -24.08    |
| Deneme – 18     | 10.11 ± 0.19 <sup>b</sup>           | -23.70    |

KCY: kabak çekirdeği yağı

GAE: Gallik asit eşdeğeri

Aynı sütun içerisinde farklı üstel harfe sahip değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

\* Enkapsülasyon sonunda miktarda meydana gelen % değişim, azalma şeklinde ise verinin önüne (-) işareti koyulmuştur.

Tablo 4.21’de görüldüğü gibi, enkapsülasyon işlemi, kabak çekirdeği yağının toplam fenolik madde miktarında azalmaya yol açmıştır ve bu azalma, istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.05$ ). Meydana gelen azalma %15.47–24.15 arasında değişim göstermiştir. Duvar materyali bileşiminin, toplam fenolik madde içeriğinde meydana gelen azalma üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli değildir ( $p>0.05$ ).

Zeytinyağının ko–ekstrüzyon tekniği ile enkapsüle edildiği bir çalışmada, antioksidan olarak kafeik asidin ilave edilmediği grubun toplam fenolik madde içeriğinde enkapsülasyon sonrası azalma meydana geldiği belirlenmiştir [569]. Başka bir çalışmada, kenaf (*Hibiscus cannabinus*) tohumu yağının ko–ekstrüzyon tekniğiyle enkapsüle edilmesine bağlı olarak toplam fenolik madde miktarının 4.70 mg GAE/100g’dan 2.20 mg GAE/100g’a düştüğü görülmüştür [582]. Benzer şekilde, çörekotu yağının püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilmesi sonucu toplam fenolik

madde içeriğinin 161.96 mg GAE/100g'dan 158.49 mg GAE/100g'a düştüğü ve 65°C'de 24 gün depolama sonunda enkapsüle edilmeyen yağın toplam fenolik madde miktarının 109.90 mg GAE/100g, enkapsüle edilen yağın ise 142.01 mg GAE/100g olduğu tespit edilmiştir [583]. Zungur ve ark. [584], püskürtmeli kurutma yöntemiyle elde ettikleri zeytinyağı mikrokapsüllerinin kalite özellikleri üzerine 25°C sıcaklıkta depolamanın etkisini incelemişlerdir. Depolama başlangıcında mikrokapsüllerin 106.69 ppm kafeik asit eşdeğeri olan toplam fenolik madde miktarının 180 gün sonunda 59.13 ppm kafeik asit eşdeğerine indiğini belirtmişlerdir. Bu çalışmada ve çalışmamızda elde edilen sonuçların aksine, karanfil esansiyel yağının hidroksipropil-β-siklodekstrin ile inklüzyon kompleks oluşturması yoluyla enkapsüle edildiği bir çalışmada, toplam fenolik madde içeriğinin 18.59 mg GAE/100g'dan 22.57 mg GAE/100g'a yükseldiği belirtilmiştir. Bunun da, enkapsülasyon sonucu karanfil yağının suda çözünürlüğünün artmasına bağlı olarak antioksidan aktivitenin yükselmesi ve böylece fenolik bileşenlerin daha iyi şekilde korunması ile ilişkili olduğu öne sürülmüştür [585]. Tablo Ek A.3'de, duvar materyalini oluşturan bileşenlerin miktarı ile toplam fenolik madde içerikleri arasındaki ilişkiye ait Pearson katsayıları verilmiştir. Duvar materyalini oluşturan her bir bileşen ve karbonhidratlı bileşenler (maltodekstrin ve gam arabik) toplamı ile toplam fenolik madde miktarı arasında anlamlı bir ilişki saptanamamıştır.

#### **4.3. Depolamanın Mikrokapsüllerin Kalite Özellikleri Üzerine Etkisi**

##### **4.3.1. Nem İçeriği**

Sıcaklıkla birlikte nem, kurutulmuş ürünlerin raf ömrünü etkileyen en önemli faktördür [259]. Gıda endüstrisinde birçok kuru ürün için kabul edilebilir maksimum nem içeriği %3–4 arasındadır [586]. Gıdanın kimyasal stabilitesi üzerine suyun etkisi, çok boyutlu düşünülmesi gereken ve tepkimenin türüne ve sistemin fiziksel özelliklerine bağlı bir durumdur. Bu yüzden, özellikle nem içeriği düşük ürünlerde suyun, kimyasal tepkimeleri nasıl etkilediği ile ilgili tek taraflı bir açıklama yapmak halen mümkün değildir [587]. Diğer yandan, nem miktarı toz ürünün akabilirlik ve ıslanabilirlik özelliklerini de etkilemektedir [518]. Mikrokapsüllerin nem içeriğinde 12 haftalık depolama süresince meydana gelen değişim Tablo 4.22'de verilmiştir. Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin nem içeriği depolamanın başlangıcında %2.65–3.72 arasındadır. Mikrokapsüllerin

nem içeriği ile PAS proteininin miktarı arasında pozitif bir ilişki olduğu görülmüştür (Pearson  $r=0.27443$ ;  $p=0.0009$ ). Literatürde, mikrokapsüllerin nem içeriğinin, duvar materyalini oluşturan bileşenlerin çeşidi tarafından etkilendiğini ortaya koyan benzer çalışmalar yer almaktadır. Örneğin; püskürtmeli kurutucu ya da liyofilizatör kullanılarak elde edilen kakule yağı mikrokapsüllerinin yağsız süt tozu içermesi durumunda sahip olduğu nemin (%1.39–3.17), modifiye nişasta içermesi durumunda sahip olduğu nemden (%1.25–3.09) daha yüksek olduğu bildirilmiştir [379]. Benzer bir sonuç, *Moringa oleifera* yağını maltodekstrin+PAS proteini ya da maltodekstrin+gam arabik ile enkapsüle eden Premi ve Sharma [529] tarafından da elde edilmiştir. Bu sonucun, amorf durumda proteinlerin su tutma kapasitesinin fazla olması ile ilişkili olabileceği ve bu yüzden, formülasyonda PAS proteinin artmasıyla mikrokapsüllerin nem içeriğinin de arttığı ifade edilmiştir [529]. Premi ve Sharma (2017)'nın aksine Calvo ve ark. [111], dondurarak kurutma metoduyla, protein bazlı duvar materyali ile enkapsüle ettikleri ceviz yağı mikrokapsüllerin nem içeriğinin %0.99 ve karbonhidrat bazlı duvar materyalinin kullanıldığı mikrokapsüllerin nem içeriğinin %3.68 olduğunu bildirmiştir.

PAS proteinin mikrokapsüllerin nem içeriğinde yarattığı etkinin aksine, formülasyondaki gam arabik miktarı ile mikrokapsüllerin nem içeriği arasında negatif bir korelasyon olduğu görülmüştür (Pearson  $r=-0.29698$ ;  $p=0.0003$ ). Gam arabik gibi hidrokolloidler, suyu hidrojen bağı ile bağlayarak difüzyonunu azaltmaktadırlar. Bu özellikleri sebebiyle gıdaların nemini azaltmak için gıdalara ilave edilebilmektedirler [588]. Khazaei ve ark. [138] da antosiyanin enkapsülasyonu amacıyla yürüttükleri çalışma sonucunda, duvar materyalinde gam arabik miktarının artmasına bağlı olarak mikrokapsüllerin nem içeriğinde azalmanın meydana geldiğini belirlemişlerdir.

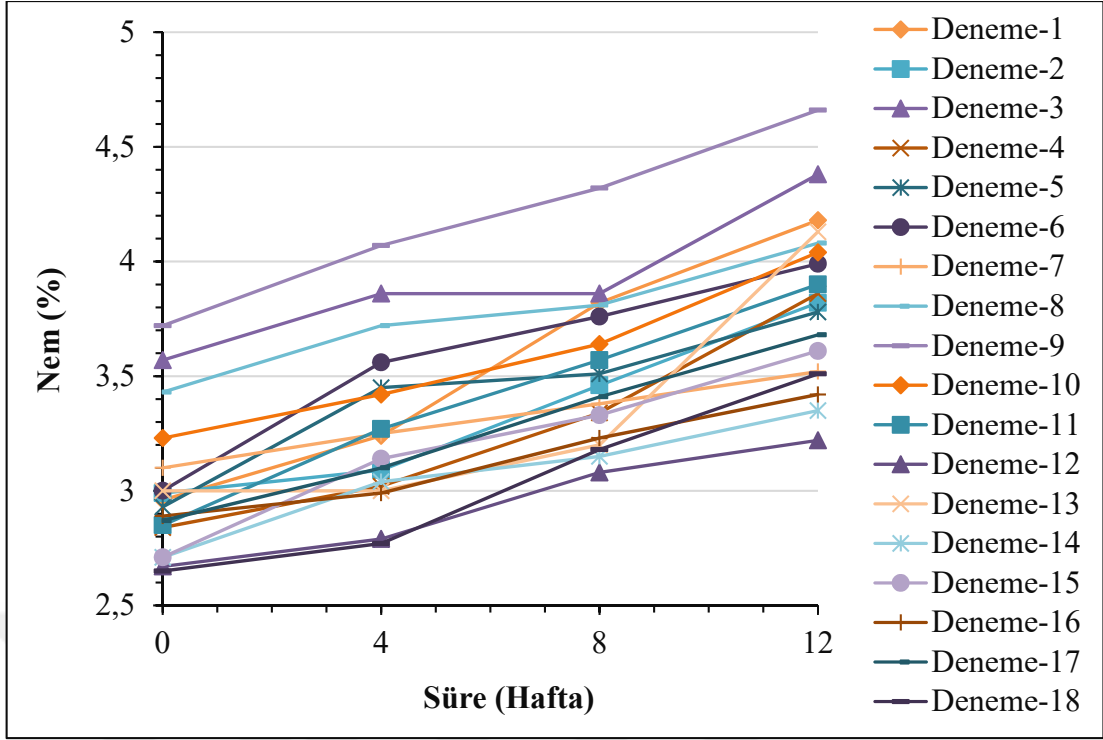
Kabak çekirdeği yağının enkapsüle edildiği bir çalışmada, püskürtmeli kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin nem içeriğinin %3.10–4.14 arasında değişim gösterdiği ve liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin nem içeriğinin %2.40 olduğu belirlenmiştir [536]. Dondurarak kurutma tekniğiyle elde edilen balık yağı mikrokapsüllerinin %2.89 ve %3.02 oranında nem içerdiği bildirilmiştir [212]. Quispe–Condori ve ark. [259], aynı formülasyonu kullanarak püskürtmeli kurutucuda üretilen keten tohumu yağı mikrokapsüllerinin nem içeriğinin %3.49 ve %5.06; liyofilizatörde elde ettikleri mikrokapsüllerin nem içeriğinin ise %4.94 ve %5.33

olduğunu belirtmişlerdir. Yine farklı kurutma yöntemlerinin etkilerinin incelendiği başka bir çalışmada, liyofilizatörde üretilen mikrokapsüllerin nem içeriğinin %2.70–3.23; püskürtmeli kurutucuda üretilen mikrokapsüllerin %2.23–3.01 ve sprey granülasyon kurutma ile üretilenlerin ise %2.29–6.59 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir [22]. Çalışmamızda liyofilizatör kullanarak elde edilen mikrokapsüllerin depolama başlangıcında sahip oldukları nem içeriklerinin, liyofilizatörde gerçekleştirilen diğer enkapsülasyon çalışmalarında elde edilen mikrokapsüllerin nem içeriklerine yakın değerlerde olduğu anlaşılmaktadır.

Kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin nem içeriği depolamanın başlangıcında %2.65–3.72, 4.haftada %2.77–4.07, 8.haftada %3.15–4.32 ve 12.hafta sonunda %3.22–4.66 arasında değişim göstermiştir. Mikrokapsüllerin nem içeriği değerleri istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, modelin önemsiz ( $p>0.05$ ) olduğu belirlenmiştir (Tablo Ek B.45). Bu yüzden, mikrokapsüllerin nem içeriği üzerine her bir faktörün (depolama süresi ve çeşit) etkisi ve faktörler arasındaki etkileşimin etkisi istatistiksel olarak irdelenememiştir. Depolamanın başlangıcında mikrokapsüllerin ortalama nem içeriği %3 iken, 12 haftalık depolama sonunda %3.84'e yükselmiştir.

**Tablo 4.22** Mikrokapsüllerin depolama süresi boyunca nem içerikleri (%)

| Deneme      | 0.Hafta     | 4.Hafta     | 8.Hafta     | 12.Hafta    |
|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Deneme – 1  | 2.96 ± 0.44 | 3.24 ± 0.45 | 3.82 ± 0.29 | 4.18 ± 0.41 |
| Deneme – 2  | 2.99 ± 0.53 | 3.09 ± 0.50 | 3.46 ± 0.23 | 3.82 ± 0.14 |
| Deneme – 3  | 3.57 ± 0.62 | 3.86 ± 0.51 | 3.86 ± 0.73 | 4.38 ± 0.52 |
| Deneme – 4  | 2.84 ± 0.50 | 3.02 ± 0.37 | 3.34 ± 0.53 | 3.86 ± 0.41 |
| Deneme – 5  | 2.93 ± 0.53 | 3.45 ± 0.49 | 3.51 ± 0.36 | 3.78 ± 0.25 |
| Deneme – 6  | 3.00 ± 0.64 | 3.56 ± 0.21 | 3.76 ± 0.31 | 3.99 ± 0.37 |
| Deneme – 7  | 3.10 ± 0.26 | 3.25 ± 0.26 | 3.38 ± 0.28 | 3.52 ± 0.25 |
| Deneme – 8  | 3.43 ± 1.03 | 3.72 ± 0.80 | 3.81 ± 0.81 | 4.08 ± 0.58 |
| Deneme – 9  | 3.72 ± 1.42 | 4.07 ± 1.19 | 4.32 ± 0.96 | 4.66 ± 0.95 |
| Deneme – 10 | 3.23 ± 0.81 | 3.42 ± 0.78 | 3.64 ± 0.60 | 4.04 ± 0.33 |
| Deneme – 11 | 2.85 ± 0.85 | 3.27 ± 0.82 | 3.57 ± 0.68 | 3.90 ± 0.60 |
| Deneme – 12 | 2.67 ± 0.48 | 2.79 ± 0.39 | 3.08 ± 0.24 | 3.22 ± 0.32 |
| Deneme – 13 | 3.00 ± 0.63 | 3.00 ± 0.63 | 3.20 ± 0.44 | 4.13 ± 0.67 |
| Deneme – 14 | 2.71 ± 0.25 | 3.04 ± 0.30 | 3.15 ± 0.34 | 3.35 ± 0.18 |
| Deneme – 15 | 2.71 ± 0.53 | 3.14 ± 0.38 | 3.33 ± 0.25 | 3.61 ± 0.08 |
| Deneme – 16 | 2.89 ± 0.65 | 2.99 ± 0.60 | 3.23 ± 0.46 | 3.42 ± 0.55 |
| Deneme – 17 | 2.87 ± 0.70 | 3.10 ± 0.63 | 3.41 ± 0.33 | 3.68 ± 0.47 |
| Deneme – 18 | 2.65 ± 0.62 | 2.77 ± 0.53 | 3.18 ± 0.41 | 3.51 ± 0.12 |



**Şekil 4.14** Mikrokapsüllerin nem içeriklerinin depolama süresine bağlı değişimi

Koç ve ark. [589], laktoz+sakkaroz+jelatin ve pullulan+sakkaroz+jelatin karışımlarıyla liyofilizatör kullanarak elde ettikleri balık yağı mikrokapsüllerinin nem içeriğinin 15.gün sonunda artış göstermeye başladığını ve 45.gün sonunda %2.5'a ulaştığını belirlemişlerdir. Balık yağının püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edildiği çalışmada, mikrokapsüller farklı nispi nem ve sıcaklıklarda 18 gün depolanmışlardır. Başlangıçta %1.49 olan nem değeri, 18 gün sonunda 20°C sıcaklık ve %11 nispi nemde %1.28'e; %33 nispi nemde %2.38'e ve %54 nispi nemde %4.97'ye yükselmiştir [258].

Kuru ürünlerin depolanması süresince nem içeriklerinde değişimler meydana gelmektedir. Bu çalışmada elde edilen kabak çekirdeği mikrokapsüllerinin depolama boyunca nem miktarları %13.55–41.22 oranında artmıştır. Gıda ürünlerinin depolanması sırasında gözlemlenen nem artışı miktarının, birtakım faktörlere bağlı olarak değişim gösterdiği bilinmektedir. Bunlar, depolama sıcaklığı, nispi nem, ürünün sorpsiyon özellikleri, ürünün su aktivitesi ve ürünün su buharı geçirgenliğidir [590]. Çalışmamızda duvar materyalini oluşturan bileşenlerin miktarı ile mikrokapsüllerin nem miktarında meydana gelen artış arasında doğrudan anlamlı bir ilişki tespit edilememiştir. Ancak, ürünün sorpsiyon özellikleri, ürünü meydana getiren

bileşenlerden etkilenmektedir. Bu yüzden, depolama süresince meydana gelen nem artışının miktarı üzerine, mikrokapsüllerin su aktivitesi değerlerinin ve duvar materyalini oluşturan bileşenlerin oranlarının birlikte etki ettiği düşünülmektedir.

#### 4.3.2. Su Aktivitesi

Kurutma, gıda ürünlerinin stabilitesini artırmak için yaygın şekilde kullanılan bir yöntemdir. Birçok tepkimenin hızı, nem miktarındaki azalmaya bağlı olarak düşmektedir. Ancak, gıda oksidasyona karşı hassas ise, su aktivitesinin tek tabaka su içeriğinin altına inmesi durumunda oksidasyon hızı artmaktadır [591]. Gıdalarda suyun, lipit oksidasyonuna karşı koruyucu etkisinin iki şekilde olduğu düşünülmektedir: metal katalistleri su ile bağlayarak etkilerini azaltmak ve peroksitleri hidrojen bağı ile bağlayarak zincir tepkimesini yavaşlatmak [592]. Su aktivitesinin çok düşük olması durumunda ( $a_w < 0.2$ ) su, metal iyonlarının çevresinde bir tabaka oluşturmadığı için bu iyonlar, serbest radikal oluşumuna sebep olmaktadır ve böylece oksidasyon hızlanmaktadır [588]. Su aktivitesinin yüksek olması durumunda ise katalistlerin çözünürlüğü artmakta, sistemin viskozitesi azalmakta ve böylece polimerlerin ve katalistlerin sistem içerisinde hareketliliği artmaktadır ki bu da oksidasyonu hızlandırmaktadır [593]. Ancak, tek tabaka nem içeriğine yakın bir noktadaki  $a_w$  değerinde oksidasyon hızı en aza inmektedir [594]. Geçiş metallerinin katalitik etkisindeki azalma, tekli oksijen ve serbest radikallerin yok edilmesi ve/veya hidroperoksit parçalanmasının gecikmesinden dolayı kurutulmuş birçok gıda ürünü için genellikle su aktivitesinin 0.2–0.3 olduğu aralıklarda lipit oksidasyonu hızı en düşüktür [595].

Mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, modelin önemsiz ( $p > 0.05$ ) olduğu belirlenmiştir (Tablo Ek B.46). Bu yüzden, mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri üzerine her bir faktörün (depolama süresi ve çeşit) etkisi ve faktörler arasındaki etkileşimin etkisi istatistiksel olarak irdelenememiştir. Mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri depolamanın başlangıcında 0.017–0.058; depolamanın 4.haftasında 0.026–0.063; depolamanın 8.haftasında 0.041–0.071 ve depolamanın 12.haftasında 0.044–0.079 arasında değişim göstermiştir (Tablo 4.23). Depolama süresince  $a_w$  değerinde en fazla artışın meydana geldiği çeşit Deneme-4; en az artışın meydana geldiği çeşit Deneme-9'dur. Mikrokapsüllerdeki gam arabik miktarı ile mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri arasında negatif bir ilişki olduğu belirlenmiştir (Pearson  $r = -0.2114$ ;

$p=0.0111$ ). Yani, gam arabik miktarının artması ile mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri azalma eğilimi göstermektedir. Benzer bir durum, Premi ve Sharma [529] ile Dirim ve Talih [596] tarafından da bildirilmiştir. Basit şekerler, alkoller, pentozanlar ve hidrokolloidler gibi su bağlama özelliğine sahip bileşenler, ortamda bulunan protein, nişasta gibi büyük polimerler ile yarışarak suyu bünyelerine bağlamakta ve böylece su aktivitesini düşürmektedirler [597]. Gam arabığın de bir hidrokolloid olduğu düşünüldüğünde, formülasyondaki gam arabik miktarı ile mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri arasındaki ilişki anlaşılabilir duruma gelmektedir.

**Tablo 4.23** Mikrokapsüllerin depolama süresi boyunca  $a_w$  değerleri

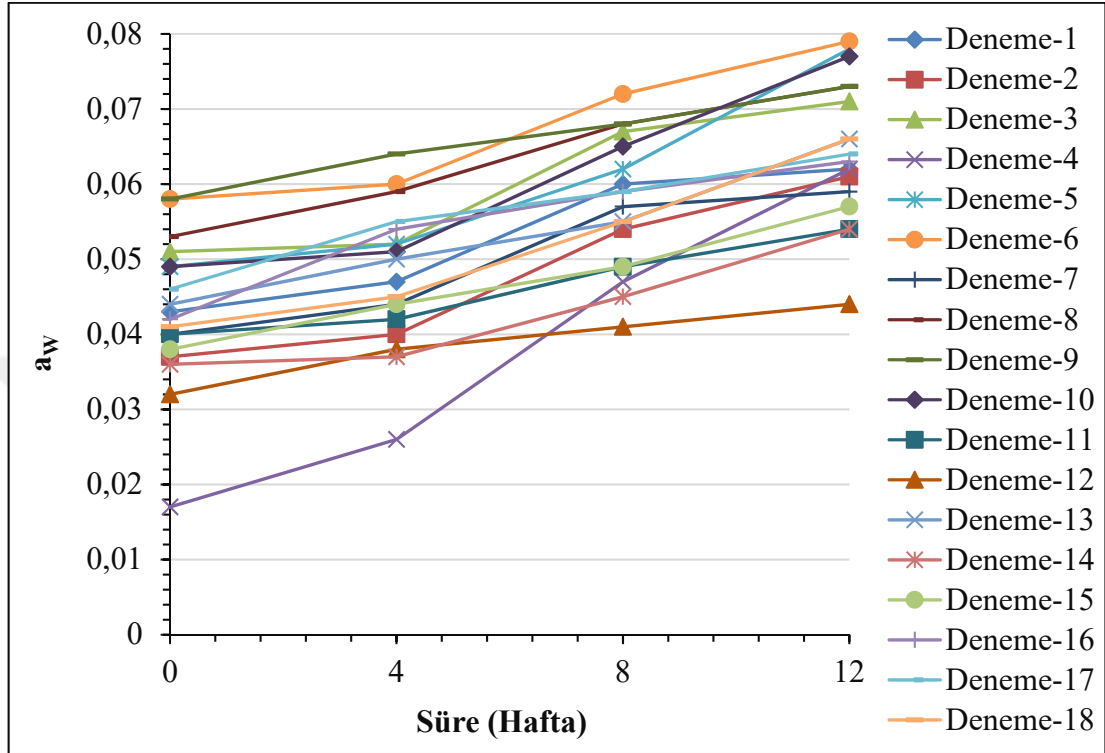
| Deneme      | 0.Hafta       | 4.Hafta       | 8.Hafta       | 12.Hafta      |
|-------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Deneme – 1  | 0.043 ± 0.019 | 0.047 ± 0.018 | 0.060 ± 0.016 | 0.062 ± 0.019 |
| Deneme – 2  | 0.037 ± 0.011 | 0.040 ± 0.011 | 0.054 ± 0.013 | 0.061 ± 0.012 |
| Deneme – 3  | 0.051 ± 0.015 | 0.052 ± 0.016 | 0.067 ± 0.023 | 0.071 ± 0.022 |
| Deneme – 4  | 0.017 ± 0.000 | 0.026 ± 0.002 | 0.047 ± 0.007 | 0.062 ± 0.017 |
| Deneme – 5  | 0.049 ± 0.018 | 0.052 ± 0.018 | 0.062 ± 0.022 | 0.078 ± 0.030 |
| Deneme – 6  | 0.058 ± 0.017 | 0.060 ± 0.017 | 0.072 ± 0.025 | 0.079 ± 0.027 |
| Deneme – 7  | 0.040 ± 0.017 | 0.044 ± 0.017 | 0.057 ± 0.017 | 0.059 ± 0.019 |
| Deneme – 8  | 0.053 ± 0.021 | 0.059 ± 0.024 | 0.068 ± 0.031 | 0.073 ± 0.033 |
| Deneme – 9  | 0.058 ± 0.018 | 0.064 ± 0.018 | 0.068 ± 0.021 | 0.073 ± 0.022 |
| Deneme – 10 | 0.049 ± 0.020 | 0.051 ± 0.021 | 0.065 ± 0.026 | 0.077 ± 0.032 |
| Deneme – 11 | 0.040 ± 0.016 | 0.042 ± 0.017 | 0.049 ± 0.015 | 0.054 ± 0.011 |
| Deneme – 12 | 0.032 ± 0.013 | 0.038 ± 0.012 | 0.041 ± 0.011 | 0.044 ± 0.020 |
| Deneme – 13 | 0.044 ± 0.022 | 0.050 ± 0.019 | 0.055 ± 0.018 | 0.066 ± 0.026 |
| Deneme – 14 | 0.036 ± 0.011 | 0.037 ± 0.011 | 0.045 ± 0.010 | 0.054 ± 0.017 |
| Deneme – 15 | 0.038 ± 0.012 | 0.044 ± 0.014 | 0.049 ± 0.016 | 0.057 ± 0.010 |
| Deneme – 16 | 0.042 ± 0.018 | 0.054 ± 0.026 | 0.059 ± 0.026 | 0.063 ± 0.024 |
| Deneme – 17 | 0.046 ± 0.024 | 0.055 ± 0.028 | 0.059 ± 0.028 | 0.064 ± 0.023 |
| Deneme – 18 | 0.041 ± 0.020 | 0.045 ± 0.019 | 0.055 ± 0.026 | 0.066 ± 0.028 |

Dondurarak kurutma yöntemiyle kitosan ve maltodekstrin ile enkapsüle edilen balık yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerinin 0.30; kitosan ve PAS proteini ile enkapsüle edilen mikrokapsüllerin ise 0.32 olduğu tespit edilmiştir [212]. Farklı enkapsülasyon yöntemlerinin, balık yağı mikrokapsüllerinin özellikleri üzerine etkilerinin incelendiği bir çalışmada, püskürtmeli kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinin 0.16–0.25, liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin su aktivitesi değerlerinin 0.22–0.27 arasında olduğu belirlenmiştir [22]. Diğer yandan, Holgado ve ark. [544], püskürtmeli kurutucuda elde ettikleri ayçiçek yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin (0.25–0.39), liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinden (0.04–0.06)

daha yüksek olduğunu ortaya koymuşlardır. Silva ve ark. [177] da, Holgado ve ark. [544] gibi liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin daha düşük  $a_w$  değerine (0.036) sahip olduğunu bildirmişlerdir [177]. Bu çalışmada elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin, Holgado ve ark. [544] ve Silva ve ark. [177] tarafından elde edilen mikrokapsüllerin  $a_w$  değerleri ile benzerlik gösterdiği anlaşılmaktadır.

Dondurarak kurutma yönteminde işlem süresinin uzun ve maliyetinin yüksek olmasından dolayı literatürde genellikle püskürtmeli kurutucu ile gerçekleştirilen yağ enkapsülasyonu çalışmaları yer almaktadır. Püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilen oleik asit içeriği yüksek ayçiçek yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin 0.26–0.30 arasında değişim gösterdiği bildirilmiştir [598]. Carvalho ve ark. [528], püskürtmeli kurutucu kullanarak elde ettikleri yeşil kahve yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin 0.085–0.263 arasında olduğunu ifade etmişlerdir. Yine püskürtmeli kurutucunun kullanıldığı bir çalışmada, balık yağı+zeytinyağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin 0.26–0.27 aralığında olduğu görülmüştür [518]. Başyigit ve Çam [599], maltodekstrin+gam arabik ile püskürtmeli kurutucuda üretilen nane esansiyel yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin 0.144–0.215 arasında değişim gösterdiğini bildirmiştir. Domian ve Wasak [105], püskürtmeli kurutucuda elde edilen maltodekstrin+gam arabik+kolza yağı mikrokapsülleri için daha düşük  $a_w$  değerleri (0.043–0.147) bildirmişlerdir. Karaca ve ark. [102] da, püskürtmeli kurutucu ile ürettikleri keten tohumu mikrokapsüllerinin oldukça düşük  $a_w$  değerlerine (0.05–0.08) sahip olduklarını belirtmişlerdir. Diğer yandan Tatar [542], püskürtmeli kurutucuda elde ettiği ve duvar materyali olarak hemiselüloz içeren balık yağı mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerlerinin oldukça geniş bir aralıkta (0.044–1.574) değişim gösterdiğini tespit etmiştir. Genel olarak değerlendirildiğinde, püskürtmeli kurutucu ile elde edilen mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinin, liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Campelo ve ark. [157], PAS proteini ve farklı dekstroz eşdeğerliğine sahip maltodekstrinleri duvar materyali olarak kullanarak, misket limonu esansiyel yağını püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Çalışma sonunda, maltodekstrinin hidroliz derecesinin artmasına bağlı olarak mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinin arttığı görülmüştür. Araştırmacılar bu sonucun, hidrolize olan karbonhidratların kısa zincirlere ve bu yapılarından dolayı daha higroskopik bir özelliğe sahip olmaları sayesinde yüzeyde daha fazla su

tutabilmeleri ile ilişkili olduğunu ifade etmişlerdir [157]. Ancak, bu çalışmada elde edilen kabak çekirdeği mikrokapsüllerinin  $a_w$  değerleri ile duvar materyalinde kullanılan maltodekstrin (DE=20) miktarı arasında anlamlı bir ilişki tespit edilememiştir.



**Şekil 4.15** Mikrokapsüllerin su aktivitesi değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Koç ve ark. [589], laktoz+sakkaroz+jelatin ya da pullulan+sakkaroz+jelatin kombinasyonlarını duvar materyali olarak kullanarak dondurarak kurutma yöntemiyle balık yağı mikrokapsülleri elde etmişler ve bunları öğüttükten sonra karanlık ortamda, cam kavanoz içerisinde 25°C sıcaklıkta 45 gün depolamışlardır. Laktoz içeren mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinde, depolama süresince sürekli olarak çok düşük artışlar meydana gelmiştir. Pullulan içeren mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinde ise ilk 30 gün herhangi bir değişimin meydana gelmediği fakat 30.günden sonra belirgin ve hızlı bir artışın görüldüğü bildirilmiştir. Püskürtmeli kurutucu kullanılarak PAS proteini+trehaloz (a) ya da sodyum kazeinat+trehaloz (b) ile enkapsüle edilen ayçiçek yağı mikrokapsülleri nispi nemin %64.80 olduğu bir ortamda paketsiz bir şekilde 24 saat depolanmıştır. Mikrokapsüllerin depolama başlangıcında 0.059 (a) ve 0.068 (b) olan  $a_w$  değerleri, 24 saat sonunda 0.639 (a) ve 0.630'a (b) yükselmiştir [194]. Bu

çalışmaya benzer şekilde yürütülen başka bir çalışmada kolza yağı, nişasta sodyum oktenil süksinat+trehaloz ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilmiş ve nispi nemin %64.80 olduğu ortamda paketsiz şekilde 48 saat süreyle depolanmıştır. Mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinin depolama başlangıcında 0.057–0.098; 12 saat sonunda 0.403–0.437; 24 saat sonunda 0.476–0.522 ve 48 saat sonunda 0.493–0.554 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Araştırmacılar, formülasyonda moleküler ağırlığı yüksek polimerlerin (modifiye nişasta) miktarının artmasıyla  $a_w$  değerlerinin yükseldiğini, moleküler ağırlığı daha düşük şekerlerin (trehaloz) miktarının artmasıyla  $a_w$  değerlerinin düştüğünü ileri sürmüşlerdir [539].

Barroso ve ark. [568], püskürtmeli kurutucuda modifiye nişasta kullanarak enkapsüle ettikleri keten tohumu yağını, ağzı sıkıca kapatılmış alüminyum folyo paketlerine alarak desikatör içerisinde oda sıcaklığında 4 ay boyunca depolamıştır. Çalışmada, mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinin depolama başlangıcında 0.34; 4 aylık depolama sonunda ise 0.54 olduğu belirlenmiştir. Ayrıca araştırmacılar, 0.60'dan düşük  $a_w$  değerlerinde mikrobiyal gelişim olmadığı için, elde edilen bu mikrokapsüllerin 120 gün boyunca mikrobiyal kalitesini koruyabildiğini ifade etmişlerdir. Yine keten tohumu yağı ile gerçekleştirilen bir çalışmada, PAS proteini+laktoz ya da sodyum kazeinat+laktoz ile püskürtmeli kurutucuda elde edilen mikrokapsüller alüminyum folyo ile paketlenerek oda sıcaklığında 6 ay depolanmıştır. Depolama başlangıcında mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerinin 0.346–0.358 arasında olduğu ve bu değerlerde depolama süresince belirgin bir değişim gözlemlenmediği belirlenmiştir [595]. Literatürde bulunan benzer çalışmalarda olduğu gibi, bu projede elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin de  $a_w$  değerleri depolama süresince sürekli artış göstermiştir.

#### **4.3.3. Peroksit Değeri**

Lipit oksidasyonu, üç farklı mekanizma üzerinden ilerleyerek meydana gelmektedir: otooksidasyon, fotooksidasyon ve enzimatik oksidasyon. Emülsifiye edilmiş gıdalarda oksidasyonu katalizleyen enzimler genellikle bulunmadığı için enzimatik oksidasyonun oluşması pek muhtemel değildir. Gıdalarda en yaygın oksidasyon mekanizması otooksidasyondur. Demir ve bakır gibi geçiş metalleri, otooksidasyonun önemli katalistleri olarak bilinmektedirler. Bu metaller, doymamış yağları doğrudan alkil radikallerine parçalayabilmektedirler [600]. Ancak, oldukça

yavaş ilerleyen bu tepkimenin, lipid oksidasyonunu tetiklemek açısından çok önemli olmadığı düşünülmektedir [79]. Oksidasyon genellikle tüm yağlarda çok düşük miktarlarda bulunan hidroperoksitlerin, metaller tarafından katalizlenen tepkimeler sonucunda, reaktivitesi yüksek peroksil (ROO) ve alkoksil (RO) radikallerine parçalanması ile başlamaktadır. Nispeten polar bir yapıya sahip olan hidroperoksitler, emülsiyon sistemlerinde yağ damlacıklarının yüzeyinde birirmektedirler ve böylece, sıvı fazdaki metal iyonları ve diğer prooksidanlarla etkileşime girebilmektedirler [601].

Gıdadan suyun, dondurarak kurutma yöntemiyle uzaklaştırılması sonucunda, gözenekli, sünger benzeri yüzeye sahip bir ürün ortaya çıkmaktadır. Kurutulmuş ürünün bu gözenekli yapısı, oksijenin, gıda bileşenlerine ulaşımına izin vererek oksidatif değişimleri hızlandırmaktadır [602]. Bu gözenekli yapının yanı sıra, üretim ya da depolama süresince enkapsüle edilmiş doymamış yağların oksidasyonunu etkileyebilecek olan dört temel faktör vardır: sıcaklık, su aktivitesi, nem içeriği ve camsı geçiş sıcaklığı [603].

Bu çalışmada, depolama süresince yüzey yağlarının (enkapsüle edilemeyen yağ) ve enkapsüle yağların oksidatif stabiliteleri ayrı ayrı irdelenmiştir. Yüzey yağlarının peroksit değerleri üzerine, depolama  $\times$  çeşit arasındaki etkileşimin istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.0001$ ) olduğu görülmüştür (Tablo Ek B.47). Depolamanın başlangıcında, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının peroksit değeri 4.03 meq O<sub>2</sub>/kg yağ iken, mikrokapsüllerin yüzeyinde bulunan yağların peroksit değerlerinin 5.07–7.43 meq O<sub>2</sub>/kg yağ arasında olduğu tespit edilmiştir (Tablo 4.24). Peroksit değerinde meydana gelen bu artış, homojenizasyon ya da kurutma esnasında oksidasyonun ilerlediğini işaret etmektedir. Dondurarak kurutma işlemi vakum altında gerçekleştirildiği için oksidasyonun bu aşamada ilerlemiş olma olasılığı düşüktür. Homojenizasyon sırasında uygulanan yoğun mekanik basınç ve karıştırma, emülsiyonun içerisine oksijenin girmesine sebep olmaktadır. Ayrıca homojenizasyon esnasında damlacıkların parçalanması ve bunu takiben yağ damlacıklarının yeni bir düzene girmesi oksijenin, katalistlerin ve lipid oksidasyonu ürünlerinin yeni oluşan yağ damlacıkları arasında dağılımını tetiklemektedir. Homojenizasyon sırasında damlacıkların parçalanması ve kesme, oksidasyon hızını artırabilen ara yüzey alanının genişlemesine sebep olmaktadır [604]. Ancak, oksidasyon hızı üzerine ara yüzey alanı

kadar ara yüzey bileşiminin de etkili olduğu unutulmamalıdır [605]. Oksidatif değişimlerin tetiklenmemesi için homojenizasyon sırasında emülsiyon sıcaklığı 35°C'yi geçmemelidir [21].

**Tablo 4.24** Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının peroksit değerleri

| Deneme      | 0.Hafta     | 4.Hafta      | 8.Hafta       | 12.Hafta      |
|-------------|-------------|--------------|---------------|---------------|
| KÇY         | 4.02 ± 0.10 | 8.84 ± 0.24  | 40.06 ± 1.43  | 71.48 ± 0.34  |
| Deneme – 1  | 7.27 ± 0.24 | 63.99 ± 1.71 | 105.67 ± 0.66 | 85.61 ± 1.40  |
| Deneme – 2  | 7.07 ± 0.14 | 60.23 ± 0.46 | 98.82 ± 1.07  | 88.88 ± 0.37  |
| Deneme – 3  | 7.26 ± 0.17 | 79.48 ± 0.48 | 141.22 ± 1.74 | 92.34 ± 0.48  |
| Deneme – 4  | 7.14 ± 0.10 | 59.67 ± 5.40 | 104.78 ± 1.19 | 89.83 ± 0.53  |
| Deneme – 5  | 7.23 ± 0.09 | 68.55 ± 5.76 | 116.77 ± 0.81 | 82.26 ± 1.64  |
| Deneme – 6  | 5.06 ± 0.22 | 52.48 ± 2.10 | 85.35 ± 4.21  | 76.18 ± 1.18  |
| Deneme – 7  | 6.59 ± 0.39 | 82.58 ± 0.12 | 92.10 ± 2.12  | 86.57 ± 2.75  |
| Deneme – 8  | 7.42 ± 0.11 | 58.21 ± 2.83 | 118.01 ± 2.86 | 97.21 ± 1.50  |
| Deneme – 9  | 7.28 ± 0.23 | 81.98 ± 3.26 | 134.47 ± 2.93 | 99.45 ± 0.98  |
| Deneme – 10 | 5.83 ± 0.18 | 57.13 ± 1.15 | 90.36 ± 1.15  | 85.45 ± 4.52  |
| Deneme – 11 | 7.32 ± 0.12 | 73.29 ± 0.53 | 121.70 ± 2.53 | 99.66 ± 0.52  |
| Deneme – 12 | 7.19 ± 0.17 | 71.43 ± 0.55 | 107.68 ± 2.04 | 88.66 ± 7.74  |
| Deneme – 13 | 7.29 ± 0.01 | 62.40 ± 0.75 | 114.32 ± 1.07 | 82.67 ± 0.90  |
| Deneme – 14 | 7.18 ± 0.08 | 68.94 ± 4.74 | 103.17 ± 1.78 | 74.86 ± 1.38  |
| Deneme – 15 | 7.33 ± 0.14 | 82.31 ± 1.03 | 115.30 ± 2.60 | 76.41 ± 0.47  |
| Deneme – 16 | 7.03 ± 0.10 | 64.78 ± 0.40 | 100.09 ± 3.05 | 80.90 ± 1.29  |
| Deneme – 17 | 5.89 ± 0.12 | 64.89 ± 2.25 | 88.16 ± 1.26  | 82.02 ± 1.22  |
| Deneme – 18 | 7.37 ± 0.06 | 75.67 ± 2.56 | 123.07 ± 0.41 | 100.78 ± 2.82 |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

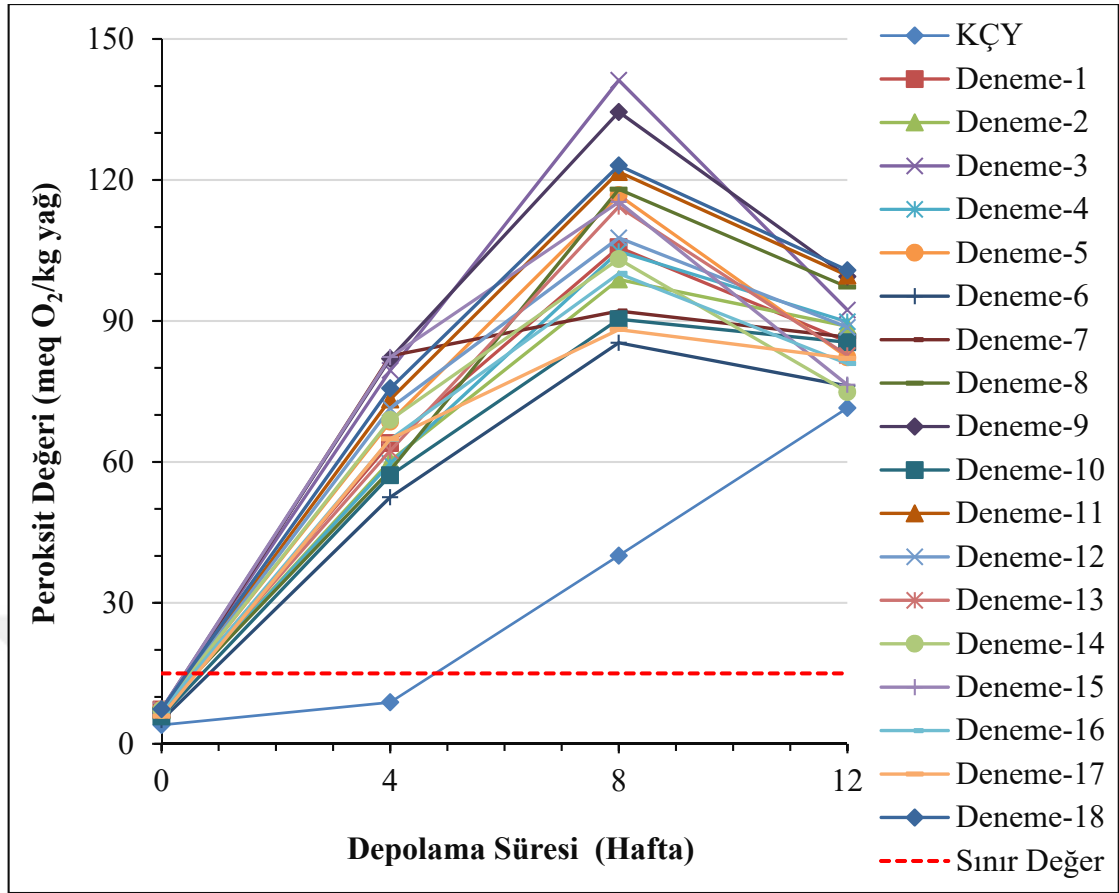
Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek.B.47).

LSD: 6.6863

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Depolamanın başlangıcında homojenizasyonun peroksit değerinde sebep olduğu artışın ardından, depolamanın 4.haftasında mikrokapsüllerin yüzey yağlarının peroksit değerlerinde belirgin yükselmelerin olduğu görülmüştür (6–11.5 kat arasında artış) (Şekil 4.16). Buna karşın, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının peroksit değerinde yaklaşık 2 kat artış meydana gelmiştir. Mikrokapsüllerin yüzey yağlarının (85.35–141.22 meq O<sub>2</sub>/kg yağ) ve enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının (40.06 meq O<sub>2</sub>/kg yağ) peroksit değerlerindeki yükselme, depolamanın 8.haftasında da devam etmiştir. 4.haftadan 8.haftaya kadar mikrokapsüllerin yüzey yağlarının peroksit değerlerinde meydana gelen artış %11.53–102.75 arasındadır. Depolamanın 12.haftasında ise tüm mikrokapsüllerin yüzey yağlarının peroksit değerlerinde azalma meydana gelirken, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının peroksit değerinde

artış olduğu tespit edilmiştir. Depolamanın ilerleyen zamanlarında peroksit değerlerinin azalması, oksidasyonun birincil ürünü olan hidroperoksitlerin yıkımının hızlandığının ve oksidasyonun ikincil ürünleri olan ve tat, aroma ve lezzet kayıplarına yol açan aldehit, keton gibi bileşiklerin oluşmaya başladığının bir göstergesidir. Depolama süresince en düşük ortalama peroksit değerine sahip olan grup Deneme-6 (54.77 meq O<sub>2</sub>/kg yağ), en yüksek ortalama değere sahip olan grup Deneme-9'dur (80.80 meq O<sub>2</sub>/kg yağ). Tonon ve ark. [161], düşük enkapsülasyon veriminin, mikrokapsül yüzeyinde enkapsüle edilmemiş şekilde bulunan yüzey yağı miktarının fazla olduğunun bir işareti olduğunu ve enkapsüle edilememiş yağ (yüzey yağı) miktarı ile lipit oksidasyonu arasında bir ilişki olduğunu ifade etmişlerdir. Bu çalışmada elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin yüzey yağı miktarı ile yüzey yağlarının peroksit değerleri arasında pozitif bir korelasyon olduğu belirlenmiştir (Pearson  $r=0.17027$ ;  $p=0.0413$ ). Diğer yandan, yüzey yağlarının peroksit değerleri ile enkapsülasyon verimi arasında negatif bir ilişki tespit edilmiştir (Pearson  $r=-0.17098$ ;  $p=0.0405$ ) (Tablo Ek A.4). Yani, genel olarak enkapsülasyon veriminin düşmesine bağlı olarak yüzey yağı miktarı yükselmiştir. Yüzeyde kalan yağın fazla olmasının oksidasyon hızını artırıcı bir rol oynadığı düşünülmektedir.



**Şekil 4.16** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının peroksit değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinden ekstrakte edilen enkapsüle yağların peroksit değerleri üzerine, depolama  $\times$  çeşit etkileşiminin istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.0001$ ) derecede etki ettiği görülmüştür (Tablo Ek B.48). Yüzey yağlarının peroksit değerleri ile kıyaslandığında, enkapsüle yağların peroksit değerlerinin daha düşük olduğu anlaşılmıştır. Bu sonuca benzer şekilde Baik ve ark. [606] da balık yağı mikrokapsüllerinden ekstrakte edilen yüzey yağlarının peroksit değerlerinin, enkapsüle yağların peroksit değerlerinden yaklaşık 10 kat daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Depolamanın başlangıcında yağların peroksit değerleri ortalaması 5.36 meq O<sub>2</sub>/kg yağ; 4.haftasında 8.27 meq O<sub>2</sub>/kg yağ; 8.haftasında 25.65 meq O<sub>2</sub>/kg yağ ve depolamanın sonunda 34.55 meq O<sub>2</sub>/kg yağ'dır (Tablo 4.25). Depolama süresince en düşük ortalama peroksit değerine sahip olan çeşit Deneme-6 (12.57 meq O<sub>2</sub>/kg yağ), en yüksek değere sahip çeşit ise Deneme-9'dur (24.82 meq O<sub>2</sub>/kg yağ). Yüzey yağlarından farklı olarak, depolama süresince tüm enkapsüle yağların peroksit değerleri, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının peroksit değerinden daha

düşüktür. Bu da, enkapsülasyon işleminin, kabak çekirdeği yağının oksidatif stabilitesini artıran bir muhafaza yöntemi olduğunu ortaya koymaktadır. Benzer şekilde, Le ve ark. [607] da püskürtmeli kurutucuda farklı duvar materyalleri ile (PAS proteini ile birlikte gam arabik, modifiye mısır nişastası, modifiye manyok nişastası, maltodekstrin, sükroz, maltoz, laktoz ya da glikoz) enkapsüle edilen ve yüksek yoğunluklu polietilen paketlere alınarak 60°C sıcaklık ve %80 nispi nemde 30 gün depolanan kabak çekirdeği yağının peroksit değerlerinin (>30 meq O<sub>2</sub>/kg yağ), enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının peroksit değerinden (125 meq O<sub>2</sub>/kg yağ) daha düşük olduğunu ve enkapsülasyonun oksidasyonu etkili şekilde önlediğini belirtmişlerdir. Zhou ve ark. [608], enkapsülasyon işleminin, ceviz yağının oksidatif stabilitesini artıran bir işlem olduğunu ortaya koymuşlardır. Yüzey yağlarının aksine, enkapsüle yağların peroksit değerleri 12 hafta boyunca artış göstermiştir. Enkapsülasyon verimi ile enkapsüle yağların peroksit değerleri arasında negatif bir ilişki olduğu belirlenmiştir (Pearson  $r=-0.25871$ ;  $p=0.0017$ ). Benzer bir ilişki, Tonon ve ark. [161], Na ve ark. [210] ve Karaca ve ark. [102] tarafından da elde edilmiştir. Ayrıca enkapsüle yağların peroksit değerleri ile nem ve su aktivitesi arasında pozitif ilişkiler olduğu saptanmıştır (sırasıyla Pearson  $r=0.42760$ ;  $p<.0001$  ve Pearson  $r=0.31940$ ;  $p<.0001$ ) (Tablo Ek A.5). Mikrokapsüllerin nem içeriklerinin ve su aktivitesi değerlerinin yükselmesinin oksidasyonu tetikleyici bir etki göstererek peroksit değerlerinin yükselmesine sebep olduğu düşünülmektedir.

Enkapsülasyon verimi ve oksidatif stabilite arasındaki ilişki, mikrokapsüllerin yüzeyinde bulunan enkapsüle edilmemiş serbest yağ, enkapsüle edilmiş yağ ve toplam yağda meydana gelen değişimleri ayrı ayrı ele alan Ahn ve ark. [609] tarafından da irdelenmiştir. Bu amaca yönelik olarak, ayçiçek yağı, dekstrin+PAS proteini izolatu+lesitinden oluşan duvar materyali ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle edilmiştir. Depolama çalışması için bu mikrokapsüller, 250 gramlık partiler halinde PYREX cam kaplara alınmış ve ağzı kapalı şekilde 60°C sıcaklıkta 30 gün boyunca depolanmıştır. 30 gün sonunda, çalışmada en düşük enkapsülasyon verimine (%70.20) sahip örnekten ekstrakte edilen yüzey yağının peroksit değeri 15.20 meq O<sub>2</sub>/kg'dan 539.30 meq O<sub>2</sub>/kg'a, en yüksek enkapsülasyon verimine (%96.60) sahip örnekten elde edilen yüzey yağının peroksit değeri 8.70 meq O<sub>2</sub>/kg'dan 417 meq O<sub>2</sub>/kg'a yükselmiştir. Her iki örneğin enkapsüle yağlarının peroksit değerleri depolama başlangıcında birbirlerine oldukça yakinken, 30 gün sonunda sırasıyla 78 meq O<sub>2</sub>/kg

ve 58.50 meq O<sub>2</sub>/kg'a yükselmiştir. Örneklerden ekstrakte edilen toplam yağların peroksit değerlerinin de depolamanın başlangıcında birbirine yakın olduğu, ancak enkapsülasyon verimi düşük örnekteki toplam yağın peroksit değerinin depolama süresince hızla yükseldiği görülmüştür (232.80 meq O<sub>2</sub>/kg). Buna karşın, enkapsülasyon verimi yüksek örneğin toplam yağının peroksit değeri daha yavaş bir hızla yükselmiş ve 30 gün sonunda 88.80 meq O<sub>2</sub>/kg'a ulaşmıştır. Bu sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda, araştırmacılar, enkapsülasyon veriminin artması ile mikrokapsülün yüzeyinde bulunan serbest yağ miktarının azaldığını ve böylece peroksit değerinin daha yavaş yükseldiğini belirtmişlerdir. Ayrıca, mikrokapsüllerin toplam yağlarında meydana gelen oksidatif değişimlerin, büyük ölçüde, enkapsüle yağlardan ziyade serbest yağların oksidatif değişim miktarları tarafından etkilendiğini ifade etmişlerdir [609]. Drusch ve ark. [610] da 20°C'de depoladıkları balık yağı mikrokapsüllerinin peroksit değerlerinde ilk haftalarda meydana gelen fazla artıştan, yüzey yağlarının hızlı bir şekilde okside olmasının sorumlu olduğunu belirtmişlerdir. Daha sonraki haftalarda peroksit değerlerinde meydana gelen artış ise, enkapsüle yağlarda oluşan ve yüzey yağlarına göre daha yavaş şekilde ilerleyen oksidasyon ile ilişkilendirilmiştir. Velasco ve ark. [374] da enkapsüle edilememiş, mikrokapsülün yüzeyinde kalmış olan yüzey yağında meydana gelen oksidasyonun, enkapsülasyon işlemine maruz bırakılmayan yağlarda meydana gelen oksidasyon ile benzerlik gösterdiğini ve bir noktada başlayan oksidasyonun diğer noktalara yayılabildiğini belirtmişlerdir. Diğer yandan, enkapsüle edilmiş yağlarda gözlemlenen oksidasyon daha farklı bir tavır sergilemektedir. Matriks içerisinde birbirinden bağımsız şekilde dağılmış olan enkapsüle yağ damlacıkları, mikrokapsülün oksijen geçirgenliğine bağlı olarak farklı hızlarda okside olmakta ve enkapsüle yağın üzerinde oluşturulan koruyucu tabaka sayesinde bu oksidasyon, komşu yağ globüllerine yayılamamaktadır [374] .

**Tablo 4.25** Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların peroksit değerleri

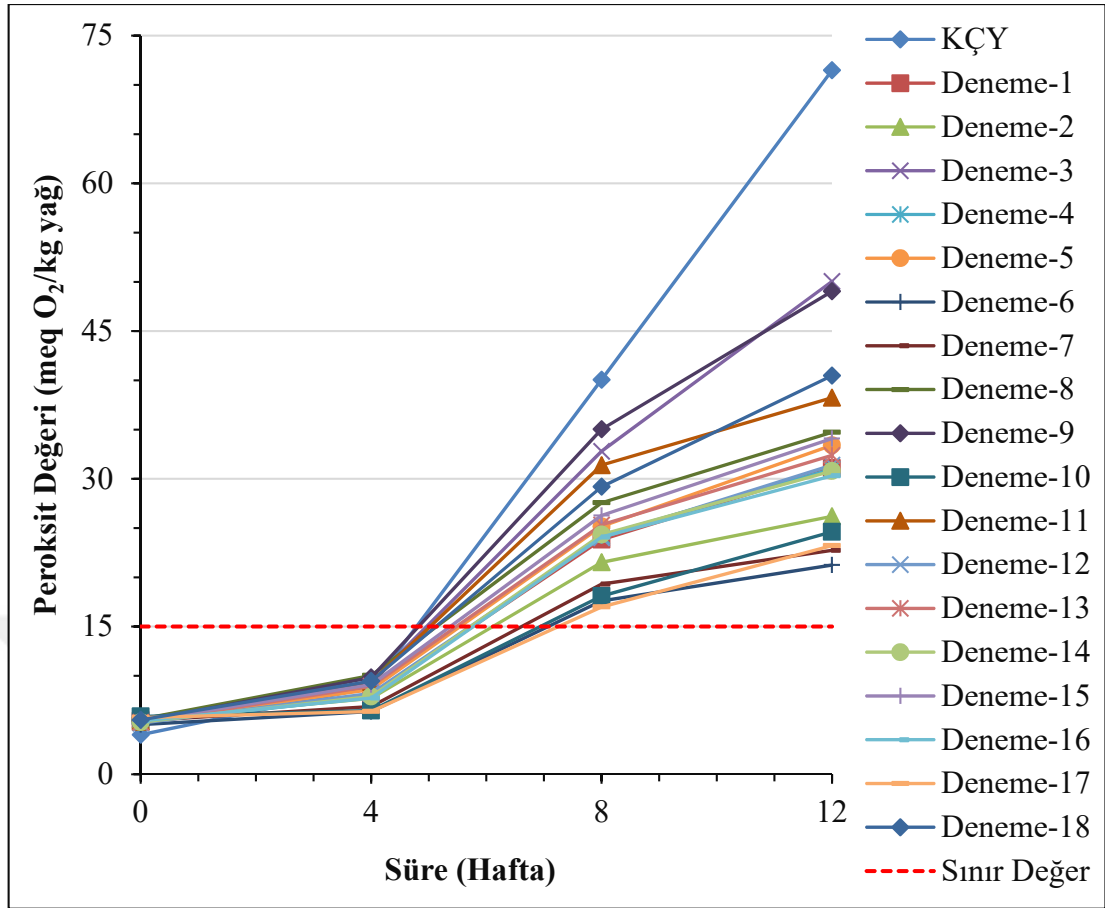
| Deneme      | 0.Hafta     | 4.Hafta      | 8.Hafta      | 12.Hafta     |
|-------------|-------------|--------------|--------------|--------------|
| KÇY         | 4.02 ± 0.10 | 8.84 ± 0.24  | 40.06 ± 1.43 | 71.48 ± 0.34 |
| Deneme – 1  | 5.42 ± 0.23 | 8.06 ± 0.62  | 23.82 ± 1.99 | 31.08 ± 0.24 |
| Deneme – 2  | 5.55 ± 1.04 | 7.71 ± 0.35  | 21.53 ± 0.22 | 26.19 ± 1.73 |
| Deneme – 3  | 5.61 ± 0.57 | 9.37 ± 0.14  | 32.80 ± 1.61 | 50.05 ± 1.68 |
| Deneme – 4  | 5.28 ± 0.29 | 7.82 ± 1.03  | 24.22 ± 1.44 | 30.98 ± 1.40 |
| Deneme – 5  | 5.39 ± 0.30 | 8.60 ± 0.28  | 25.17 ± 1.78 | 33.41 ± 1.12 |
| Deneme – 6  | 5.05 ± 0.10 | 6.37 ± 1.06  | 17.61 ± 0.84 | 21.25 ± 0.10 |
| Deneme – 7  | 5.44 ± 0.17 | 6.88 ± 0.37  | 19.31 ± 1.22 | 22.74 ± 0.53 |
| Deneme – 8  | 5.60 ± 0.54 | 10.04 ± 1.18 | 27.57 ± 1.80 | 34.72 ± 3.00 |
| Deneme – 9  | 5.38 ± 0.40 | 9.83 ± 1.11  | 35.03 ± 1.91 | 49.04 ± 2.13 |
| Deneme – 10 | 5.88 ± 0.26 | 6.47 ± 0.18  | 18.10 ± 1.02 | 24.62 ± 1.96 |
| Deneme – 11 | 5.33 ± 0.66 | 9.37 ± 0.65  | 31.38 ± 0.66 | 38.24 ± 0.97 |
| Deneme – 12 | 5.19 ± 0.33 | 8.21 ± 0.49  | 24.02 ± 0.77 | 31.40 ± 0.99 |
| Deneme – 13 | 5.28 ± 0.10 | 8.95 ± 0.61  | 25.32 ± 1.13 | 32.38 ± 0.97 |
| Deneme – 14 | 5.30 ± 0.79 | 7.90 ± 1.10  | 24.34 ± 0.90 | 30.80 ± 0.41 |
| Deneme – 15 | 5.42 ± 0.50 | 9.10 ± 1.02  | 26.28 ± 0.74 | 34.09 ± 0.11 |
| Deneme – 16 | 5.42 ± 0.70 | 7.74 ± 0.54  | 24.09 ± 0.34 | 30.31 ± 0.78 |
| Deneme – 17 | 5.76 ± 0.17 | 6.38 ± 0.96  | 16.99 ± 0.90 | 23.22 ± 1.27 |
| Deneme – 18 | 5.52 ± 0.32 | 9.47 ± 0.48  | 29.20 ± 1.03 | 40.48 ± 1.63 |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek.B.48).

LSD: 2.8775

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.



**Şekil 4.17** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların peroksit değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Bazı araştırmacılar, duvar materyalini oluşturan bileşenlerin çeşidinin oksidasyon üzerine etkili olduğunu ileri sürmüşlerdir. Örneğin; Carneiro ve ark. [95], keten tohumu yağını; maltodekstrin+PAS proteini, maltodekstrin+gam arabik veya maltodekstrin+modifiye nişasta kombinasyonlarını kullanarak püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Oksidatif stabilitenin belirlenmesi için mikrokapsüller, ağzı kapalı cam viallere alınarak 45°C sıcaklıkta 4 hafta depolanmışlardır. Başlangıçta tüm mikrokapsüllerde düşük bir oksidasyonun olduğu (6.12–8.77 meq peroksit/kg yağ) fakat 4 hafta sonunda tüm denemelerin peroksit değerlerinin yükseldiği (22.60–24.80 meq peroksit/kg yağ) tespit edilmiştir. Araştırmacılar, mikrokapsüllerin peroksit değerlerinin, duvar materyalinin bileşimi tarafından güçlü bir şekilde etkilendiğini ifade etmişlerdir. Aynı çalışmada, maltodekstrin+PAS proteini kombinasyonu ile elde edilen mikrokapsüllerin, en düşük enkapsülasyon verimine sahip olmalarına rağmen, oksidasyona karşı stabilitelerinin son derece yüksek olduğu görülmüştür [95]. Diğer yandan Premi ve Sharma [529],

püskürtmeli kurutucuda enkapsüle ettikleri *Moringa oleifera* yağı tozunu, alüminyum ile lamine edilmiş polietilen fermuarlı poşetlere alarak 45°C sıcaklık ve %50 nispi nem altında 30 gün depolamıştır. Depolama sonunda maltodekstrin+PAS proteini ile enkapsüle edilen mikrokapsüllerin peroksit değerlerinin 8.89–9.53 meq peroksit/kg; maltodekstrin+gam arabik ile elde edilen mikrokapsüllerin peroksit değerlerinin 7.63–8.07 meq peroksit/kg arasında olduğu tespit edilmiştir. Araştırmacılar, enkapsülasyon verimi daha yüksek olan maltodekstrin+gam arabik kombinasyonu ile elde edilen mikrokapsüllerin parçacık boyutlarının da daha büyük olduğunu ve bu yüzden, taşıyıcı ajan içerisine hapsedilen yağın daha etkili bir şekilde oksidasyondan korunmuş olabileceğini ifade etmişlerdir [529]. Böylece Premi ve Sharma [529] tarafından bildirilen sonuçlar, Carneiro ve ark. [95] tarafından elde edilen sonuçlar ile çatışmaktadır. Literatürde, aynı duvar materyalleri ya da aktif bileşenlerin kullanılmasına rağmen değişik çalışmalar sonunda birbirinden farklı ve hatta birbiri ile çatışan sonuçların ortaya çıktığı görülmüştür. Mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesi arasında gözlemlenen bu farklılıklara; duvar materyalleri arasında oluşan etkileşimler, kurutma yöntemi, kurutma yönteminde kullanılan parametreler ve depolama şartları gibi çeşitli faktörler sebep olmaktadır. Duvar materyalleri ile oksidatif stabilite arasında bir ilişki olduğunu öne süren çalışmaların aksine, bu projede elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yüzey yağlarının ve enkapsüle yağların peroksit değerleri ile duvar materyalini oluşturan bileşenler arasında anlamlı ilişkiler bulunamamıştır (Tablo A.4 ve Tablo Ek A.5).

Farklı araştırmacılar, duvar materyali olarak kullanılan bileşenlerin oksidasyon üzerine olan etkilerini farklı şekillerde açıklamaya çalışmışlardır. Örneğin; Zhang ve ark. [370], polisakkaritlerin, hidrojen bağları ile oluşmuş ağısı yapılarının son derece sıkı bir düzene sahip olmasından dolayı oksijene karşı iyi bir bariyer oluşturduğunu ve böylece mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesini artırdığını öne sürmüşlerdir. Bae ve Lee [113], formülasyona ilave edilen maltodekstrinin oksidatif stabiliteyi artırmasını, hidrofilik bir bileşen olan maltodekstrinin ortamda bulunması sonucunda hidrofobik özellikteki oksijenin duvar matrisinden geçişinin azalması ile açıklamıştır. Tonon ve ark. [532] ise, PAS proteini ile enkapsüle edilen keten tohumu yağlarında, enkapsülasyon verimi düşük olmasına rağmen, daha düşük peroksit değerlerinin görülmesini PAS proteinlerinin ve hidrolizatlarının antioksidan aktiviteye sahip olması ile ilişkilendirmişlerdir.

Ekonomik ve hızlı bir yöntem olmasından dolayı, bugüne kadar yağ enkapsülasyonu çalışmalarında sıklıkla kullanılan püskürtmeli kurutucuların en büyük dezavantajı, işlem sırasında uygulanan yüksek sıcaklık ve bunun sebep olduğu oksidasyon tepkimeleridir. Bu yüzden, kurutmanın hemen sonrasında bile bu mikrokapsüllerin peroksit değerleri yüksek olabilmektedir. Örneğin; Tatar [542], püskürtmeli kurutucuda elde ettiği ve ağzı kapalı kavanozların içerisinde 4°C’de depoladığı balık yağı mikrokapsüllerinin peroksit değerlerinin depolamanın başlangıcında 1.83–37.58 meq O<sub>2</sub>/kg; 30 gün sonunda 34.94–129.57 meq O<sub>2</sub>/kg arasında değiştiğini bildirmiştir. Tonon ve ark. [161], püskürtmeli kurutucunun giriş sıcaklığının yükselmesi ile mikrokapsüllerin peroksit değerlerinin yükseldiğini bildirmiştir. Bu etkiyi en aza indirmek amacıyla Ahn ve ark. [598], oleik asit içeriği yüksek ayçiçek yağının püskürtmeli kurutucu ile enkapsülasyonunda antioksidan kaynağı olarak brokoli, biberiye ve turuncgil ekstraktlarının kullanımını araştırmışlardır. Ağzı kapalı PYREX cam kaplarda 60°C sıcaklıkta depolanan antioksidansız mikrokapsüllerin peroksit değeri 8 haftalık depolama sonunda 50 meq O<sub>2</sub>/kg’ı aşarken, antioksidanlı mikrokapsüllerde bu değer 20 meq O<sub>2</sub>/kg’ı geçmemiştir. Elde edilen sonuçlar ışığında araştırmacılar, yağ içeren mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesini iyileştirmek için bitkisel ekstraktların kullanılabileceğini ileri sürmüşlerdir. Hassasiyeti yüksek ürünlerin enkapsülasyonu için, püskürtmeli kurutucuya bir alternatif olarak öne çıkan dondurarak kurutmada gözlemlenen en büyük sorun ise mikrokapsüllerin sahip olduğu gözenekli yüzey yapısıdır. Anwar ve Kunz [22] tarafından yürütülen bir çalışmada balık yağı, farklı yöntemler (püskürtmeli granülasyon kurutma, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma) kullanılarak enkapsüle edilmiştir. Daha sonra mikrokapsüller, 10 gramlık partiler şeklinde, dar ağızlı cam şişelere alınmış ve şişelerin ağızları iyice kapatılarak 21°C sıcaklık ve %30 nispi nemli ortamda, karanlıkta 8 hafta boyunca depolanmıştır. Püskürtmeli granülasyon ile elde edilen mikrokapsüllerin peroksit değerlerinde depolama süresince çok büyük değişimler gözlemlenmezken (genellikle 20 meq O<sub>2</sub>/kg’ın altında), püskürtmeli kurutucuda üretilen mikrokapsüllerde maksimum peroksit değerinin 151.65 meq O<sub>2</sub>/kg ve liyofilizatörde üretilen mikrokapsüllerde ise 390.38 meq O<sub>2</sub>/kg olduğu belirlenmiştir. Araştırmacılar, liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin sahip olduğu yüksek peroksit değerlerini, mikrokapsüllerin morfolojik yapısıyla ilişkilendirmişlerdir. Bu mikrokapsüller düzensiz, hafif ve son derece pürüzlü bir

yapıya ve geniş yüzey alanına sahiptirler ve bu yüzey özellikleri, matriks içerisine oksijen difüzyonunu kolaylaştırmaktadır [22]. Dzonbo–Gadet ve ark. [377], petri kaplarında, %44 nispi nemli ve karanlık bir ortamda 8 hafta depoladıkları Afrika armudu (*Dacryodes edulis*) çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin oksidatif stabilitesinin kurutma yöntemi tarafından etkilendiğini bildirmiştir. Ancak Anwar ve Kunz’dan [22] farklı olarak, liyofilizatörde enkapsüle edilen yağların peroksit değerlerinin 5.haftada 8 meq O<sub>2</sub>/kg’ı geçmediğini fakat püskürtmeli kurutucuda elde edilenlerin peroksit değerlerinin 10 meq O<sub>2</sub>/kg’ı aştığını belirtmişlerdir. Bunu da, püskürtmeli kurutma esnasında çözeltinin ısınması ve bu yüzden damlacıkların stabilizasyonunun bozularak daha çabuk okside olabilen büyük yağ globüllerinin meydana gelmesi ile açıklamışlardır [377]. Heinzelmann ve ark. [100], liyofilizatörde kurutma işlemi bittikten sonra kurutmanın yapıldığı hazneye azot gazı verilmesinin, liyofilizatörle elde edilen mikrokapsüllerin oksijen ile temasını azaltarak oksidatif stabiliteyi artırabileceğini öne sürmüştür. Liyofilizatörde üretilen mikrokapsüllerin sahip olduğu gözenekli yapı oksidatif stabiliteyi olumsuz etkilediği için yeni yöntemler halen denenmektedir. Örneğin; Karthik ve Anandharamakrishnan [380], dokosahekzaenoik asit içeriği zengin bir yağ püskürtmeli kurutma, dondurarak kurutma ve püskürtmeli dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle etmiştir. Enkapsüle edilmemiş yağ ve elde edilen kapsüller, 4°C ve 29°C’de 36 gün depolanmıştır. Püskürtmeli dondurarak kurutma yöntemi ile üretilen mikrokapsüllerin sahip olduğu küresel ve düzgün yüzey yapısı sayesinde oksidatif stabilitenin, püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerden daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Sonuç olarak, kabak çekirdeği yağının yüzey yağlarının peroksit değerlerinin ilk 8 hafta çok hızlı bir şekilde yükseldiği, 8.haftadan sonra ise hidroperoksitlerin parçalanmasına bağlı olarak bu değerlerin azaldığı görülmüştür. Bu da, yüzey yağlarında oksidasyonun ikinci aşamasının hızla meydana geldiğini göstermektedir. Diğer yandan, enkapsüle yağların peroksit değerleri 12 hafta boyunca sürekli artış göstermiş ama yine de enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının peroksit değerinden daha düşük olmuştur. Türk Gıda Kodeksi Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği’ne (Tebliğ No:2012/29) göre soğuk preslenmiş ve natürel yağların peroksit değeri en çok 15 meq aktif oksijen/kg yağ olmalıdır [611]. Yüzey yağları çok hızlı şekilde okside olduğu için, depolamanın erken safhasında yüzey yağları için bu değer aşılmıştır. Enkapsüle yağlarda ise 4.haftada tüm denemelerin peroksit değeri 15 meq

aktif oksijen/kg'ın altında iken, depolamanın 8.haftasında enkapsüle yağların tümünde peroksit değeri 15 meq aktif oksijen/kg'ın üzerindedir. Zeytinyağını püskürtmeli kurutucuda maltodekstrin ve PAS protein izolatu ile enkapsüle eden Koç ve ark. [533] da hermetik olarak kapatılmış alüminyum ile lamine edilmiş polietilen paketlerde 60°C sıcaklık ve %50 nemli ortamda depoladıkları mikrokapsüllerin peroksit değerlerinin depolamanın 15.gününde, tebliğde izin verilen değeri aşarak yaklaşık 40 meq O<sub>2</sub>/kg'a ulaştığını bildirmişlerdir. Genel olarak, enkapsülasyon verimi yüksek denemelerin yüzeylerinde enkapsüle edilmemiş şekilde kalan yüzey yağı miktarı daha düşük olduğu için peroksit değerlerinin de düşük olduğu tespit edilmiştir. Ancak, mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesinin, yüzey yağında ve enkapsüle yağda meydana gelen oksidasyonun bütününden etkilendiği göz ardı edilmemelidir. Bu mikrokapsüllerin raf ömürlerinin daha sağlıklı şekilde belirlenebilmesi için yüzey yağı ve enkapsüle yağda gerçekleştirilen peroksit analizinin, toplam yağda da gerçekleştirilmesi gerektiği düşünülmektedir.

Enkapsüle edilen yağların oksidatif stabilitesinin farklı faktörler tarafından etkilendiği görülmektedir. Ancak, bu çalışmada elde edilen mikrokapsüllerin peroksit değerlerine yakın sonuçların elde edildiği çalışmalar da literatürde yer almaktadır. Farklı çalışmalarda duvar materyali olarak kullanılan bileşenlerin çeşidinin ve miktarının farklı olması, üretim şartlarının farklı olması ya da son ürünün depolama şartlarının farklı olması çalışmalar arasında karşılaştırma yapılmasını zorlaştırmaktadır. Kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin su aktivitesi değerlerinin oldukça düşük olmasının ve/veya liyofilizatörde elde edilen karakteristik yüzey yapısının lipit oksidasyonunu hızlandırıcı bir etki göstermiş olabileceği düşünülmektedir. Doymamış yağ içeriğinin yüksek olmasından dolayı püskürtmeli kurutma yöntemi yerine dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsülasyonun tercih edildiği hassas ürünlerin oksidatif stabilitesinin artırılması için modifiye atmosfer altında paketlenme, mikrokapsüllerin fiziksel yapısında değişimlere sebep olan camsı geçiş sıcaklıklarının belirlenip depolamanın bu sıcaklık altında gerçekleştirilmesi ya da enkapsülasyon sürecinde antioksidanların prosese ilave edilmesi gibi önlemler alınarak mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesinin iyileştirilebileceği düşünülmektedir. Ayrıca, duvar materyalini oluşturan bileşenlerin miktarlarından etkilenen camsı geçiş sıcaklıklarının da her bir deneme için ayrı ayrı belirlenmesi, camsı bir gıda matrisi

içerisine hapsedilen yağlarda meydana gelen oksidasyonu tetikleyen diğer olası faktörleri aydınlatmak adına önemli bir adım olarak görülmektedir.

#### 4.3.4. Konjuge Dien Değeri

Çoklu doymamış yağ asitlerinden üretilen, hidrojenin koparılması ile açığa çıkan konjuge dien hidroperoksitlerin ölçümü, lipid oksidasyonunun erken aşamalarını takip etmek amacıyla yapılmaktadır [73]. Peroksit değeri ile birlikte ya da peroksit değerinin yerine, yağ stabilitesinin bir göstergesi olarak kullanılmaktadır [612]. Hatta peroksit bileşikleri oldukça kararsız yapıda oldukları için konjuge dien ölçümü, oksidasyon sürecini takip etmek için daha güvenilir bir yöntem olarak öne çıkmaktadır [613]. Ancak, karotenoidlerde konjuge yapıdaki çift bağların varlığından ve bu bağların da konjuge dien analizinin yapıldığı dalga boyunda (232 nm) absorbansa sebep olmasından dolayı karotenoid içeren yağlarda yüksek ve hatalı konjuge dien değerleri elde edilebilmektedir [612]. Bu yöntemin kısıtlayıcı başka bir yönü de numunenin yağ asidi bileşimine fazla bağımlı olmasıdır. Çoklu doymamış yağ asidi içeriği yüksek olan yağların konjuge dien değerleri, çoklu doymamış yağ asidi içeriği daha düşük olan başka yağlara göre daha hızlı şekilde yükselmektedir. Bu da, yağ asidi bileşimi farklı olan yağların konjuge dien değerlerinin karşılaştırılmasını zorlaştırmaktadır [614]. Yağ çeşidine ve yağdaki oksidasyona bağlı olmakla birlikte, bitkisel yağların konjuge dien değerleri genellikle %0–6 arasında değişmektedir [615].

Depolama süresince yüzey yağlarının konjuge dien değerlerinde meydana gelen değişim Tablo 4.26’da verilmiş ve Şekil 4.18’de grafiksel olarak gösterilmiştir. Kabak çekirdeği yağı içeren mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yüzey yağlarının konjuge dien değerleri üzerine, depolama süresi  $\times$  çeşit etkileşiminin istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.0001$ ) derecede etki yaptığı belirlenmiştir (Tablo Ek B.49). Depolamanın başlangıcında, homojenizasyon esnasında başlayan oksidasyondan dolayı yüzey yağlarının konjuge dien değerleri, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının konjuge dien değerlerinden daha yüksektir. Depolamanın ilerleyen sürecinde ise yüzey yağlarının oksijene maruz kalan yüzey alanının daha fazla olması sebebiyle yüzey yağlarının konjuge dien değerleri, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının konjuge dien değerlerinden daha yüksek olmuştur. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının konjuge dien değerinin başlangıçta %0.39; 4.haftada %0.42; 8.haftada %0.46 ve 12.haftada %0.50 olduğu belirlenmiştir. Yüzey yağlarının konjuge

dien değerlerinin ise başlangıçta %0.47–0.53; depolamanın 4.haftasında %0.50–0.58; 8.haftasında %0.54–0.65 ve 12.haftasında %0.52–0.58 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir.

**Tablo 4.26** Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının konjuge dien değerleri

| Deneme      | 0.Hafta     | 4.Hafta     | 8.Hafta     | 12.Hafta    |
|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| KÇY         | 0.39 ± 0.12 | 0.42 ± 0.01 | 0.45 ± 0.21 | 0.50 ± 0.01 |
| Deneme – 1  | 0.51 ± 0.01 | 0.53 ± 0.22 | 0.59 ± 0.01 | 0.52 ± 0.23 |
| Deneme – 2  | 0.49 ± 0.26 | 0.51 ± 0.19 | 0.56 ± 0.24 | 0.52 ± 0.28 |
| Deneme – 3  | 0.52 ± 0.32 | 0.52 ± 0.13 | 0.65 ± 0.27 | 0.58 ± 0.01 |
| Deneme – 4  | 0.49 ± 0.16 | 0.51 ± 0.25 | 0.59 ± 0.20 | 0.55 ± 0.45 |
| Deneme – 5  | 0.52 ± 0.11 | 0.53 ± 0.01 | 0.60 ± 0.01 | 0.55 ± 0.01 |
| Deneme – 6  | 0.49 ± 0.01 | 0.52 ± 0.01 | 0.53 ± 0.25 | 0.54 ± 0.02 |
| Deneme – 7  | 0.48 ± 0.37 | 0.52 ± 0.03 | 0.54 ± 0.04 | 0.52 ± 0.01 |
| Deneme – 8  | 0.53 ± 0.01 | 0.58 ± 0.01 | 0.61 ± 0.01 | 0.56 ± 0.02 |
| Deneme – 9  | 0.47 ± 0.14 | 0.52 ± 0.16 | 0.64 ± 0.01 | 0.54 ± 0.13 |
| Deneme – 10 | 0.47 ± 0.11 | 0.49 ± 0.20 | 0.54 ± 0.14 | 0.52 ± 0.19 |
| Deneme – 11 | 0.50 ± 0.04 | 0.53 ± 0.08 | 0.63 ± 0.08 | 0.58 ± 0.21 |
| Deneme – 12 | 0.47 ± 0.20 | 0.51 ± 0.01 | 0.54 ± 0.21 | 0.52 ± 0.12 |
| Deneme – 13 | 0.49 ± 0.07 | 0.53 ± 0.08 | 0.60 ± 0.14 | 0.54 ± 0.04 |
| Deneme – 14 | 0.50 ± 0.02 | 0.53 ± 0.19 | 0.58 ± 0.01 | 0.55 ± 0.18 |
| Deneme – 15 | 0.49 ± 0.01 | 0.50 ± 0.03 | 0.60 ± 0.12 | 0.54 ± 0.01 |
| Deneme – 16 | 0.49 ± 0.05 | 0.51 ± 0.07 | 0.57 ± 0.04 | 0.53 ± 0.02 |
| Deneme – 17 | 0.49 ± 0.04 | 0.49 ± 0.01 | 0.53 ± 0.03 | 0.52 ± 0.03 |
| Deneme – 18 | 0.51 ± 0.01 | 0.54 ± 0.02 | 0.62 ± 0.09 | 0.53 ± 0.15 |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

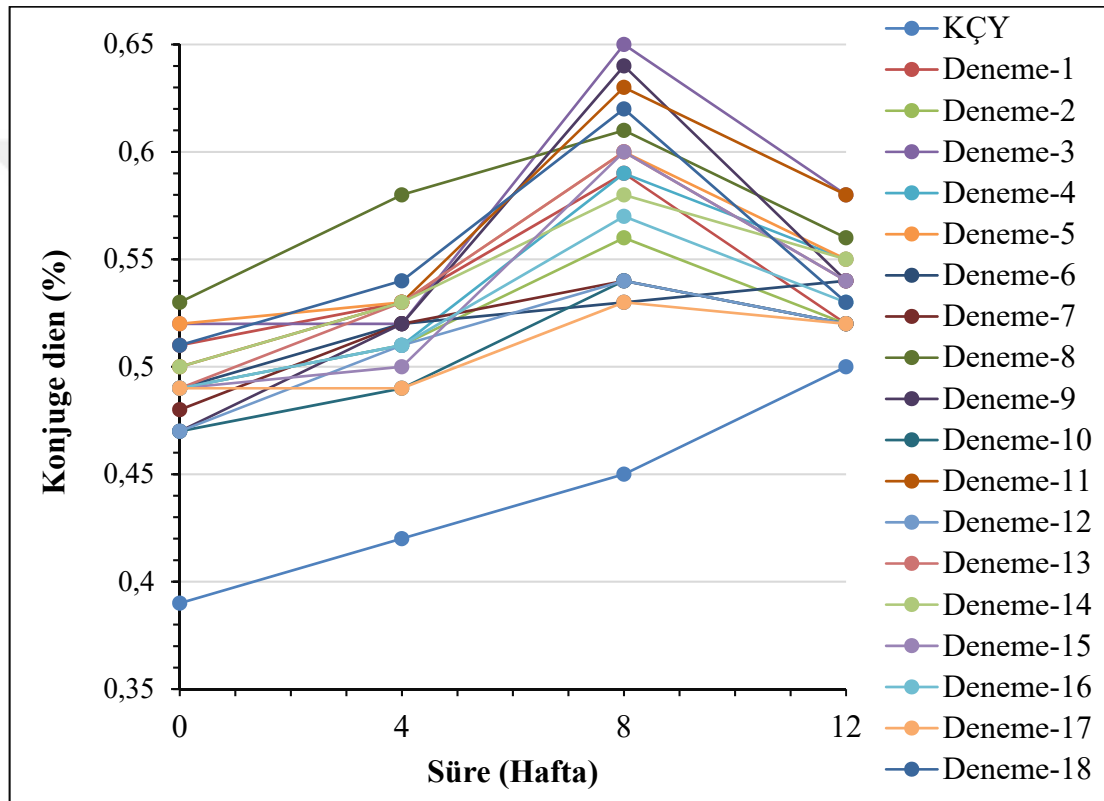
Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek B.49).

LSD: 0.0317

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Peroksit değeri gibi konjuge dien değeri de birincil oksidasyon ürünleri hakkında fikir veren bir değer olduğu için, bu iki veri arasındaki korelasyon incelenmiştir. Yüzey yağlarının peroksit değerleri ile yüzey yağlarının konjuge dien değerleri arasında kuvvetli bir pozitif ilişki olduğu belirlenmiştir (Pearson  $r=0.77947$ ;  $p < .0001$ ). Peroksit değerlerinde olduğu gibi, depolamanın 8.haftasında yüzey yağlarının konjuge dien değerleri en yüksek seviyeye çıkmıştır. Peroksit değerinde bahsedildiği üzere, Tonon ve ark. [161], düşük enkapsülasyon veriminin, mikrokapsül yüzeyinde enkapsüle edilmemiş şekilde bulunan yüzey yağı miktarının fazla olduğunun bir işareti olduğunu ve enkapsüle edilememiş yağ (yüzey yağı) miktarı ile lipit oksidasyonu arasında bir ilişki olduğunu ifade etmişlerdir. Mikrokapsüllerin yüzeylerinde enkapsüle edilememiş şekilde bulunan yağ miktarları ile yüzey

yağlarının konjuge dien değerleri arasında pozitif bir korelasyon olduğu görülmüştür (Pearson  $r=0.34984$ ;  $p<.0001$ ) (Tablo Ek A.4). Yani, genel olarak mikrokapsülün yüzeyinde bulunan yüzey yağı miktarının artması, depolama süresince yüzey yağlarının konjuge dien değerlerinin daha hızlı şekilde yükselmesine yol açmıştır. Bununla bağlantılı olarak, mikrokapsüllerin enkapsülasyon verimleri ile yüzey yağlarının ortalama konjuge dien değerleri arasında bir negatif ilişki olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r=-0.33275$ ;  $p<.0001$ ). Enkapsülasyon veriminin yükselmesi ile yüzey yağı miktarı genellikle azaldığı için bu, beklenen bir durumdur.



**Şekil 4.18** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının konjuge dien değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Depolama süresince enkapsüle yağların konjuge dien değerlerinde meydana gelen değişim Tablo 4.27’de verilmiştir ve Şekil 4.19’da grafiksel olarak gösterilmiştir. Enkapsüle yağların konjuge dien değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli ( $p<0.0001$ ) şekilde etki eden faktörler depolama süresi ve çeşittir (Tablo Ek. B.50). Yüzey yağlarının konjuge dien değerlerine benzer şekilde, depolamanın başında, enkapsüle yağların konjuge dien değerleri, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının konjuge dien değerinden daha yüksektir. Enkapsüle edilmemiş

kabak çekirdeđi yađının konjuge dien deđerinin bařlangıçta %0.39; 4.haftada %0.42; 8.haftada %0.46 ve 12.haftada %0.50 olduđu belirlenmiřtir. Enkapsüle yađların konjuge dien deđerlerinin depolamanın bařında %0.41–0.47; depolamanın 4.haftasında %0.40–0.46; depolamanın 8.haftasında %0.43–0.49 ve depolamanın 12.haftasında %0.43–0.51 arasında olduđu tespit edilmiřtir.



**Tablo 4.27** Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların konjuge dien değerleri

| Deneme    | 0.Hafta       | 4.Hafta        | 8.Hafta           | 12.Hafta           |
|-----------|---------------|----------------|-------------------|--------------------|
| KÇY       | 0.39 ± 0.12Ac | 0.42 ± 0.01Abc | 0.45 ± 0.21ABCDab | 0.50 ± 0.01ABa     |
| Deneme-1  | 0.41 ± 0.01Aa | 0.43 ± 0.01Aa  | 0.45 ± 0.02BCDEa  | 0.46 ± 0.17CDEFGa  |
| Deneme-2  | 0.40 ± 0.01Aa | 0.40 ± 0.12Aa  | 0.45 ± 0.24BCDEa  | 0.45 ± 0.07DEFGa   |
| Deneme-3  | 0.42 ± 0.07Ac | 0.46 ± 0.02Abc | 0.48 ± 0.13ABab   | 0.50 ± 0.09ABa     |
| Deneme-4  | 0.41 ± 0.05Ab | 0.42 ± 0.02Ab  | 0.46 ± 0.16ABCDa  | 0.46 ± 0.06BCDEFGa |
| Deneme-5  | 0.41 ± 0.03Ac | 0.43 ± 0.09Abc | 0.46 ± 0.09ABCDb  | 0.49 ± 0.12ABCDa   |
| Deneme-6  | 0.40 ± 0.20Aa | 0.41 ± 0.03Aa  | 0.42 ± 0.03Ea     | 0.43 ± 0.16Ga      |
| Deneme-7  | 0.40 ± 0.05Aa | 0.41 ± 0.03Aa  | 0.44 ± 0.12CDEa   | 0.44 ± 0.14EFGa    |
| Deneme-8  | 0.42 ± 0.16Ab | 0.45 ± 0.12Aab | 0.47 ± 0.02ABCab  | 0.49 ± 0.01ABCDa   |
| Deneme-9  | 0.41 ± 0.13Ab | 0.46 ± 0.05Aab | 0.49 ± 0.16Aa     | 0.50 ± 0.18ABa     |
| Deneme-10 | 0.40 ± 0.05Aa | 0.41 ± 0.03Aa  | 0.43 ± 0.07DEa    | 0.43 ± 0.02FGa     |
| Deneme-11 | 0.40 ± 0.02Ac | 0.45 ± 0.14Ab  | 0.48 ± 0.08ABab   | 0.49 ± 0.06ABCDa   |
| Deneme-12 | 0.42 ± 0.10Aa | 0.44 ± 0.19Aa  | 0.45 ± 0.09BCDEa  | 0.48 ± 0.08ABCDEa  |
| Deneme-13 | 0.41 ± 0.07Ac | 0.44 ± 0.10Ab  | 0.46 ± 0.18ABCDb  | 0.49 ± 0.08ABCDa   |
| Deneme-14 | 0.41 ± 0.12Ab | 0.43 ± 0.02Aab | 0.47 ± 0.16ABCa   | 0.47 ± 0.14ABCDEFa |
| Deneme-15 | 0.41 ± 0.14Ac | 0.44 ± 0.06Abc | 0.46 ± 0.07ABCb   | 0.51 ± 0.04Aa      |
| Deneme-16 | 0.40 ± 0.02Ab | 0.41 ± 0.13Ab  | 0.46 ± 0.16ABCa   | 0.46 ± 0.06BCDEFGa |
| Deneme-17 | 0.40 ± 0.03Aa | 0.41 ± 0.03Aa  | 0.43 ± 0.02DEa    | 0.44 ± 0.18FGa     |
| Deneme-18 | 0.41 ± 0.02Ac | 0.44 ± 0.15Abc | 0.47 ± 0.02ABCab  | 0.50 ± 0.16ABCa    |

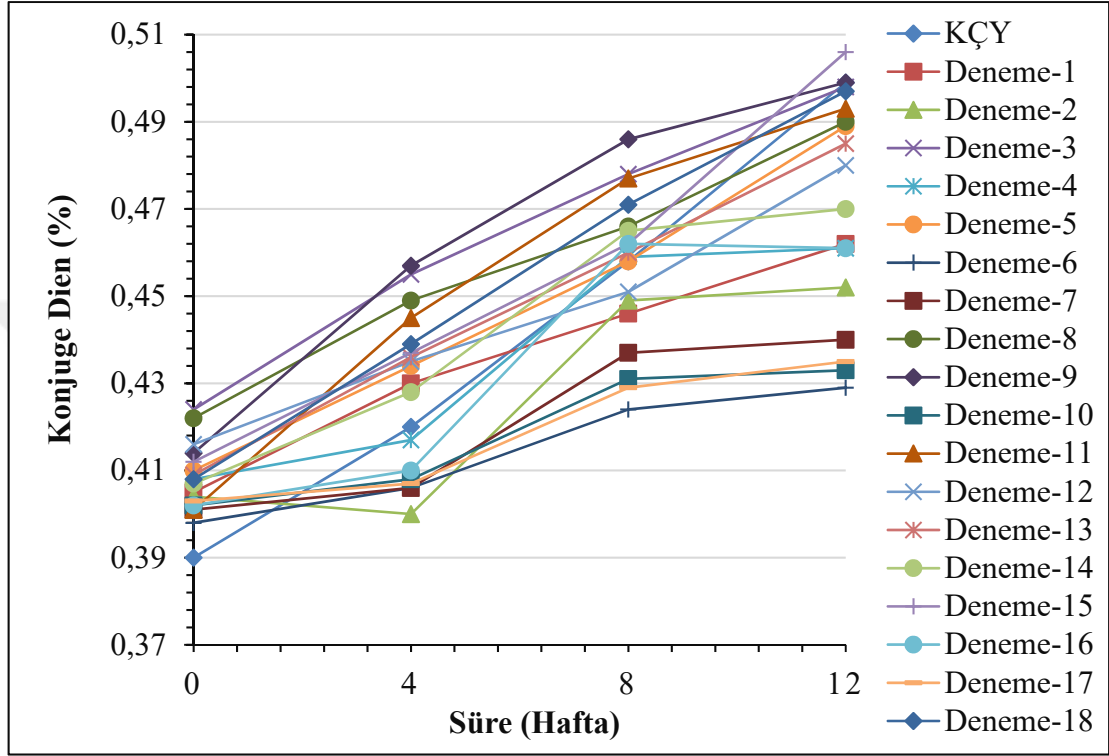
KÇY: Kabak çekirdeği yağı

A – G: Aynı sütundaki değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir (p<0.05).

a – c : Aynı satırdaki değerler arasındaki fark istatistiksel olarak önemlidir (p<0.05).

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

Yüzey yağlarına benzer şekilde, enkapsüle yağların da peroksit değerleri ile konjuge dien değerleri arasında kuvvetli bir pozitif korelasyon olduğu görülmüştür (Pearson  $r=0.83588$ ;  $p<.0001$ ). Enkapsülasyon veriminin yükselmesi ile enkapsüle yağların konjuge dien değerlerinde daha küçük artışlar meydana gelmiştir (Pearson  $r=-0.41487$ ;  $p<.0001$ ). (Tablo Ek A.5).



**Şekil 4.19** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların konjuge dien değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Calvo ve ark. [108], %15.45 doymuş, %78.94 tekli doymamış ve %5.61 çoklu doymamış yağ asidinden meydana gelen zeytinyağını protein bazlı (sodyum kazeinat+maltodekstrin) ya da karbonhidrat bazlı (karboksimetil selüloz+maltodekstrin) duvar materyallerini kullanarak püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Bu mikrokapsüller daha sonra, ağzı kapalı, çift katlı plastik çantalara alınarak 37°C’de, karanlık ortamda 11 ay depolanmıştır. Depolama süresince konjuge dien değerlerinde artış gözlenmiştir; fakat protein bazlı duvar materyalleri ile kaplanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin (1.66–1.83), karbonhidrat bazlı duvar materyallerinin kullanıldığı mikrokapsüllerden (1.87–2.15) daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Araştırmacılar, protein bazlı modelin, enkapsüle zeytinyağının stabilitesini daha etkili şekilde koruduğunu bildirmişlerdir [108]. Yine Calvo ve ark.

[111] tarafından yürütülen başka bir çalışmada ise benzer bir sonuç, dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen ceviz yağı mikrokapsüllerinde elde edilmiştir. Bu çalışmada duvar materyali olarak kullanılan bileşenler ile kabak çekirdeği yağı içeren mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yüzey yağları ve enkapsüle yağların konjuge dien değerleri arasındaki ilişkiler irdelenmiş ve Pearson korelasyon katsayıları Tablo Ek A.4 ve Tablo Ek A.5’de verilmiştir.

İlgili tablolarda görüldüğü üzere, duvar materyali olarak kullanılan bileşenler ile konjuge dien değerleri arasında kuvvetli bir ilişki tespit edilememiştir. Ancak Calvo ve ark.’nın [111] aksine, protein bileşenlerinin konjuge dien değerlerinin azalması üzerine olumlu bir etki yaratmadığı belirlenmiştir. Diğer yandan, karbonhidrat bazlı bileşenler olan maltodekstrin ve gam arabik miktarı ile yüzey yağı ve enkapsüle yağların konjuge dien değerleri arasında zayıf negatif korelasyonların olduğu görülmüştür (Tablo Ek A.4 ve Tablo Ek A.5).

Martinez ve ark. [93], chia yağı (%7.18 oleik asit, %20.10 linoleik asit, %61.80 linolenik asit) ve ceviz yağını (%22.90 oleik asit, %52.40 linoleik asit, %15.20 linolenik asit) püskürtmeli kurutucuda maltodekstrin+hidroksimetil selüloz kullanarak enkapsüle etmiş ve mikrokapsülleri amber renkli cam şişelere alarak 25°C sıcaklık ve %40 nispi nemli ortamda 3 ay depolamışlardır. Bütün mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin 90 gün boyunca artış gösterdiği belirlenmiştir. Ancak, aynı duvar materyali ile aynı yöntemle enkapsüle edilen chia yağı ve ceviz yağının konjuge dien değerleri arasında büyük farklılık olduğu belirlenmiştir (90.günde chia yağı mikrokapsülünün konjuge dien değeri=10–11; ceviz yağı mikrokapsülünün konjuge dien değeri=3–4). Araştırmacılar, lipid oksidasyonunun karmaşık bir sistem olduğunu ve oksidasyon indislerinde meydana gelen farklılıkların, yağların sahip olduğu farklı yağ asitleri bileşimi ve doymamışlık derecesi ile ilişkili olduğunu belirtmişlerdir [93].

Liu ve ark. [173], jelatin+gam arabik matrisi içerisine kompleks koaservasyon yöntemiyle hapsedtikleri keten tohumu yağını dondurarak kurutmuşlardır. Elde edilen mikrokapsüller, azot gazı ile kapatılmış amber renkli cam şişelerde oda sıcaklığında 25 gün depolanmıştır. Depolamanın başında, enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağının konjuge dien değerinin 10.70  $\mu\text{mol/g}$ ; mikrokapsüllerin konjuge dien değerinin 10  $\mu\text{mol/g}$  olduğu tespit edilmiştir. Depolama boyunca mikrokapsüllerin konjuge dien değerinin çok fazla değişmediği görülürken, enkapsüle edilmemiş yağın

konjuge dien değeri 20  $\mu\text{mol/g}$ 'a yaklaşmıştır. Bu sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda, Liu ve ark. [173], jelatin+gam arabik kapsül tasarımının, oksidatif bozunmaya karşı etkin bir koruma sağladığını ifade etmişlerdir. Soğuk pres keten tohumu yağı ile gerçekleştirilen başka bir çalışmada modifiye nişasta duvar materyali olarak kullanılmış ve emülsiyon, püskürtmeli kurutucuda kurutulmuştur. Enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağı ve mikrokapsüller, koyu cam şişelere alınarak oda sıcaklığında 6 ay depolanmıştır. Enkapsüle edilmemiş yağın konjuge dien değeri, birincil oksidasyon ürünlerinin parçalanması sonucunda 2.aydan sonra azalırken, mikrokapsüllerin konjuge dien değerleri 4.aya kadar yavaş, 4.aydan sonra ise hızlı bir şekilde artış göstermiştir. Barroso ve ark. [568] ile Chew ve Nyam [582] mikroenkapsülasyon işleminin, konjuge dien oluşumunu büyük ölçüde yavaşlattığını ileri sürmüşlerdir.

Drusch ve ark. [258], rafine edilmiş, soğuk pres balık yağının modifiye nişasta+glikoz şurubu karışımını kullanarak püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Elde edilen mikrokapsüller, ağzı kapalı cam kaplara alınarak farklı sıcaklık (5, 20 ve 40°C) ve nispi neme (%11, 33, 48–59 ve 75) sahip ortamlarda 3 hafta depolanmıştır. 5°C'de 17 gün boyunca %11 nispi nemde depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin 32–39.10 mmol/kg yağ; %33 nispi nemde depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin 32–40.90 mmol/kg yağ ve %59 nispi nemde depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin 32–48.70 mmol/kg yağ arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. 20°C'de %11 ve %33 nispi neme sahip ortamlarda depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerleri 40 mmol/kg yağı aşmamış iken, %54 nispi nemli ortamda depolanan mikrokapsüllerde 17.günün sonunda 50 mmol/kg yağ değerine ulaşılmıştır. 40°C'de 17 gün boyunca %11 nispi neme sahip ortamda depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerleri 32–39.20 mmol/kg yağ; %33 nispi neme sahip ortamda depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerleri 32–45.10 mmol/kg yağ ve %54 nispi neme sahip ortamda depolanan mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin 32–63.40 mmol/kg yağ arasında değiştiği tespit edilmiştir. Araştırmacılar, mikrokapsüllerde meydana gelen lipid oksidasyonunun belli bir dereceye kadar sıcaklık tarafından etkilendiğini, fakat nispi nemin daha büyük etkiye sahip bir faktör olduğunu ifade etmişlerdir. Nispi nemin yüksek olduğu ortamlarda oksidasyonun hızlanma sebebinin de nispi nemin yükselmesi ile, nem içeriği oldukça düşük olan mikrokapsüllerin nemi absorbe etmesi

ve bunun sonucu olarak mikroyapısal düzeyde mikrokapsüllerin kısmi olarak çözünmesi (resolution) ve yağın matristen kurtulması olduğunu belirtmişlerdir [258].

Bu çalışmada kullanılan kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin konjuge dien değerlerinin esas olarak enkapsülasyon verimi tarafından etkilendiği görülmüştür. Enkapsülasyon veriminin yüksek olduğu denemelerin konjuge dien değerlerinin, enkapsülasyon verimi düşük olan denemelerin konjuge dien değerlerinden daha düşük olduğu belirlenmiştir. Mikroenkapsülasyon işlemi sayesinde kabak çekirdeği yağında konjuge dien oluşumu yavaşlamıştır. Mikrokapsüllerin konjuge dien değerlerinin, kontrollü nispi nemli ortamda depolama ile daha da düşürülebileceği düşünülmektedir.

#### 4.3.5. *P*-anisidin Değeri

*P*-anisidin testi, oksidasyonun ikinci aşamasında, kararsız haldeki hidroperoksit bileşiklerinin parçalanması sonucunda oluşan yüksek moleküler ağırlığa sahip doymuş ve doymamış karbonil bileşiklerinin (özellikle 2-alkenal ve 2,4-alkadienal gibi aldehitler) miktarını ölçmektedir [62,73,612]. Çoklu doymamış yağ asitlerinin fazla olduğu yağlarda, 2-alkenal bileşiklerinin oluşma potansiyeli daha yüksektir [615]. Bu değer, yağda başlangıçta bulunan enal bileşiklerinin miktarı tarafından etkilenmektedir. Bu yüzden, birçok araştırmacı, bu değerini aynı çeşit yağ içerisinde kıyaslanmasının daha doğru olacağını; farklı orjine sahip yağların anisidin değerlerini karşılaştırmanın mantıklı olmayacağını ileri sürmektedir [74,78]. *P*-anisidin değerinin 1 olması, yaklaşık %0.1 oranında okside materyale karşılık gelmektedir [616]. Bitkisel yağların *p*-anisidin değerleri ile ilgili bir spesifikasyon bulunmamaktadır. Ancak eikosapentaenoik asit (C20:5) ve dokosaheksaenoik asit (C22:6) gibi çoklu doymamış yağ asitlerini yüksek miktarda içeren balık yağı, balık ciğeri yağı, konsantre balık yağı ve konsantre balık yağı etil esterleri için Codex Alimentarius Komisyonu tarafından maksimum *p*-anisidin değeri 20 olarak belirlenmiştir [617].

Yüzey yağlarının *p*-anisidin değerlerinin depolama süresince değişimi Tablo 4.28'de verilmiş ve Şekil 4.20'de grafiksel olarak gösterilmiştir. Depolama süresi × çeşit arasındaki etkileşim, yüzey yağlarının *p*-anisidin değerleri üzerine istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.0001$ ) şekilde etki etmiştir (Tablo Ek B.51). Depolama süresinin ilerlemesi ile mikrokapsüllerin *p*-anisidin değerleri artmıştır. Özellikle 8.haftadan sonra, bu artış daha belirgin hale gelmiştir. Kabak çekirdeği yağının ortalama *p*-

anisinin değeri 4.34 iken, mikrokapsüllerin ortalama *p*-anisinin değeri 9.77–13.12 arasında değişim göstermiştir. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının *p*-anisinin değerinin depolamanın başında 1.65; depolamanın 4.haftasında 2.06; 8.haftada 4.46 ve depolamanın sonunda 9.18 olduğu belirlenmiştir. Diğer yandan, mikrokapsüllerin yüzey yağlarının *p*-anisinin değerlerinin ise depolamanın başlangıcında 2.05–2.92; 4.haftada 4.97–6.86; 8.haftada 9.97–14.20 ve depolamanın sonunda 21.67–29.38 arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Codex Alimentarius Komisyonu tarafından balık yağları için belirlenen üst limit olan 20 değeri, yüzey yağlarında 8.haftadan sonra aşılmıştır. Depolamanın her aşamasında, yüzey yağlarının *p*-anisinin değeri, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının *p*-anisinin değerlerinden daha yüksek olmuştur. Peroksit ve konjuge dien gibi diğer oksidasyon indislerinde bahsedildiği üzere, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ile mikrokapsüllerin *p*-anisinin değeri arasındaki bu büyük farkın sebebi, homojenizasyon aşamasında oksidasyonun tetiklenmesi ve homojenizasyon sonucunda yağ globüllerinin yüzey alanının artmasıdır.

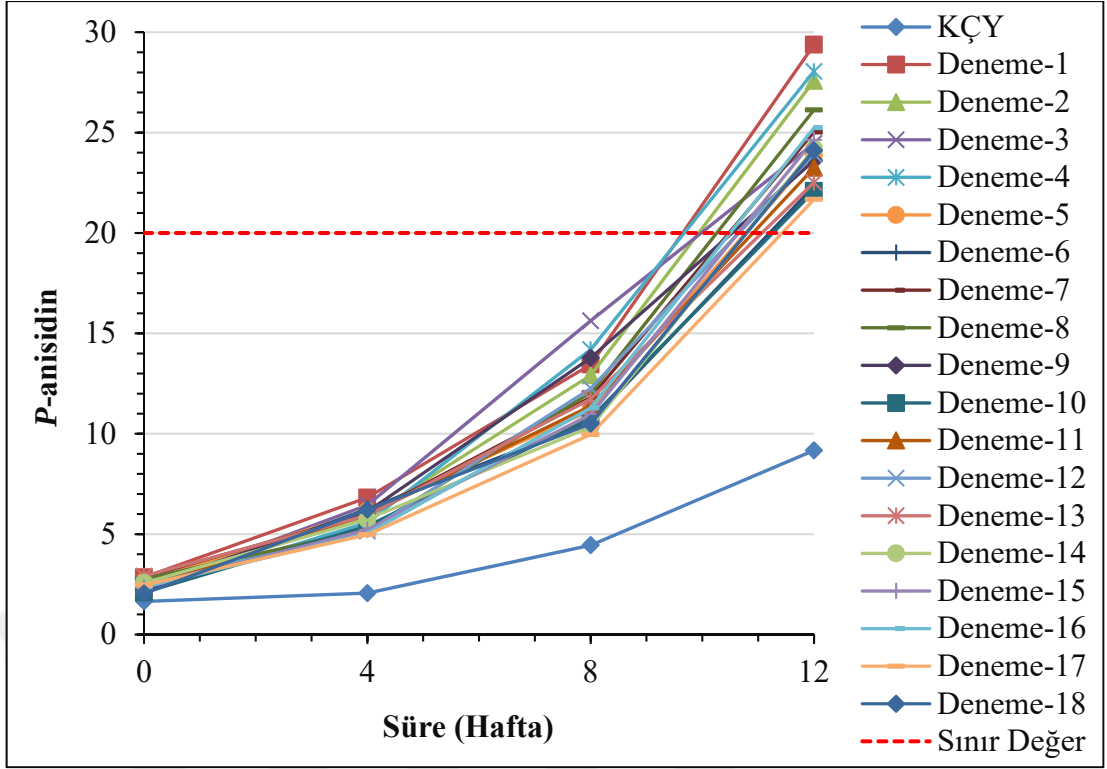
**Tablo 4.28** Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının *p*-anisinin değeri

| Deneme      | 0.Hafta     | 4.Hafta     | 8.Hafta      | 12.Hafta     |
|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| KÇY         | 1.65 ± 0.10 | 2.06 ± 0.10 | 4.45 ± 0.26  | 9.17 ± 0.28  |
| Deneme – 1  | 2.85 ± 0.30 | 6.82 ± 0.18 | 13.45 ± 1.08 | 29.38 ± 0.34 |
| Deneme – 2  | 2.67 ± 0.17 | 5.86 ± 0.65 | 12.91 ± 1.12 | 27.58 ± 0.36 |
| Deneme – 3  | 2.29 ± 0.16 | 6.45 ± 0.74 | 15.63 ± 0.44 | 24.47 ± 1.66 |
| Deneme – 4  | 2.19 ± 0.13 | 5.58 ± 0.56 | 14.20 ± 0.89 | 28.05 ± 1.27 |
| Deneme – 5  | 2.63 ± 0.14 | 6.16 ± 0.97 | 11.16 ± 1.23 | 23.90 ± 0.98 |
| Deneme – 6  | 2.13 ± 0.16 | 6.26 ± 0.52 | 10.61 ± 0.46 | 22.33 ± 0.63 |
| Deneme – 7  | 2.86 ± 0.31 | 6.00 ± 0.91 | 11.81 ± 1.09 | 25.03 ± 1.27 |
| Deneme – 8  | 2.77 ± 0.16 | 5.23 ± 0.83 | 12.05 ± 0.56 | 26.13 ± 1.23 |
| Deneme – 9  | 2.42 ± 0.39 | 6.12 ± 1.09 | 13.78 ± 0.40 | 23.61 ± 2.23 |
| Deneme – 10 | 2.09 ± 0.11 | 5.40 ± 0.37 | 10.78 ± 0.76 | 22.09 ± 0.17 |
| Deneme – 11 | 2.37 ± 0.18 | 5.97 ± 0.54 | 11.38 ± 1.03 | 23.25 ± 1.96 |
| Deneme – 12 | 2.45 ± 0.36 | 5.15 ± 0.69 | 12.26 ± 0.28 | 23.93 ± 2.06 |
| Deneme – 13 | 2.91 ± 0.25 | 5.94 ± 0.76 | 11.73 ± 1.25 | 22.52 ± 0.60 |
| Deneme – 14 | 2.57 ± 0.46 | 5.75 ± 0.77 | 10.34 ± 0.52 | 24.21 ± 2.09 |
| Deneme – 15 | 2.33 ± 0.25 | 5.22 ± 0.89 | 10.97 ± 0.53 | 24.64 ± 1.89 |
| Deneme – 16 | 2.37 ± 0.38 | 5.04 ± 0.59 | 11.29 ± 1.17 | 25.24 ± 2.15 |
| Deneme – 17 | 2.46 ± 0.47 | 4.97 ± 0.80 | 9.96 ± 1.72  | 21.67 ± 0.88 |
| Deneme – 18 | 2.04 ± 0.59 | 6.22 ± 0.96 | 10.50 ± 1.22 | 24.11 ± 1.98 |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek.B.51).

LSD: 2.6683



**Şekil 4.20** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının *p*-anisidin değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

12 haftalık depolama süresince enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının ve mikrokapsüllerden ekstrakte edilen enkapsüle yağların *p*-anisidin değerleri Tablo 4.29’da verilmiş ve Şekil 4.21’de grafiksel olarak gösterilmiştir. Depolama süresi × çeşit arasındaki etkileşimin, enkapsüle yağların *p*-anisidin değerleri üzerine olan etkisi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek B.52). Yüzey yağlarına benzer şekilde, enkapsüle yağların da *p*-anisidin değerlerinde artış gözlenmiştir. Ancak bu artış, yüzey yağlarına kıyasla oldukça düşüktür. Bu sonuca paralel şekilde, Omar ve ark. [104] da, püskürtmeli kurutucuda elde ettikleri keten tohumu yağı mikrokapsüllerinin yüzey yağlarının *p*-anisidin değerlerinin, mikrokapsüllerden ekstrakte edilen enkapsüle yağların *p*-anisidin değerlerinden daha yüksek olduğunu tespit etmiştir. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının *p*-anisidin değerinin depolamanın başında 1.65; depolamanın 4.haftasında 2.06; 8.haftada 4.46 ve depolamanın sonunda 9.18 olduğu belirlenmiştir. Mikrokapsüllerden ekstrakte edilen enkapsüle yağların *p*-anisidin değerlerinin depolamanın başlangıcında 2.52–3.11; 4.haftada 2.06–2.77; depolamanın 8.haftasında 2.46–3.44 ve 12.haftada 3.20–5.10 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Codex Alimentarius Komisyonu tarafından

balık yağları için belirlenen üst limit olan 20 değeri, depolama sürecinde enkapsüle yağlarda aşılmamıştır. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ile kıyaslandığında, depolamanın ilerleyen sürecinde enkapsülasyonun, kabak çekirdeği yağının *p*-anisidin değerinin azalması üzerine etkili olduğu görülmektedir.

**Tablo 4.29** Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların *p*-anisidin değerleri

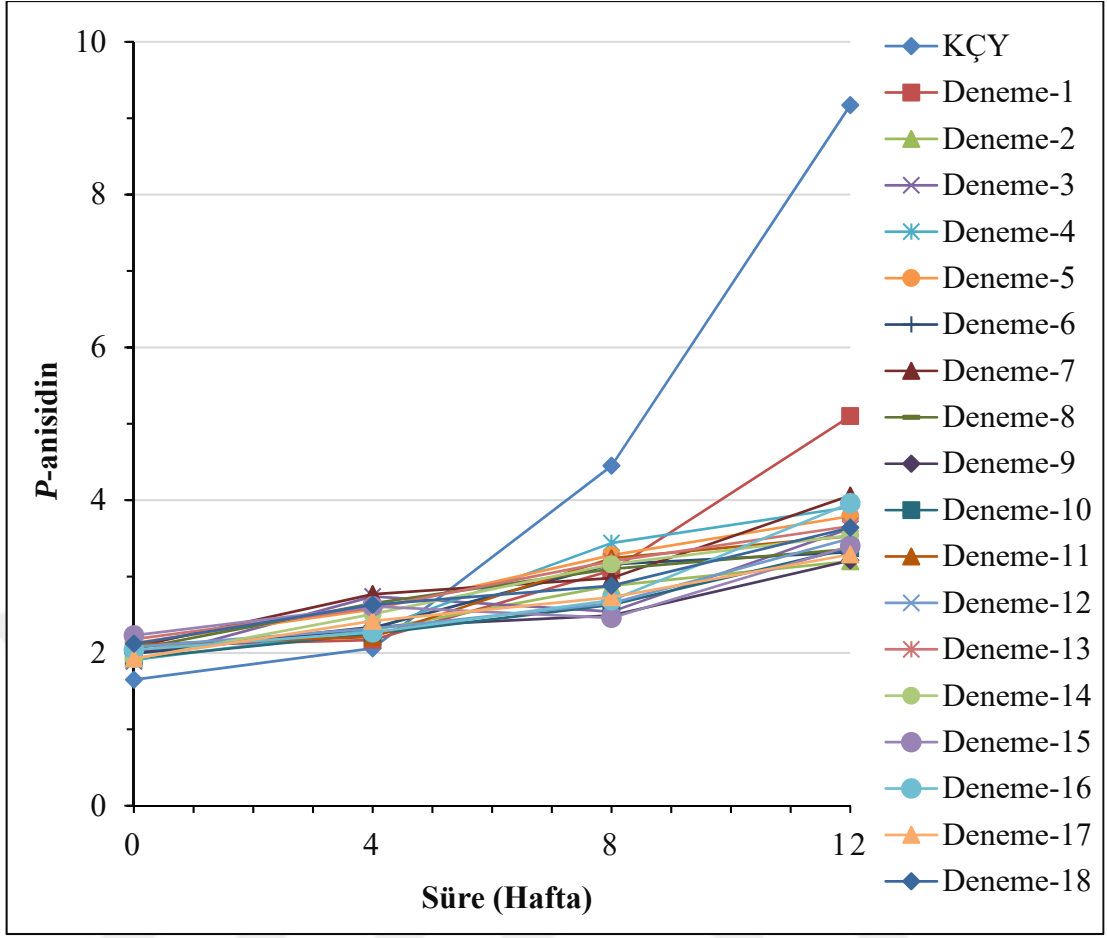
| Deneme      | 0.Hafta     | 4.Hafta     | 8.Hafta     | 12.Hafta    |
|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| KÇY         | 1.65 ± 0.10 | 2.06 ± 0.10 | 4.45 ± 0.26 | 9.17 ± 0.28 |
| Deneme – 1  | 1.91 ± 0.12 | 2.30 ± 0.25 | 3.44 ± 0.38 | 3.91 ± 0.36 |
| Deneme – 2  | 2.08 ± 0.15 | 2.30 ± 0.16 | 2.88 ± 0.24 | 3.20 ± 0.20 |
| Deneme – 3  | 1.89 ± 0.26 | 2.74 ± 0.52 | 2.54 ± 0.16 | 3.63 ± 0.39 |
| Deneme – 4  | 2.09 ± 0.16 | 2.17 ± 0.12 | 3.08 ± 0.17 | 5.10 ± 0.51 |
| Deneme – 5  | 2.13 ± 0.13 | 2.57 ± 0.27 | 3.28 ± 0.38 | 3.79 ± 0.42 |
| Deneme – 6  | 2.01 ± 0.25 | 2.34 ± 0.24 | 2.49 ± 0.20 | 3.21 ± 0.33 |
| Deneme – 7  | 2.08 ± 0.16 | 2.32 ± 0.10 | 2.65 ± 0.11 | 3.50 ± 0.24 |
| Deneme – 8  | 2.05 ± 0.28 | 2.65 ± 0.27 | 3.10 ± 0.22 | 3.36 ± 0.26 |
| Deneme – 9  | 1.99 ± 0.27 | 2.33 ± 0.34 | 3.16 ± 0.28 | 3.32 ± 0.41 |
| Deneme – 10 | 1.93 ± 0.23 | 2.25 ± 0.13 | 2.63 ± 0.11 | 3.37 ± 0.18 |
| Deneme – 11 | 2.11 ± 0.18 | 2.21 ± 0.24 | 3.24 ± 0.18 | 3.53 ± 0.33 |
| Deneme – 12 | 2.08 ± 0.23 | 2.77 ± 0.53 | 2.98 ± 0.39 | 4.06 ± 0.21 |
| Deneme – 13 | 2.18 ± 0.29 | 2.59 ± 0.39 | 3.20 ± 0.19 | 3.66 ± 0.26 |
| Deneme – 14 | 1.92 ± 0.23 | 2.51 ± 0.36 | 3.16 ± 0.29 | 3.54 ± 0.36 |
| Deneme – 15 | 2.23 ± 0.28 | 2.61 ± 0.39 | 2.46 ± 0.16 | 3.40 ± 0.32 |
| Deneme – 16 | 2.04 ± 0.32 | 2.27 ± 0.23 | 2.69 ± 0.38 | 3.96 ± 0.41 |
| Deneme – 17 | 1.93 ± 0.20 | 2.42 ± 0.28 | 2.73 ± 0.31 | 3.29 ± 0.36 |
| Deneme – 18 | 2.12 ± 0.18 | 2.63 ± 0.10 | 2.88 ± 0.40 | 3.64 ± 0.19 |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek.B.52).

LSD: 0.7891

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.



**Şekil 4.21** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların *p*-anisidin değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Hogan ve ark. [618] balık yağını, sodyum kazeinat (protein içeriği %85) ve farklı dekstroz eşdeğerliğine sahip karbonhidratlar ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Ayrıca antioksidan kaynağı olarak emülsiyonlara troloks (100 ppm veya 500 ppm) ya da  $\alpha$ -tokoferol (100 ppm veya 500 ppm) ilave edilmiştir. Elde edilen mikrokapsüller hava sızdırmaz kaplara alınarak 4°C’de karanlık ortamda 28 gün depolanmıştır. Enkapsülasyon prosesi ve depolama süresince, 500 ppm  $\alpha$ -tokoferol ilave edilen örnek hariç, tüm numunelerin *p*-anisidin değerlerinde artış meydana gelmiştir. Depolama sonunda mikrokapsüllerin *p*-anisidin değerlerinin yaklaşık 20–35 arasında değişim gösterdiği; en düşük değere ise 100 ppm  $\alpha$ -tokoferol ilave edilen mikrokapsüllerin sahip olduğu bildirilmiştir [618]. Waterhouse ve ark. [619] tarafından yapılan araştırmada antioksidan kaynağı olarak kuersetin, doğrudan kanola yağına ya da duvar materyali olarak kullanılan aljinata ilave edilmiştir. Mikrokapsüller, daha sonra 20°C veya 38°C’de depolanmıştır. Kuersetinin doğrudan

kanola yağına ilave edildiği mikrokapsüllerin *p*-anisidin değerlerinin, kuersetinin aljinata ilave edildiği gruplardan daha düşük olduğu belirlenmiştir. Araştırmacılar bunun; duvar materyaline eklenen kuersetinin, yapısında bulunan hidrofilik gruplardan dolayı aljinat molekülündeki üronik asidin hidroksil gruplarına daha kolay bağlanması ve böylece mikrokapsülün yüzey gerilimini azaltarak oksijenin difüzyon hızının artmasına yol açması ile ilişkili olabileceğini ileri sürmüşlerdir [619]. Balık yağı ile yapılan diğer bir çalışmada, balık yağı dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsüle edilmiştir. İşlem sonunda mikrokapsüller, öğütülmeden (pellet halinde) ya da öğütülerek ağzı açık şekilde petri kaplarına alınmış ve nispi nemi %30 olan karanlık bir ortamda 25°C’de 12 hafta depolanmıştır. Genel olarak, öğütmenin, hava ile teması artırarak oksidasyonu hızlandığı bilinse de öğütülmüş durumdaki mikrokapsüllerin *p*-anisidin değerlerinin, pellet halindeki mikrokapsüllerden daha düşük olduğu görülmüştür. 12 hafta sonunda pellet haldeki numunelerin *p*-anisidin değerlerinin yaklaşık 100–500; öğütülmüş haldeki mikrokapsüllerin ise, bir deneme haricinde, 50–100 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir. Araştırmacılar, donma hızının düşmesi ve damlacık büyüklüğünün artması ile *p*-anisidin değerlerinin arttığını ve mikrokapsüllerin raf ömrünün azaldığını ileri sürmüşlerdir [371].

Konjuge linoleik asidin püskürtmeli kurutucuda PAS proteini ile enkapsüle edildiği bir çalışmada mikrokapsüller, sabit nispi neme sahip, ağzı kapalı cam kaplara alınarak 45°C’de 60 gün depolanmıştır. Depolamanın başında mikrokapsüllerin *p*-anisidin değerinin 0.40 olduğu, depolama süresince sürekli artış gösterdiği ve 60.günün sonunda ise 1.15’e yükseldiği belirlenmiştir [205]. Diğer yandan, ko-ekstrüzyon tekniğiyle elde edilen kenaf (*Hibiscus cannabinus*) tohumu yağı mikrokapsüllerinin *p*-anisidin değerlerinin depolama süresince büyük bir değişim göstermediği (25°C’de 28 gün boyunca 2.50–4.10; 65°C’de 24 gün boyunca 3.30–7.20 arasında) bildirilmiştir. Ancak, enkapsüle edilmeyen yağın *p*-anisidin değerinin depolamanın sonunda her iki depolama sıcaklığında da 11’i aştığı belirlenmiştir. Araştırmacılar, enkapsülasyon işleminin, kenaf yağının oksidatif stabilitesini artırdığını ifade etmişlerdir [582]. Ahn ve ark. [598], oleik asit içeriği yüksek ayçiçek yağını dekstrin (DE 8–12)+süt proteini izolatu+soya lesitini ile püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Antioksidan kaynağı olarak bazı bitki ekstraktları da ilave edilmiştir. Mikrokapsüller, ağzı kapalı PYREX cam kaplara alınmış ve 60°C’de 30 gün depolanmıştır. Depolama boyunca, tüm mikrokapsüllerin *p*-anisidin değerlerinde

artış meydana gelmiştir. Antioksidan ilave edilmeyen mikrokapsüllerin 30 gün sonunda *p*-anisidin değeri 45'e yaklaşmıştır. Antioksidan içeren grupların *p*-anisidin değerleri ise 30.gün sonunda yaklaşık 10 ile 40 arasında değişim göstermiştir. Çalışma sonunda, bitki ekstraktlarının, mikrokapsüllerde meydana gelen lipid oksidasyonunu engelleme konusunda etkili olduğu tespit edilmiştir [598].

Goyal ve ark. [620] keten tohumu yağını; PAS proteini+laktoz, PAS proteini+laktoz+antioksidan (askorbil palmitat) ve sodyum kazeinat+laktoz karışımlarını duvar materyali olarak kullanarak püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Mikrokapsüller, alüminyum folyo paketlere alınarak paketlenmiş ve 2 farklı sıcaklıkta (4°C ve 35°C) 6 ay depolanmıştır. Sıcaklığın yükselmesi ile *p*-anisidin değerleri de daha hızlı şekilde artış göstermiştir; fakat depolama süresince mikrokapsüllerin *p*-anisidin değeri 20'yi aşmamıştır. Araştırmacılar, süt proteinlerinin kullanıldığı enkapsülasyon işleminin, keten tohumu yağını oksidasyona karşı koruduğunu belirtmişlerdir. Bu koruyucu etkiyi de süt proteinlerinin, serbest radikal süpürme ve metal iyonlarını bağlama yeteneği sayesinde sahip olduğu antioksidan aktivite ile ilişkilendirmişlerdir [620]. Bu çalışmada üretilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinden ekstrakte edilen enkapsüle yağların *p*-anisidin değerleri ile PAS proteini miktarı arasında çok zayıf bir negatif ilişki olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r=-0.04292$ ;  $p=0.0810$ ). Yüzey yağlarının *p*-anisidin değerleri ile PAS proteini miktarı arasında ise bir ilişki tespit edilememiştir (Pearson  $r=0.00104$ ;  $p=0.9901$ ). Diğer yandan Tontul ve Topuz [507], keten tohumu yağı içeren mikrokapsülleri oksidasyona karşı en etkili şekilde koruyan duvar materyali bileşiminin PAS proteini+maltodekstrin olduğunu bildirmişlerdir. Bunun da PAS proteini ve maltodekstrin arasında meydana gelen etkileşimlerden kaynaklandığını ileri sürmüşlerdir. Kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinden ekstrakte edilen enkapsüle yağların *p*-anisidin değerleri ile PAS proteini+maltodekstrin miktarı arasında çok zayıf negatif bir korelasyon olduğu görülmüştür (Pearson  $r=-0.09170$ ;  $p=0.2743$ ). Ancak, yüzey yağlarında böyle bir ilişki tespit edilememiştir. Yüzey yağlarının *p*-anisidin değerleri üzerine enkapsüle edilememiş yağ miktarı ve oksijenle temas yüzeyi gibi diğer faktörlerin daha büyük etki yaptığı düşünülmektedir. Bu yüzden, duvar materyali olarak kullanılan bileşenler ile yüzey yağlarının *p*-anisidin değerleri arasında anlamlı bir ilişki kurmaya çalışmak anlamlı olmamaktadır.

Liu ve ark. [173], koaservasyon yöntemiyle keten tohumu yağını gam arabik+jelatin içerisine hapsetmiş ve daha sonra, bunları liyofilizatörde kurutarak toz haline getirmişlerdir. Mikrokapsüller, ağzı kapalı amber renkli cam şişelere azot gazı eşliğinde alınmış ve oda sıcaklığında 25 gün depolanmıştır. Enkapsülasyon öncesi ve enkapsülasyonun hemen sonrasında keten tohumu yağının oksidasyon indisleri (peroksit değeri, konjuge dien değeri ve *p*-anisidin) arasındaki farkın oldukça az olduğu belirlenmiştir. Ancak depolamanın ilerlemesiyle, enkapsüle edilmemiş keten tohumu yağı ile mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yağ arasındaki farkın arttığı görülmüştür. Depolamanın sonunda, enkapsüle edilmemiş yağın *p*-anisidin değerinin 6'ya yaklaştığı, ancak mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yağın *p*-anisidin değerinin 2'nin biraz üzerinde olduğu tespit edilmiştir. Araştırmacılar, oluşturulan mikrokapsül tasarımının, oksidatif bozunmaya karşı yeterli derecede koruma sağladığını ifade etmişlerdir [173]. Farklı püskürtmeli kurutma şartlarının, balık yağı içeren mikrokapsüllerde lipit oksidasyonu üzerine etkisini araştıran Drusch ve Berg [621], depolama süresince mikrokapsüllerin peroksit ve *p*-anisidin değerleri arasında kuvvetli bir pozitif korelasyon ( $r=0.941$ ) olduğunu belirlemiştir. Bu çalışmada liyofilizatörde elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinin peroksit ve *p*-anisidin değerleri arasındaki ilişki de irdelenmiştir. Yüzey yağlarının ve enkapsüle yağların peroksit ve *p*-anisidin değerleri arasında kuvvetli pozitif ilişki tespit edilmiştir (sırasıyla Pearson  $r=0.621469$ ;  $p<.0001$  ve Pearson  $r=0.76389$ ;  $p<.0001$ ) (Tablo Ek A.3. ve Tablo Ek A.4). Yüzey yağlarında bu ilişkinin daha zayıf olması, yüzey yağlarında oksidasyonun çok hızlı şekilde ilerlemesi ve özellikle 2.aydan sonra peroksit değerlerinin azalması, *p*-anisidin değerlerinin ise depolama süresince sürekli artması ile açıklanabilir. Peroksit değerlerinde meydana gelen bu dalgalanmanın, daha düşük bir korelasyon katsayısının elde edilmesine yol açmış olabileceği düşünülmektedir. Yüzey yağlarından farklı olarak enkapsüle yağlarda ise gerek peroksit değerleri gerek *p*-anisidin değerleri depolama süresince birbirine benzer şekilde sürekli artış göstermiştir. Enkapsüle yağlarda değerler arasındaki bu paralelliğin, daha kuvvetli bir ilişkinin tespit edilmesine yardımcı olmuş olabileceği değerlendirilmektedir.

Aktif bileşenin stabilizasyonu için kullanılan yöntemler arasındaki farklılık; enkapsülasyonda duvar materyali olarak kullanılan bileşenlerin çeşidi ve oranı arasındaki farklılık, depolama şartları ve lipit oksidasyonunu takip etmek için

kullanılan parametreler arasındaki farklılıklardan dolayı, bugüne kadar gerçekleştirilen diğer yağ enkapsülasyonu çalışmalarında elde edilen sonuçlar ile bu projede elde edilen sonuçların kıyaslanması oldukça güçtür.

#### 4.3.6. Toplam Oksidasyon (Totoks) Değeri

Toplam oksidasyon değeri, bir yağın geçmişi (*p*-anisidin değeri) ile şimdiki durumunu (peroksit değeri) birlikte ortaya koyan bir veri olarak kullanılmaktadır [612]. Oksidasyonun ilerlemesi ile peroksitler parçalanarak, *p*-anisidin ile tepkime veren ikincil oksidasyon ürünlerinin ortaya çıkmasına sebep olduğu için Holm, peroksit değeri ile *p*-anisidin değeri arasında bir ilişkinin kurulabileceğini ileri sürmüştür. Peroksit değerinde meydana gelen bir birimlik artışın, *p*-anisidin değerinde meydana gelen iki birimlik artışa eşdeğer olduğunu ifade etmiş ve bunu da “(*p*-anisidin değeri) + 2 × (peroksit değeri)” şeklinde formülize etmiştir [622]. Bitkisel yağların totoks değerleri ile ilgili bir spesifikasyon bulunmamaktadır. Ancak eikosapentaenoik asit (C20:5) ve dokosahekzaenoik asit (C22:6) gibi çoklu doymamış yağ asitlerini yüksek miktarda içeren balık yağı, balık ciğeri yağı, konsantre balık yağı ve konsantre balık yağı etil esterleri için Codex Alimentarius Komisyonu tarafından maksimum totoks değeri 26 olarak belirlenmiştir [617]. Diğer yandan, kabul edilebilir en yüksek totoks değerinin 30 olduğunu ifade eden araştırmacılar da vardır [569,582].

Depolama süresince mikrokapsüllerden ekstrakte edilen yüzey yağlarının sahip oldukları totoks değerleri Tablo 4.30’da verilmiş, Şekil 4.22’de grafiksel olarak gösterilmiştir. Depolama süresi × çeşit arasındaki etkileşimin, yüzey yağlarının totoks değerleri üzerine olan etkisi istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.0001$ ) bulunmuştur (Tablo Ek B.53). Yüzey yağlarının totoks değerleri 8.haftaya kadar artış göstermiş, 8.haftadan sonra ise peroksit değerlerindeki düşüşe bağlı olarak azalmıştır. Depolama boyunca, enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının totoks değerleri, yüzey yağlarının totoks değerlerinden daha düşük olmuştur. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının totoks değerinin, depolamanın başlangıcında 9.71; 4.haftada 19.74; 8.haftada 84.58 ve 12.haftada 152.15 olduğu belirlenmiştir. Yüzey yağlarının totoks değerleri ise başlangıçta 12.26–17.62; 4.haftada 111.23–170.09; 8.haftada 181.32–298.07 ve 12.haftada 173.93–225.67 arasında değişim göstermiştir. En yüksek enkapsülasyon verimine sahip çeşit olan Deneme-6 (enkapsülasyon verimi %71.04), depolama süresince mikrokapsüller arasında en düşük totoks değerlerine sahip olmuştur

(ortalama totoks değeri=119.87). Diğer yandan, Deneme-9 (enkapsülasyon verimi %62.84) ve Deneme-3 (enkapsülasyon verimi %62.41) gibi verimin en düşük olduğu denemelerin totoks değerlerinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Enkapsülasyon veriminin yüksek olduğu mikrokapsüllerde yüzey yağı miktarı daha düşüktür. Yüzey yağı miktarının artması ile oksidasyon indisleri olarak kullanılan değerler yükselmektedir.

**Tablo 4.30** Depolama süresi boyunca yüzey yağlarının totoks değerleri

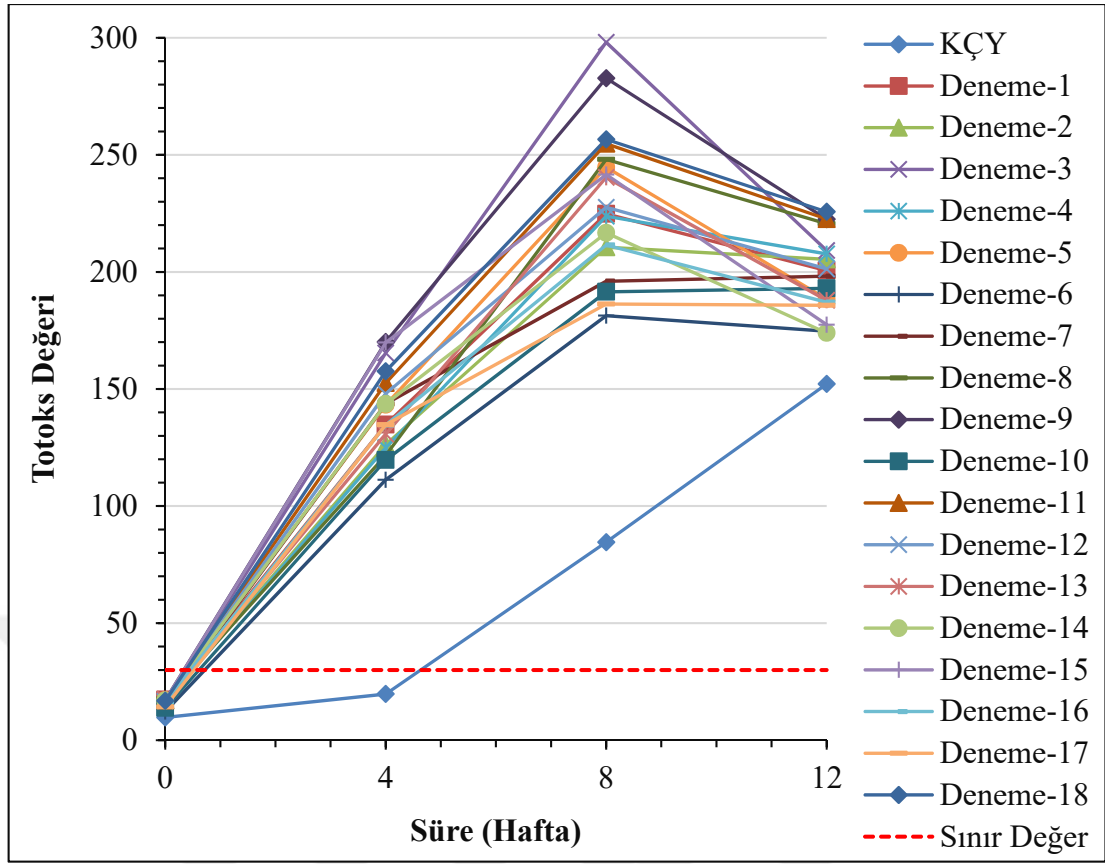
| Deneme      | 0.Hafta      | 4.Hafta        | 8.Hafta       | 12.Hafta      |
|-------------|--------------|----------------|---------------|---------------|
| KÇY         | 9.71 ± 0.28  | 19.74 ± 0.37   | 84.58 ± 2.59  | 152.15 ± 0.97 |
| Deneme – 1  | 17.39 ± 0.20 | 134.79 ± 3.60  | 224.80 ± 0.24 | 200.60 ± 2.45 |
| Deneme – 2  | 16.80 ± 0.45 | 126.31 ± 1.57  | 210.56 ± 3.27 | 205.34 ± 1.10 |
| Deneme – 3  | 16.81 ± 0.17 | 165.41 ± 1.69  | 298.07 ± 3.91 | 209.14 ± 0.70 |
| Deneme – 4  | 16.47 ± 0.12 | 124.93 ± 11.36 | 223.78 ± 3.26 | 207.71 ± 0.19 |
| Deneme – 5  | 17.16 ± 0.10 | 143.26 ± 12.49 | 244.70 ± 2.86 | 188.44 ± 4.25 |
| Deneme – 6  | 12.26 ± 0.60 | 111.23 ± 4.72  | 181.32 ± 7.97 | 174.69 ± 2.99 |
| Deneme – 7  | 16.04 ± 0.48 | 143.68 ± 1.14  | 196.02 ± 5.32 | 198.18 ± 4.23 |
| Deneme – 8  | 17.62 ± 0.10 | 121.64 ± 4.84  | 248.07 ± 6.28 | 220.57 ± 1.78 |
| Deneme – 9  | 16.98 ± 0.11 | 170.09 ± 7.60  | 282.74 ± 5.46 | 222.51 ± 4.19 |
| Deneme – 10 | 13.77 ± 0.24 | 119.67 ± 1.94  | 191.50 ± 3.05 | 193.00 ± 9.22 |
| Deneme – 11 | 17.01 ± 0.10 | 152.55 ± 1.61  | 254.77 ± 6.08 | 222.57 ± 3.00 |
| Deneme – 12 | 16.84 ± 0.70 | 148.01 ± 0.41  | 227.63 ± 3.81 | 201.26 ± 7.53 |
| Deneme – 13 | 17.49 ± 0.27 | 130.74 ± 2.25  | 240.37 ± 3.38 | 187.87 ± 2.39 |
| Deneme – 14 | 16.92 ± 0.31 | 143.63 ± 8.72  | 216.68 ± 4.08 | 173.93 ± 8.67 |
| Deneme – 15 | 17.00 ± 0.12 | 169.83 ± 2.95  | 241.57 ± 5.72 | 177.47 ± 2.83 |
| Deneme – 16 | 16.43 ± 0.37 | 134.60 ± 0.22  | 211.49 ± 7.26 | 187.05 ± 4.73 |
| Deneme – 17 | 14.24 ± 0.23 | 134.75 ± 3.70  | 186.28 ± 0.80 | 185.73 ± 1.57 |
| Deneme – 18 | 16.78 ± 0.46 | 157.56 ± 4.16  | 256.63 ± 0.41 | 225.67 ± 3.66 |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.0001$ ) (Tablo Ek B.53).

LSD: 13.7395

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.



**Şekil 4.22** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve yüzey yağlarının totoks değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Enkapsüle yağların depolama süresince totoks değerlerinin değişimi Tablo 4.31’de verilmiş ve Şekil 4.23’de grafiksel olarak gösterilmiştir. Depolama süresi  $\times$  çeşit arasındaki etkileşimin, enkapsüle yağların totoks değerleri üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli ( $p < 0.0001$ ) bulunmuştur (Tablo Ek B.54). Yüzey yağlarından farklı olarak, enkapsüle yağların totoks değerleri depolamanın sonuna kadar sürekli artış göstermiştir. Genel olarak, depolama süresince enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının totoks değerleri, enkapsüle yağların totoks değerlerinden daha yüksek olmuştur. Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının totoks değerinin, depolamanın başlangıcında 9.71; 4.haftada 19.74; 8.haftada 84.58 ve 12.haftada 152.15 olduğu belirlenmiştir. Enkapsüle yağların totoks değerleri depolamanın başında 12.12–13.69; depolamanın 4.haftasında 15.08–22.72; 8.haftasında 36.71–73.22 ve 12.haftasında 45.73–103.74 arasında değişmiştir. Enkapsüle yağların totoks değerleri ile mikrokapsüllerin enkapsülasyon verimleri arasında negatif bir korelasyon olduğu tespit edilmiştir (Pearson  $r = -0.25410$ ;  $p = 0.0021$ ). Enkapsülasyon veriminin yüksek olması, yağın, sağlam bir kapsül yapısı

içerisine hapsedildiğini göstermektedir. Oluşan bu sağlam yapı, yağ ile çevre arasındaki etkileşimi de etkili bir şekilde engellemektedir. Bu yüzden, kapsül içerisindeki yağda meydana gelen oksidasyon da yavaş ilerlemektedir.

**Tablo 4.31** Depolama süresi boyunca enkapsüle yağların totoks değerleri

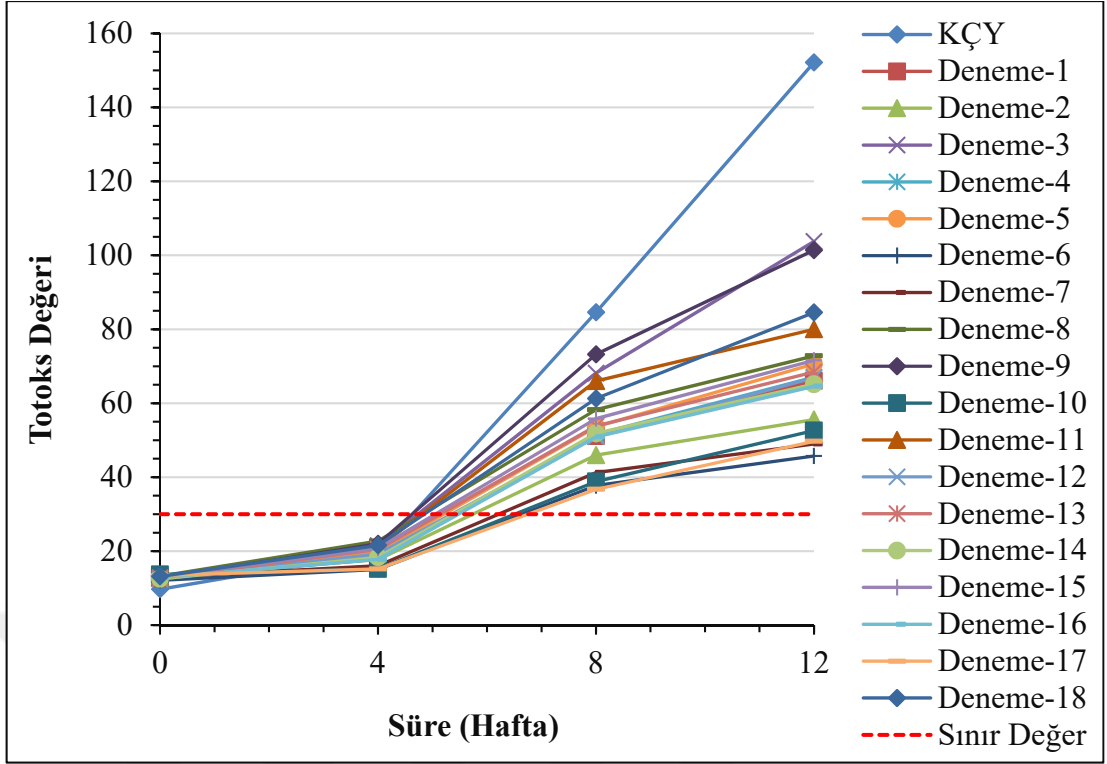
| Deneme      | 0.Hafta      | 4.Hafta      | 8.Hafta      | 12.Hafta      |
|-------------|--------------|--------------|--------------|---------------|
| KÇY         | 9.71 ± 0.28  | 19.74 ± 0.37 | 84.58 ± 2.59 | 152.15 ± 0.97 |
| Deneme – 1  | 12.76 ± 0.58 | 18.44 ± 1.00 | 51.10 ± 3.61 | 66.08 ± 0.13  |
| Deneme – 2  | 13.20 ± 2.22 | 17.72 ± 0.55 | 45.95 ± 0.69 | 55.58 ± 3.26  |
| Deneme – 3  | 13.13 ± 1.41 | 21.48 ± 0.23 | 68.15 ± 3.05 | 103.74 ± 2.97 |
| Deneme – 4  | 12.65 ± 0.74 | 17.82 ± 2.18 | 51.53 ± 3.06 | 67.06 ± 3.31  |
| Deneme – 5  | 12.91 ± 0.73 | 19.79 ± 0.83 | 53.63 ± 3.94 | 70.61 ± 1.83  |
| Deneme – 6  | 12.12 ± 0.37 | 15.08 ± 2.35 | 37.73 ± 1.88 | 45.73 ± 0.14  |
| Deneme – 7  | 12.97 ± 0.18 | 16.08 ± 0.84 | 41.27 ± 2.55 | 48.98 ± 0.81  |
| Deneme – 8  | 13.25 ± 0.81 | 22.72 ± 2.10 | 58.25 ± 3.39 | 72.80 ± 6.26  |
| Deneme – 9  | 12.75 ± 1.07 | 21.99 ± 1.87 | 73.22 ± 4.10 | 101.40 ± 4.66 |
| Deneme – 10 | 13.69 ± 0.28 | 15.19 ± 0.22 | 38.83 ± 2.15 | 52.60 ± 3.74  |
| Deneme – 11 | 12.78 ± 1.13 | 20.96 ± 1.54 | 65.99 ± 1.50 | 80.01 ± 2.27  |
| Deneme – 12 | 12.46 ± 0.43 | 19.21 ± 0.46 | 51.02 ± 1.15 | 66.87 ± 2.19  |
| Deneme – 13 | 12.78 ± 0.30 | 20.49 ± 0.82 | 53.84 ± 2.06 | 68.44 ± 2.20  |
| Deneme – 14 | 12.53 ± 1.36 | 18.32 ± 2.56 | 51.85 ± 2.10 | 65.13 ± 1.17  |
| Deneme – 15 | 13.07 ± 0.73 | 20.83 ± 1.65 | 55.84 ± 1.63 | 71.60 ± 0.23  |
| Deneme – 16 | 12.88 ± 1.09 | 17.78 ± 1.31 | 50.88 ± 1.07 | 64.58 ± 1.96  |
| Deneme – 17 | 13.46 ± 0.53 | 15.20 ± 2.20 | 36.71 ± 1.49 | 49.72 ± 2.91  |
| Deneme – 18 | 13.17 ± 0.82 | 21.57 ± 0.92 | 61.28 ± 2.46 | 84.53 ± 3.45  |

KÇY: Kabak çekirdeği yağı

Depolama süresi × çeşit etkileşimi istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.0001$ ) (Tablo Ek B.54).

LSD: 5.8777

Sonuçlar, standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.



**Şekil 4.23** Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağı ve enkapsüle yağların totoks değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Enkapsüle edilmemiş kabak çekirdeği yağının totoks değeri 8.haftada, mikrokapsüllerin yüzey yağlarının totoks değerleri 4.haftada ve enkapsüle yağların totoks değerleri 8.haftada Codex Alimentarius Komisyonu tarafından belirlenen üst sınır olan 26'nın üzerine çıkmıştır.

Tontul [623], farklı maddelerle püskürtmeli kurutucuda enkapsüle ettiği keten tohumu yağın, nispi nemi %49 olan ortamda 60°C sıcaklıkta kapaksız, plastik petri kaplarında 7 gün depolamıştır. Depolama süresince her bir mikrokapsülden ekstrakte edilen yağların totoks değerleri sürekli artış göstermiştir. N-Lok (modifiye nişasta)+gam arabik (1/3) kombinasyonu ile üretilen mikrokapsüllerin totoks değeri, depolamanın 3.gününde 552.48'e ulaşmıştır. Hi-Cap (modifiye nişasta)+gam arabik (1/1) kombinasyonu ile elde edilen mikrokapsüllerin totoks değeri depolamanın 7.gününde 369.85; Hi-Cap+PAS protein konsantresi (4/1) ile üretilen mikrokapsüllerin totoks değeri ise 227.70'e yükselmiştir. Diğer yandan, maltodekstrin+PAS protein konsantresi (4/1) kombinasyonu kullanılarak enkapsüle edilen keten tohumu yağlarının totoks değerleri, depolama boyunca 17.79'un üzerine çıkmayarak kabul edilebilir sınırlar (üst limit 26) içerisinde kalan tek deneme

olmuştur. Tontul [623] yaptığı bu çalışmada, enkapsülasyon verimi en yüksek olan denemenin, en yüksek totoks değerine sahip olduğunu belirlemiştir. Bu yüzden, oksidatif stabilitenin sadece enkapsülasyon verimi ile açıklanamayacağını, duvar materyali olarak kullanılan bileşenlerin sahip oldukları özelliklerin de oksidatif stabilite üzerinde etkili olabileceğini ifade etmiştir. Özellikle protein içeriği yüksek kombinasyonların, püskürtmeli kurutucuda yüksek sıcaklığa maruz kalmaları ile oluşabilen Maillard tepkimeleri sonucunda ortaya çıkan antioksidatif özelliğin de mikrokapsüllerin oksidatif stabilitesini etkileyebileceğini belirtmiştir [623].

Sahin–Nadeem ve Özen [559], maltodekstrin+N–Lok (modifiye nişasta)+PAS proteinini kullanarak püskürtmeli kurutucuda elde ettikleri nar çekirdeği yağı mikrokapsüllerini, 60°C sıcaklığa ve %49 nispi neme sahip bir ortamda petri kapları içerisine alarak, yağların totoks değeri 30’u aşındıracaya kadar depolamışlardır. Depolamanın 4.gününde mikrokapsüllerden ekstrakte edilen nar çekirdeği yağının totoks değerinin 29.80, 5.gününde ise 39.60 olduğu tespit edilmiş ve depolama süreci sonlandırılmıştır. Araştırmacılar, bu hızlı yükselişin, yüksek depolama sıcaklığında mikrokapsüllerin duvar yapısında meydana gelen yapısal bozulma ile ilişkili olabileceğini ileri sürmüştür [559].

Kenaf (*Hibiscus cannabinus*) tohumu yağının ko–ekstrüzyonla enkapsüle edildiği bir çalışmada, mikrokapsüller 250 mL hacimli amber şişelere, azot gazı eşliğinde alınarak 25°C sıcaklıkta 28 gün ya da 65°C sıcaklıkta 24 gün depolanmıştır. Enkapsüle edilmemiş kenaf yağı ise 28 mL hacimli ve üzeri alüminyum folyo ile kaplanmış McCartney şişede depolanmıştır. Enkapsüle edilmemiş kenaf yağının totoks değeri 7.40’dan, 65°C sıcaklıkta 24 gün sonunda 34.50’ye ve 25°C sıcaklıkta 28 gün sonunda 31.10’a yükselmiştir. 65°C’de depolanan mikrokapsüllerin totoks değerinin 12’den 15.90’a; 25°C’de depolanan mikrokapsüllerin totoks değerinin ise 12’den 15.60’a yükseldiği belirlenmiştir. Araştırmacılar, duvar matrisinin nem ve oksijen bariyeri olarak görev yapmasından dolayı ko–ekstrüzyon tekniği ile yapılan mikroenkapsülasyonun yağ stabilitesini iyileştirdiğini belirtmişlerdir [582].

Jimenez ve ark. [205], konjuge linoleik asidi, PAS proteinini duvar materyali olarak kullanarak püskürtmeli kurutucuda enkapsüle etmişlerdir. Mikrokapsüller, farklı doymuş tuz çözeltileri ile su aktivitesi değerleri sabitlenen kapalı kaplara alınarak 35°C ya da 45°C sıcaklıkta 60 gün boyunca depolanmışlardır.

Mikrokapsüllerin totoks değerleri depolamanın başlangıcında 8.60 iken, 52 gün sonra 35°C sıcaklıkta depolanan mikrokapsüllerde 10.50'ye; 45°C sıcaklıkta depolanan mikrokapsüllerde 32.40'a yükselmiştir. Benzer şekilde, Sun–Waterhouse ve ark. [569] da 37°C'de depoladıkları zeytinyağı mikrokapsüllerinin totoks değerlerinin, 20°C'de depoladıkları mikrokapsüllerden daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Araştırmacılar ayrıca, zeytinyağı mikrokapsüllerine antioksidan olarak kafeik asit ilave edilmesi ile totoks değerlerinin belirgin şekilde azaldığını bildirmişlerdir.

Wanasundara ve Shahidi [124], fok balığı yağının püskürtmeli kurutucu ile mikroenkapsülasyonu amacıyla farklı duvar materyallerinin ( $\beta$ -siklodekstrin, maltodekstrin, mısır şurubu katıları) kullanılabilirliğini irdelemiştir. Enkapsüle edilmemiş fok balığı yağı ve elde edilen mikrokapsüller, kahverengi cam şişelere azot gazı eşliğinde alınarak oda sıcaklığında 49 gün depolanmıştır. Depolama sonunda kontrol grubunun totoks değeri 90'a, maltodekstrinli grubunki 75'e ve mısır şurubu katıları ile üretilen mikrokapsüllerinki 60'a yaklaşmıştır.  $\beta$ -siklodekstrin ile enkapsüle edilen yağların totoks değerinin ise 49.günde 30'u aşmadığı görülmüştür. Araştırmacılar, fok balığı yağının mikroenkapsülasyonu için en etkili duvar materyalinin  $\beta$ -siklodekstrin olduğunu, maltodekstrinin ise duvar materyalinden ziyade bir taşıyıcı olarak görev yaptığını ifade etmişlerdir [124]. Bu çalışma kapsamında üretilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinden ekstrakte edilen yüzey yağlarının ve enkapsüle yağların totoks değerleri ile duvar materyali olarak kullanılan bileşenler arasındaki ilişkiler de incelenmiş ve Pearson korelasyon katsayıları Tablo Ek A.3 ve Tablo Ek A.4'de verilmiştir. Duvar materyali olarak kullanılan bileşenler ile totoks değerleri arasında çok zayıf ilişkilerin olduğu belirlenmiştir.

Bu çalışmada elde edilen kabak çekirdeği yağı mikrokapsüllerinden ekstrakte edilen yüzey yağlarının ve enkapsüle yağların totoks değerlerinin oldukça yüksek olduğu görülmüştür. Enkapsülasyon veriminin yüksek olduğu denemelerde bile oksidasyonun hızlı bir şekilde ilerlemesinin, öğütme esnasında mikrokapsül yapısının zarar görmesi ve dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerin sahip olduğu pürüzlü yüzey yapısı ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir. Diğer yandan, bu çalışmada elde edilen mikrokapsüller gibi nem içeriği düşük ürünlerde oksidasyonun tek bir faktör ile açıklanmasının mümkün olmadığı unutulmamalıdır. Damlacık büyüklüğü, su aktivitesi, duvar materyali olarak kullanılan bileşenlerin moleküler

ağırlığı ve polaritesi, ortamda prooksidan ve antioksidan özelliğe sahip bileşenlerin varlığı, duvar bileşenleri arasında meydana gelen etkileşimler ve/veya camsı geçiş sıcaklığı gibi birçok farklı faktörün, mikrokapsüllerdeki oksidasyon hızını ve kinetiğini etkilediği ileri sürülmektedir [624]. Bu yüzden peroksit değeri, konjuge dien değeri, *p*-anisidin değeri ve totoks değeri gibi oksidasyon indislerinde meydana gelen değişimlerin, sadece duvar bileşenlerinin miktarı ve enkapsülasyon verimi ile açıklanabilmesi mantıklı değildir. Özellikle her bir denemeye ait mikrokapsüllerin camsı geçiş sıcaklığının belirlenmesi, depolama sürecinde mikrokapsüllerde meydana gelen yapısal değişimlerin daha rahat izlenebilmesi ve bu değişimlerin, oksidasyon üzerine olan etkisini ortaya çıkarabilmek açısından büyük önem taşımaktadır.

#### **4.4. Duvar Materyali Karışımının Optimizasyonu**

##### **4.4.1. Modelin Oluşturulması**

Çalışmada ana amaç enkapsülasyon veriminin maksimize edilmesi olmakla birlikte, mikrokapsüllerin ıslanabilirlik ve çözünürlük gibi fiziksel ve toplam doymuş, toplam tekli doymamış, toplam çoklu doymamış yağ asitleri içeriği, toplam tokoferol içeriği, toplam fenolik madde ve totoks değeri (enkapsüle yağ – 0.hafta) gibi kimyasal özelliklerinin de iyileştirilmesi hedeflenmiştir. Belirlenen çalışma alanı içerisinde maksimum enkapsülasyon veriminin elde edilebileceği duvar materyali karışımının bileşiminin belirlenmesi için D-optimal karışım tasarımı tercih edilmiştir. Gerçekleştirilen denemelere ait duvar materyallerinin bileşimleri Tablo 4.32’de verilmiştir.

**Tablo 4.32** D-optimal deneme deseni

| <b>Deneme</b> | <b>A (% PAS proteini)</b> | <b>B (% MD)</b> | <b>C (%GA)</b> |
|---------------|---------------------------|-----------------|----------------|
| Deneme – 1    | 11.980                    | 5.000           | 3.020          |
| Deneme – 2    | 13.423                    | 5.000           | 1.577          |
| Deneme – 3    | 19.000                    | 0.500           | 0.500          |
| Deneme – 4    | 12.945                    | 2.954           | 4.102          |
| Deneme – 5    | 16.983                    | 0.500           | 2.517          |
| Deneme – 6    | 14.721                    | 3.608           | 1.671          |
| Deneme – 7    | 13.423                    | 5.000           | 1.577          |
| Deneme – 8    | 17.544                    | 1.893           | 0.563          |
| Deneme – 9    | 19.000                    | 0.500           | 0.500          |
| Deneme – 10   | 14.500                    | 2.750           | 2.750          |
| Deneme – 11   | 10.004                    | 4.996           | 5.000          |
| Deneme – 12   | 11.463                    | 3.904           | 4.633          |
| Deneme – 13   | 16.983                    | 0.500           | 2.517          |
| Deneme – 14   | 14.399                    | 0.601           | 5.000          |
| Deneme – 15   | 16.178                    | 3.322           | 0.500          |
| Deneme – 16   | 14.399                    | 0.601           | 5.000          |
| Deneme – 17   | 15.042                    | 2.150           | 2.808          |
| Deneme – 18   | 10.004                    | 4.996           | 5.000          |

Tablo 4.32’de verilen bileşimlere göre oluşturulan denemelerden elde edilen yanıtlar Tablo 4.33’de özetlenmiştir.

**Tablo 4.33** Çalışmada yanıt olarak alınması planlanan parametrelere ait sonuçlar

| Deneme      | Enk. Verimi (%) | İslanabilirlik (sn) | Çözünürlük (%) | ΣTekli doymamış y.a. (%) | ΣÇoklu doymamış y.a. (%) | ΣTokoferol (mg/100g) | ΣFenolik madde (mg GAE/100g) | Totoks değeri |
|-------------|-----------------|---------------------|----------------|--------------------------|--------------------------|----------------------|------------------------------|---------------|
| Deneme – 1  | 68.05           | 146                 | 32.75          | 37.02                    | 42.94                    | 221.04               | 11.05                        | 12.76         |
| Deneme – 2  | 68.85           | 160.25              | 30.94          | 37.04                    | 42.82                    | 221.18               | 11.20                        | 13.20         |
| Deneme – 3  | 62.41           | 269.75              | 25.58          | 37.02                    | 43.32                    | 224.54               | 10.44                        | 13.13         |
| Deneme – 4  | 68.39           | 151.75              | 31.74          | 36.96                    | 42.58                    | 229.81               | 10.31                        | 12.65         |
| Deneme – 5  | 66.27           | 242.75              | 27.63          | 36.95                    | 42.52                    | 232.17               | 10.11                        | 12.91         |
| Deneme – 6  | 71.04           | 199.50              | 29.56          | 37.11                    | 42.23                    | 218.26               | 10.05                        | 12.12         |
| Deneme – 7  | 69.01           | 161.25              | 30.74          | 36.92                    | 42.63                    | 233.57               | 10.32                        | 12.97         |
| Deneme – 8  | 66.02           | 250.75              | 26.63          | 36.91                    | 43.13                    | 233.10               | 10.51                        | 13.25         |
| Deneme – 9  | 62.84           | 267.75              | 25.44          | 37.04                    | 43.04                    | 238.70               | 10.07                        | 12.75         |
| Deneme – 10 | 70.11           | 183.25              | 29.82          | 36.79                    | 42.60                    | 223.91               | 10.54                        | 13.69         |
| Deneme – 11 | 64.43           | 134.25              | 36.09          | 36.86                    | 42.57                    | 228.95               | 10.09                        | 12.78         |
| Deneme – 12 | 66.99           | 143                 | 33.40          | 36.95                    | 42.50                    | 224.34               | 10.96                        | 12.46         |
| Deneme – 13 | 66.45           | 243.25              | 27.88          | 36.92                    | 42.39                    | 238.88               | 10.72                        | 12.78         |
| Deneme – 14 | 68.22           | 171.75              | 29.15          | 36.84                    | 42.00                    | 238.72               | 10.12                        | 12.53         |
| Deneme – 15 | 66.05           | 230.75              | 28.62          | 37.03                    | 42.68                    | 229.26               | 11.02                        | 13.07         |
| Deneme – 16 | 68.79           | 174.25              | 30.09          | 36.95                    | 42.14                    | 230.81               | 10.55                        | 12.88         |
| Deneme – 17 | 69.36           | 210.25              | 29.17          | 36.90                    | 42.33                    | 228.73               | 10.06                        | 13.46         |
| Deneme – 18 | 65.01           | 137.25              | 35.28          | 39.67                    | 42.66                    | 244.05               | 10.11                        | 13.17         |

Tablo 4.33’de verilen yanıtların her biri analiz edilmiş ve ANOVA tablosundaki model ve uyum eksikliğine ait  $p$  değerleri Tablo 4.34’de özetlenmiştir.

**Tablo 4.34** Yanıtlar için önerilen modellere ve uyum eksikliklerine ait  $p$  değerleri

| Yanıt                | Önerilen Model | $p$ -Değeri<br>Prob > F |                |
|----------------------|----------------|-------------------------|----------------|
|                      |                | Model                   | Uyum Eksikliği |
| Enkapsülasyon verimi | Kübik          | <0.0001                 | 0.6801         |
| Islanabilirlik       | Special kübik  | <0.0001                 | 0.0032         |
| Çözünürlük           | Kuadratik      | <0.0001                 | 0.6243         |
| Tekli doymamış y.a.  | Lineer         | 0.1143                  | 0.3252         |
| Çoklu doymamış y.a.  | Kübik          | 0.0020                  | 0.2469         |
| Toplam tokoferol     | Special kübik  | 0.2611                  | 0.9140         |
| Toplam fenolik madde | Lineer         | 0.3506                  | 0.5260         |
| Totoks               | Kübik          | 0.4678                  | 0.0440         |

Önerilen modelin, bu yanıtı tahminlemeye uygun bir model olması ve elde edilen denklemin bu amaca yönelik olarak kullanılabilmesi için modelin önemli ( $p<0.05$ ) ve uyum eksikliğinin önemsiz ( $p>0.05$ ) olması gerekmektedir. Tablo 4.34’e bakıldığında, bu şartları sağlayan parametrelerin enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri olduğu anlaşılmıştır. Yanıt olarak alınabileceği değerlendirilen diğer parametreler (ıslanabilirlik, toplam tekli doymamış yağ asitleri miktarı, toplam tokoferol miktarı, toplam fenolik madde miktarı ve totoks değeri) için uygun modeller bu deneme deseni ile oluşturulamamıştır. Bu parametreler için farklı deneme desenlerinin oluşturulması gerekmektedir. Denklemlerin elde edilmesi ve optimizasyon aşamalarında, yanıt olarak sadece enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarı alınmış olup diğer parametreler için ileri adımlara devam edilmemiştir.

Enkapsülasyon verimlerinin %62.41–71.04 arasında değişim gösterdiği görülmektedir. Daha önce dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan enkapsülasyon çalışmalarında verimin balık yağında %29.40–81.60 [369] ve %28.61–47.68 [22], ceviz yağında %36.90–69.09 [111], keten tohumu yağında %32.68–59.63 [259] ve %46.20–92.10 [101], zeytinyağında %36.90–69.09 [108] ve biberiye yağında %69.90–96.14 [378] arasında olduğu bildirilmiştir. Kabak çekirdeği yağında yapılan ve duvar materyali olarak maltodekstrin+PAS proteini+guar gamin kullanıldığı bir çalışmada ise enkapsülasyon verimi püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen

mikrokapsüllerde %69.40–74 iken dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen mikrokapsüllerde %69 olarak tespit edilmiştir [536]. Görüldüğü üzere, bu çalışmada elde edilen verim sonuçları, literatürde bulunan benzer çalışmaların sonuçları ile benzerlik göstermektedir. Aynı yöntemle kurutulmalarına rağmen, çeşitli çalışmalarda elde edilen verimler arasındaki farkların bu kadar değişken olması (a) duvar materyallerinin tipinin ve oranının farklı olması; (b) aktif bileşen:duvar materyali oranının farklı olması ve (c) homojenizasyon yönteminin farklı olması (mekanik homojenizasyon, ultrasonik homojenizasyon, yüksek basınç homojenizasyon gibi) ile açıklanabilmektedir.

Çalışma kapsamında belirlenen bağımsız değişkenler ile her bir yanıt arasındaki ilişkiyi ortaya koyan modelin belirlenmesi amacıyla regresyon analizi yapılmıştır. Bu analizin her aşaması Tablo 4.35–4.40’da gösterilmiştir.

**Tablo 4.35** Enkapsülasyon verimi için model kareler toplamı

| Varyasyon Kaynağı       | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |          |
|-------------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|----------|
| Ortalama–Toplam         | 81109.15        | 1                        | 81109.15           |          |                   |          |
| Doğrusal–Ortalama       | 9.19            | 2                        | 4.59               | 0.78     | 0.4782            |          |
| Kuadratik–Doğrusal      | 80.65           | 3                        | 26.88              | 39.05    | <0.0001           |          |
| Special kübik–Kuadratik | 0.44            | 1                        | 0.44               | 0.63     | 0.4456            |          |
| Kübik–Special kübik     | 7.22            | 3                        | 2.41               | 32.28    | <0.0001           | Önerilen |
| Kalıntı                 | 0.60            | 8                        | 0.075              |          |                   |          |
| Toplam                  | 81207.25        | 18                       | 4511.51            |          |                   |          |

Tablo 4.35’de bu yanıt için modeller karşılaştırılmıştır. Tabloda görüldüğü üzere, kuadratik–doğrusal ve kübik–special kübik modeller, enkapsülasyon veriminin

tahminlenmesi açısından önemlidir ( $p<0.05$ ); fakat en yüksek dereceli polinomiyal model önerildiği için “kübik–special kübik” model kıyaslaması önerilmiştir.

**Tablo 4.36** Enkapsülasyon verimi için modellerin uyum eksikliği testi

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | $p$ -Değeri Prob > F |          |
|-------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|----------------------|----------|
| Doğrusal          | 88.46           | 10                       | 8.85               | 97.83    | <0.0001              |          |
| Kuadratik         | 7.81            | 7                        | 1.12               | 12.34    | 0.0069               |          |
| Special kübik     | 7.36            | 6                        | 1.23               | 13.57    | 0.0058               |          |
| Kübik             | 0.14            | 3                        | 0.048              | 0.53     | 0.6800               | Önerilen |
| Saf Hata          | 0.45            | 5                        | 0.090              |          |                      |          |

Burada, uyum eksikliği önemsiz olan ( $p>0.05$ ) kübik model önerilmiştir.

**Tablo 4.37** Model uyum istatistiği

| Varyasyon Kaynağı | Standart Sapma | $R^2$  | Düzeltilmiş $R^2$ | Tahminlenen $R^2$ | PRESS  |          |
|-------------------|----------------|--------|-------------------|-------------------|--------|----------|
| Doğrusal          | 2.43           | 0.0937 | -0.0272           | -0.3445           | 131.90 |          |
| Kuadratik         | 0.83           | 0.9158 | 0.8807            | 0.8144            | 18.20  |          |
| Special kübik     | 0.84           | 0.9203 | 0.8769            | 0.7763            | 21.95  |          |
| Kübik             | 0.27           | 0.9939 | 0.9871            | 0.9638            | 3.55   | Önerilen |

Model uyum istatistikleri incelendiğinde, düzeltilmiş  $R^2$  ve tahminlenen  $R^2$  değerlerinin en yüksek ve kalıntı hata kareler toplamı (PRESS) değerinin en düşük olduğu kübik model öne çıkmıştır.

**Tablo 4.38** Enkapsülasyon verimine ait önerilen kübik modelin ANOVA tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |         |
|-------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|---------|
| Model             | 97.48           | 8                        | 12.19              | 178.38   | <0.0001           | Önemli  |
| *Doğrusal karışım | 9.19            | 2                        | 4.59               | 67.26    | <0.0001           |         |
| AB                | 5.48            | 1                        | 5.48               | 80.18    | <0.0001           |         |
| AC                | 5.33            | 1                        | 5.33               | 77.97    | <0.0001           |         |
| BC                | 5.21            | 1                        | 5.21               | 76.31    | <0.0001           |         |
| ABC               | 5.79            | 1                        | 5.79               | 84.80    | <0.0001           |         |
| AC(A–C)           | 5.58            | 1                        | 5.58               | 81.67    | <0.0001           |         |
| BC(B–C)           | 6.94            | 1                        | 6.94               | 101.66   | <0.0001           |         |
| Kalıntı           | 0.61            | 9                        | 0.068              |          |                   |         |
| *Uyum eksikliği   | 0.16            | 4                        | 0.041              | 0.45     | 0.7705            | Önemsiz |
| *Saf hata         | 0.45            | 5                        | 0.090              |          |                   |         |
| Toplam            | 98.10           | 17                       |                    |          |                   |         |

Kübik model istatistiksel olarak ilk değerlendirildiğinde “AB(A–B)” terimi, bu modelde önemsiz olduğu için ( $p>0.05$ ), bu terim hiyerarşik yapıya zarar vermeden modelden çıkarılmış ve modifiye edilen kübik model için tekrar ANOVA tablosu oluşturulmuştur. Bu yüzden, Tablo 4.38’de verilen ANOVA tablosunda bu terim yer almamaktadır. Tablo 4.39’dan anlaşılabacağı üzere, duvar materyali karışımı bileşiminin, enkapsülasyon verimi üzerine etkisini belirleyen kübik model istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.0001$ ).

**Tablo 4.39** Model uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılan istatistiki veriler

|                                                 |        |
|-------------------------------------------------|--------|
| Standart Sapma                                  | 0.26   |
| Ortalama                                        | 67.13  |
| Varyasyon Katsayısı (C.V.) (%)                  | 0.39   |
| PRESS                                           | 2.34   |
| $R^2$                                           | 0.9937 |
| Düzeltilen $R^2$ (Adj- $R^2$ )                  | 0.9882 |
| Tahminlenen $R^2$ (Pred- $R^2$ )                | 0.9761 |
| Tekrar Edilebilirlik Katsayısı (Adeq Precision) | 44.480 |

C.V. (coefficient of variation) değeri, standart sapmanın ortalamaya bölünmesi ile elde edilir. Bu katsayının yüksek olması; verilerin, ortalamanın çevresinde büyük bir alana yayıldığını gösterirken; küçük olması ( $<10\%$ ) ise veri noktalarındaki tüm değerlerin ortalamaya yakın noktalarda yer aldığını belirtmektedir [625]. PRESS (prediction error sum of squares) değeri; yeni bir deneme yapıldığında bu modelin, yanıtı ne kadar iyi tahminleyebileceği hakkında bilgi verir ve küçük PRESS değerlerinin elde edilmesi arzu edilir. Tekrar edilebilirlik katsayısı (Adeq Precision) ise tahminlenen en büyük yanıt değeri ve en küçük yanıt değeri arasındaki farkın, tahminlenen tüm yanıtların ortalama standart sapmasına bölünmesi ile elde edilir. Bu değer 4'ün üzerinde olması, tahminleme aşamasında bu modelin iyi bir performans göstereceğini işaret etmektedir [626]. C.V. ve PRESS değerlerinin düşük olması; düzeltilen  $R^2$  ve tahminlenen  $R^2$  değerlerinin yüksek olması; tekrar edilebilirlik katsayısının 4'ün üzerinde olması ve (Düzeltilen  $R^2$  – Tahminlenen  $R^2$ ) farkının 0.2'den düşük olması dolayısıyla, enkapsülasyon verimi üzerine duvar materyali karışımı bileşiminin etkilerini tahminleyen kübik modelin istatistiksel açıdan kabul edilebilir olduğu ortaya koyulmuştur. Enkapsülasyon verimini tahminleyen kübik modelde yer alan terimlere ait regresyon katsayıları (L-pseudo bileşenler biçiminden) Tablo 4.40'da verilmiştir.

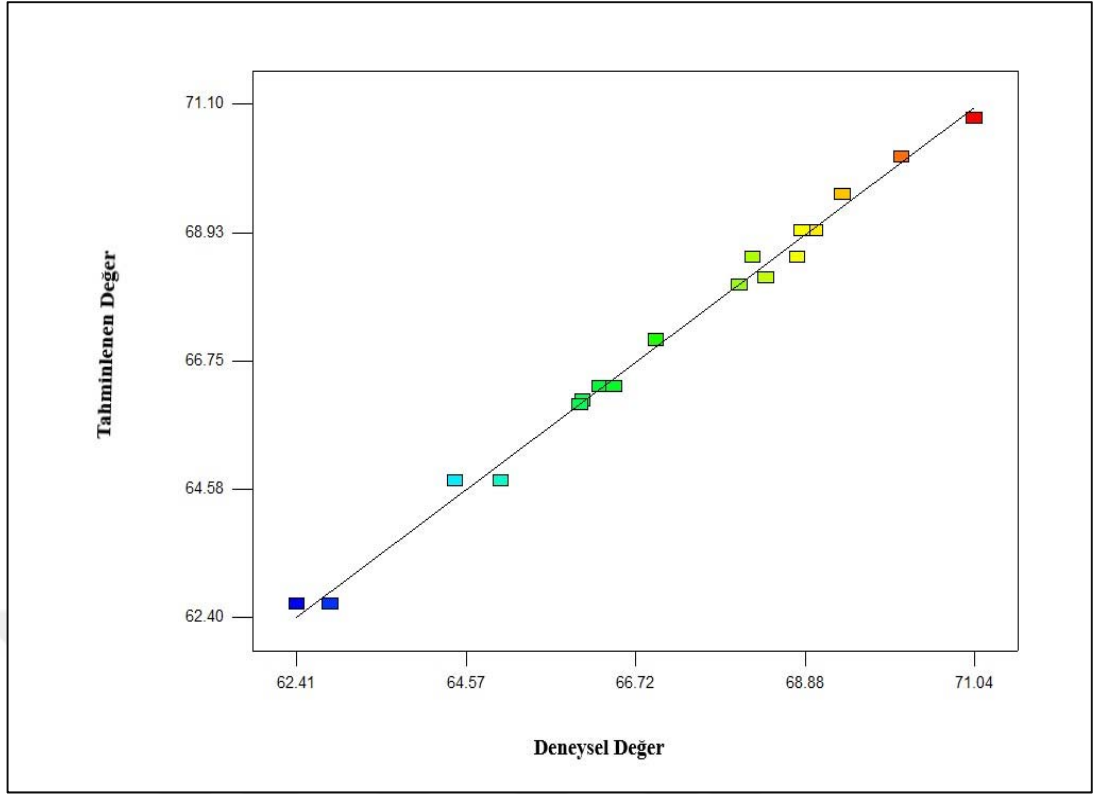
**Tablo 4.40** Kübik modeldeki terimlerin regresyon katsayıları

| Bileşen | Regresyon Katsayısı (Coefficient Estimate) |
|---------|--------------------------------------------|
| A – PAS | 62.63                                      |
| B – MD  | 38.89                                      |
| C – GA  | 190.10                                     |
| AB      | 50.60                                      |
| AC      | -231.97                                    |
| BC      | -199.20                                    |
| ABC     | 375.02                                     |
| AC(A-C) | 161.09                                     |
| BC(B-C) | 235.03                                     |

Regresyon katsayısı pozitif olan terimler, optimizasyondaki yanıt üzerinde olumlu (sinerjistik) bir etkiye sahipken, negatif olan terimler ise yanıt üzerinde olumsuz (antagonistik) bir etkiye sahiptirler [627]. Tablo 4.40'daki regresyon katsayıları incelendiğinde, enkapsülasyon verimi üzerine en önemli etkinin ( $p<0.05$ ), PAS proteini–maltodekstrin–gam arabik etkileşimi tarafından yapıldığı belirlenmiştir. Enkapsülasyon veriminin PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik oranına bağlı olarak değişimini ifade eden denklem (gerçek bileşenler biçiminden) aşağıdaki gibidir:

$$\begin{aligned} \text{Enkapsülasyon Verimi (\%)} = & 2.85677 \times \text{PAS} - 6.56248 \times \text{MD} + 115.49396 \times \text{GA} + \\ & 0.63919 \times \text{PAS} \times \text{MD} - 9.58008 \times \text{PAS} \times \text{GA} - \\ & 9.81331 \times \text{MD} \times \text{GA} + 0.51443 \times \text{PAS} \times \text{MD} \times \text{GA} + \\ & 0.22098 \times \text{PAS} \times \text{GA} \times (\text{PAS}-\text{GA}) + 0.32240 \times \text{MD} \times \\ & \text{GA} \times (\text{MD}-\text{GA}) \end{aligned}$$

Model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel olarak elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki Şekil 4.24'de gösterilmiştir. Buna göre, tahmin edilen değerler ile deneysel olarak elde edilen değerler arasında çok büyük farklılık bulunmamaktadır.



**Şekil 4.24** Enkapsülasyon verimi için model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel verilerle elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki



Enkapsülasyon verimine benzer şekilde çözünürlük yanıtı için de regresyon analizi yapılmış ve ilgili tablolar ve grafikler aşağıda verilmiştir.

**Tablo 4.41** Çözünürlük için model kareler toplamı

| Varyasyon Kaynağı       | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |          |
|-------------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|----------|
| Ortalama–Toplam         | 16230.61        | 1                        | 16230.61           |          |                   |          |
| Doğrusal–Ortalama       | 150.16          | 2                        | 75.08              | 302.27   | <0.0001           |          |
| Kuadratik–Doğrusal      | 1.97            | 3                        | 0.66               | 4.50     | 0.0246            | Önerilen |
| Special kübik–Kuadratik | 0.50            | 1                        | 0.50               | 4.43     | 0.0592            |          |
| Kübik–Special kübik     | 0.36            | 3                        | 0.12               | 1.08     | 0.4121            |          |
| Kalıntı                 | 0.39            | 8                        | 0.11               |          |                   |          |
| Toplam                  | 16384.50        | 18                       | 910.25             |          |                   |          |

Tablo 4.41’de çözünürlük için modeller karşılaştırılmıştır. Tabloda görüldüğü üzere, doğrusal–ortalama ve kuadratik–doğrusal modeller, çözünürlüğün tahminlenmesi açısından önemlidir ( $p<0.05$ ); fakat en yüksek dereceli polinomiyal model önerildiği için “kuadratik–doğrusal” model kıyaslaması önerilmiştir.

**Tablo 4.42** Çözünürlük için modellerin uyum eksikliği testi

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |          |
|-------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|----------|
| Doğrusal          | 2.89            | 10                       | 0.29               | 1.74     | 0.2807            |          |
| Kuadratik         | 0.92            | 7                        | 0.13               | 0.79     | 0.6243            | Önerilen |
| Special kübik     | 0.42            | 6                        | 0.070              | 0.42     | 0.8392            |          |
| Kübik             | 0.060           | 3                        | 0.020              | 0.12     | 0.9446            |          |
| Saf Hata          | 0.83            | 5                        | 0.17               |          |                   |          |

**Tablo 4.43** Model uyum istatistiği

| Varyasyon Kaynağı | Standart Sapma | R <sup>2</sup> | Düzeltilmiş R <sup>2</sup> | Tahminlenen R <sup>2</sup> | PRESS |          |
|-------------------|----------------|----------------|----------------------------|----------------------------|-------|----------|
| Doğrusal          | 0.50           | 0.9758         | 0.9726                     | 0.9607                     | 6.05  |          |
| Kuadratik         | 0.38           | 0.9886         | 0.9839                     | 0.9672                     | 5.05  | Önerilen |
| Special kübik     | 0.34           | 0.9919         | 0.9874                     | 0.9719                     | 4.33  |          |
| Kübik             | 0.33           | 0.9942         | 0.9877                     | 0.9631                     | 5.68  |          |

**Tablo 4.44** Çözünürlüğe ait önerilen kuadratik modelin ANOVA tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |         |
|-------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|---------|
| Model             | 151.82          | 3                        | 50.61              | 343.60   | <0.0001           | Önemli  |
| *Doğrusal karışım | 150.16          | 2                        | 75.08              | 509.75   | <0.0001           |         |
| AB                | 1.66            | 1                        | 1.66               | 11.30    | 0.0047            |         |
| Kalıntı           | 2.06            | 14                       | 0.15               |          |                   |         |
| *Uyum eksikliği   | 1.23            | 9                        | 0.14               | 0.82     | 0.6241            | Önemsiz |
| *Saf hata         | 0.83            | 5                        | 0.17               |          |                   |         |
| Toplam            | 153.88          | 17                       |                    |          |                   |         |

Kuadratik model istatistiksel olarak ilk değerlendirildiğinde “BC” terimi, bu modelde önemsiz olduğu için ( $p>0.05$ ), bu terim hiyerarşik yapıya zarar vermeden modelden çıkarılmış ve modifiye edilen kuadratik model için tekrar ANOVA tablosu oluşturulmuştur. Elde edilen ANOVA tablosunda göre, AC terimi de önemsiz olduğu için ( $p>0.05$ ) daha sonra bu terim de modelden çıkarılmıştır. Bu yüzden, Tablo 4.44’de verilen ANOVA tablosunda bu terimler yer almamaktadır. Tablo 4.45’den anlaşılabacağı üzere, duvar materyali karışımı bileşiminin, çözünürlük üzerine etkisini belirleyen kuadratik model istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.0001$ ).

**Tablo 4.45** Model uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılan istatistiki veriler

|                                                 |        |
|-------------------------------------------------|--------|
| Standart Sapma                                  | 0.38   |
| Ortalama                                        | 30.03  |
| Varyasyon Katsayısı (C.V.) (%)                  | 1.28   |
| PRESS                                           | 4.06   |
| $R^2$                                           | 0.9866 |
| Düzeltilen $R^2$ (Adj- $R^2$ )                  | 0.9837 |
| Tahminlenen $R^2$ (Pred- $R^2$ )                | 0.9736 |
| Tekrar Edilebilirlik Katsayısı (Adeq Precision) | 54.263 |

C.V. ve PRESS değerlerinin düşük olması; düzeltilen  $R^2$  ve tahminlenen  $R^2$  değerlerinin yüksek olması; tekrar edilebilirlik katsayısının 4’ün üzerinde olması ve (Düzeltilen  $R^2$  – Tahminlenen  $R^2$ ) farkının 0.2’den düşük olması dolayısıyla, çözünürlük üzerine duvar materyali karışımı bileşiminin etkilerini tahminleyen kuadratik modelin istatistiksel açıdan kabul edilebilir olduğu ortaya koyulmuştur. Çözünürlüğü tahminleyen kuadratik modelde yer alan terimlere ait regresyon katsayıları (L–pseudo bileşenler biçiminden) Tablo 4.46’da verilmiştir.

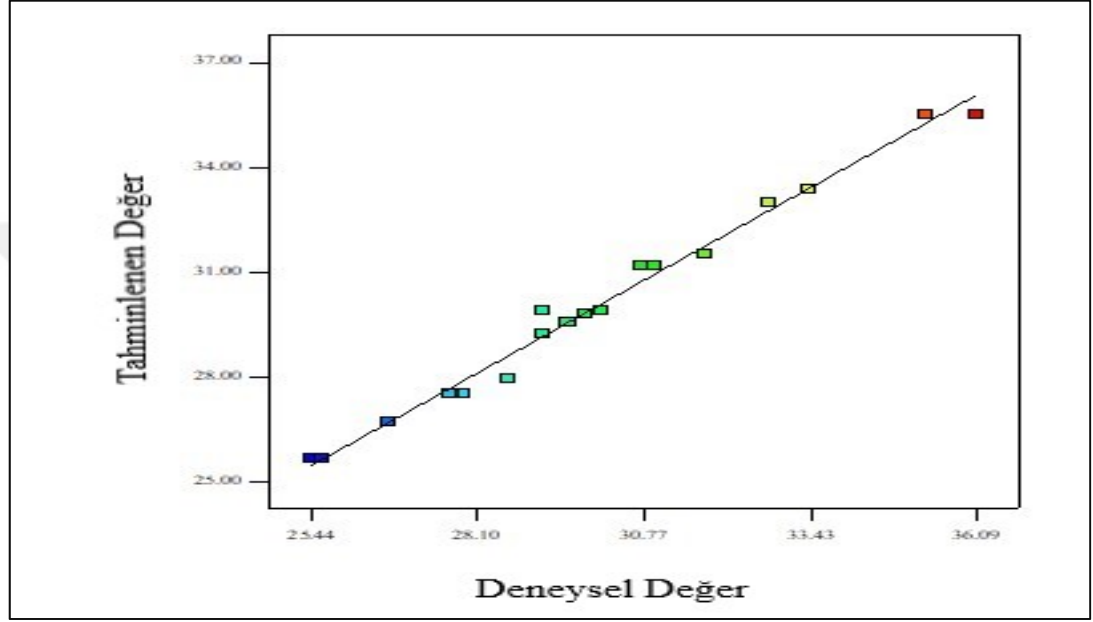
**Tablo 4.46** Kuadratik modeldeki terimlerin regresyon katsayıları

| Bileşen | Regresyon Katsayısı (Coefficient Estimate) |
|---------|--------------------------------------------|
| A – PAS | 25.67                                      |
| B – MD  | 37.10                                      |
| C – GA  | 33.88                                      |
| AB      | -6.20                                      |

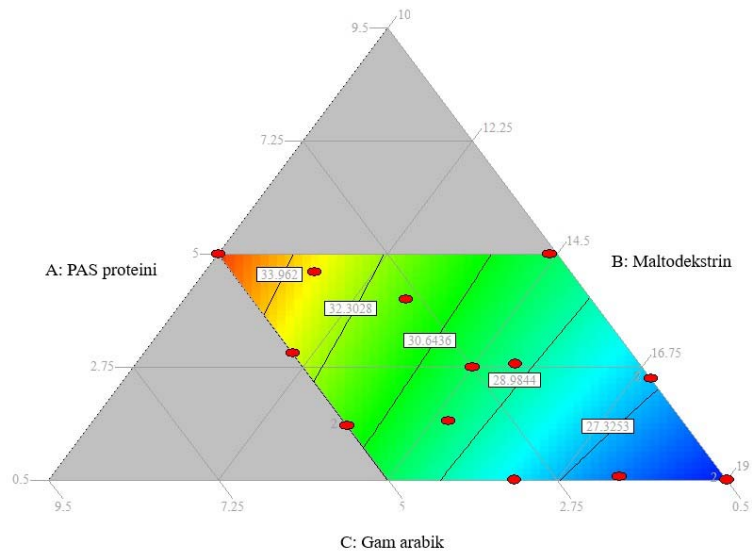
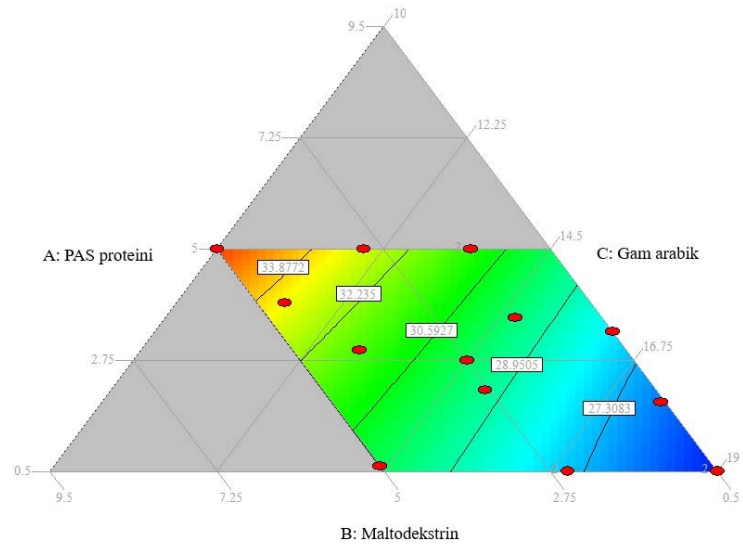
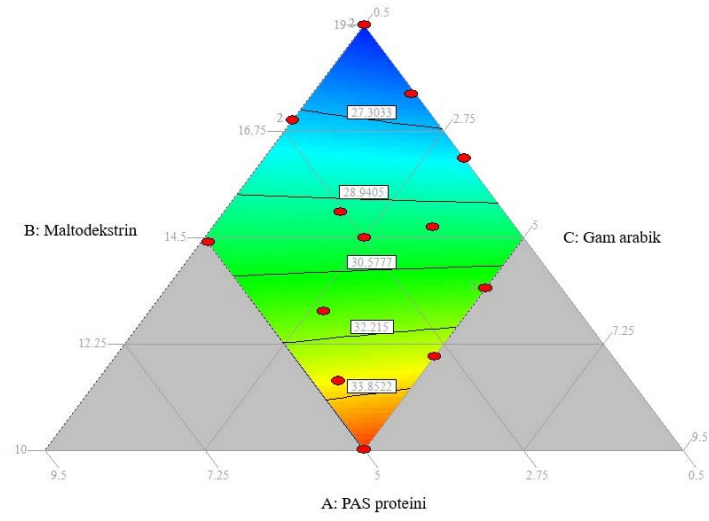
Regresyon katsayıları incelendiğinde çözünürlük üzerine en önemli etkinin ( $p<0.05$ ), maltodekstrin tarafından yapıldığı belirlenmiştir. Çözünürlüğün PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik oranına bağlı olarak değişimini ifade eden denklem (gerçek bileşenler biçiminden) aşağıdaki gibidir:

$$\text{Çözünürlük (\%)} = 1.24788 \times \text{PAS} + 3.24589 \times \text{MD} + 2.12227 \times \text{GA} - 0.076604 \times \text{PAS} \times \text{MD}$$

Model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel olarak elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki Şekil 4.26’da gösterilmiştir. Buna göre, tahmin edilen değerler ile deneysel olarak elde edilen değerler arasında çok büyük farklılık bulunmamaktadır.



**Şekil 4.26** Çözünürlük için model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel verilerle elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki



Şekil 4.27 Çözünürlüğe ait kontur grafikleri

Son olarak, toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı yanıtı için de regresyon analizi yapılmış ve ilgili tablolar ve grafikler aşağıda verilmiştir.

**Tablo 4.47** Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için model kareler toplamı

| <b>Varyasyon Kaynağı</b> | <b>Kareler Toplamı</b> | <b>Serbestlik Derecesi (df)</b> | <b>Kareler Ortalaması</b> | <b>F Değeri</b> | <b>p-Değeri Prob &gt; F</b> |          |
|--------------------------|------------------------|---------------------------------|---------------------------|-----------------|-----------------------------|----------|
| Ortalama–Toplam          | 32689.54               | 1                               | 32689.54                  |                 |                             |          |
| Doğrusal–Ortalama        | 0.86                   | 2                               | 0.43                      | 5.67            | 0.0147                      |          |
| Kuadratik–Doğrusal       | 0.63                   | 3                               | 0.21                      | 4.93            | 0.0186                      | Önerilen |
| Special kübik–Kuadratik  | 0.12                   | 1                               | 0.12                      | 3.40            | 0.0923                      |          |
| Kübik–Special kübik      | 0.22                   | 3                               | 0.074                     | 3.45            | 0.0715                      | Önerilen |
| Kalıntı                  | 0.17                   | 8                               | 0.021                     |                 |                             |          |
| Toplam                   | 32691.55               | 18                              | 1816.20                   |                 |                             |          |

Tablo 4.47’de toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için modeller karşılaştırılmıştır. Tabloda görüldüğü üzere, kuadratik–doğrusal ve kübik–special kübik modeller, toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının tahminlenmesi açısından önemlidir.

**Tablo 4.48** Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için modellerin uyum eksikliği testi

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |          |
|-------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|----------|
| Doğrusal          | 1.06            | 10                       | 0.11               | 6.68     | 0.0245            |          |
| Kuadratik         | 0.43            | 7                        | 0.062              | 3.88     | 0.0772            | Önerilen |
| Special kübik     | 0.31            | 6                        | 0.052              | 3.26     | 0.1076            |          |
| Kübik             | 0.091           | 3                        | 0.030              | 1.90     | 0.2469            | Önerilen |
| Saf Hata          | 0.080           | 5                        | 0.016              |          |                   |          |

**Tablo 4.49** Model uyum istatistiği

| Varyasyon Kaynağı | Standart Sapma | R <sup>2</sup> | Düzeltilmiş R <sup>2</sup> | Tahminlenen R <sup>2</sup> | PRESS |          |
|-------------------|----------------|----------------|----------------------------|----------------------------|-------|----------|
| Doğrusal          | 0.28           | 0.4305         | 0.3546                     | 0.1774                     | 1.65  |          |
| Kuadratik         | 0.21           | 0.7448         | 0.6385                     | 0.4977                     | 1.01  | Önerilen |
| Special kübik     | 0.19           | 0.8050         | 0.6987                     | 0.5747                     | 0.85  |          |
| Kübik             | 0.15           | 0.9151         | 0.8195                     | 0.3794                     | 1.25  | Önerilen |

Model uyum istatistiğine göre iki model önerilmiştir. Önerilen her iki modelin ANOVA tablosu oluşturulmuş ve model hiyerarşisine dikkat ederek “AB(A–B)”, “AC(A–C)” ve “BC(B–C)” terimleri modelden çıkarılmıştır. Bu terimlerin çıkarılması ile special kübik model elde edilmiş ve ANOVA tablosu Tablo 4.50’de verilmiştir.

**Tablo 4.50** Çoklu doymamış yağ asitleri miktarına ait special kübik modelin ANOVA tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Kareler Toplamı | Serbestlik Derecesi (df) | Kareler Ortalaması | F Değeri | p-Değeri Prob > F |         |
|-------------------|-----------------|--------------------------|--------------------|----------|-------------------|---------|
| Model             | 1.62            | 6                        | 0.27               | 7.57     | 0.0021            | Önemli  |
| *Doğrusal karışım | 0.86            | 2                        | 0.43               | 12.15    | 0.0016            |         |
| AB                | 0.13            | 1                        | 0.13               | 3.64     | 0.0830            |         |
| AC                | 0.12            | 1                        | 0.12               | 3.40     | 0.0923            |         |
| BC                | 0.031           | 1                        | 0.031              | 0.88     | 0.3686            |         |
| ABC               | 0.12            | 1                        | 0.12               | 3.40     | 0.0923            |         |
| Kalıntı           | 0.39            | 11                       | 0.036              |          |                   |         |
| *Uyum eksikliği   | 0.31            | 6                        | 0.052              | 3.26     | 0.1076            | Önemsiz |
| *Saf hata         | 0.080           | 5                        | 0.016              |          |                   |         |
| Toplam            | 2.01            | 17                       |                    |          |                   |         |

Tablo 4.51’den anlaşılacağı üzere, duvar materyali karışımı bileşiminin, toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı üzerine etkisini belirleyen special kübik model istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.05$ ).

**Tablo 4.51** Model uygunluğunun değerlendirilmesinde kullanılan istatistiki veriler

|                                                 |        |
|-------------------------------------------------|--------|
| Standart Sapma                                  | 0.19   |
| Ortalama                                        | 42.62  |
| Varyasyon Katsayısı (C.V.) (%)                  | 0.44   |
| PRESS                                           | 0.85   |
| $R^2$                                           | 0.8050 |
| Düzeltilen $R^2$ (Adj- $R^2$ )                  | 0.6987 |
| Tahminlenen $R^2$ (Pred- $R^2$ )                | 0.5747 |
| Tekrar Edilebilirlik Katsayısı (Adeq Precision) | 9.980  |

C.V. ve PRESS değerlerinin düşük olması; tekrar edilebilirlik katsayısının 4’ün üzerinde olması ve (Düzeltilen  $R^2$  – Tahminlenen  $R^2$ ) farkının 0.2’den düşük olması dolayısıyla, toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı üzerine duvar materyali

karışımı bileşiminin etkilerini tahminleyen special kübik modelin istatistiksel açıdan kabul edilebilir olduğu ortaya koyulmuştur. Bu bağımlı değişkeni tahminleyen special kübik modelde yer alan terimlere ait regresyon katsayıları (L–pseudo bileşenler biçiminden) Tablo 4.52’de verilmiştir.

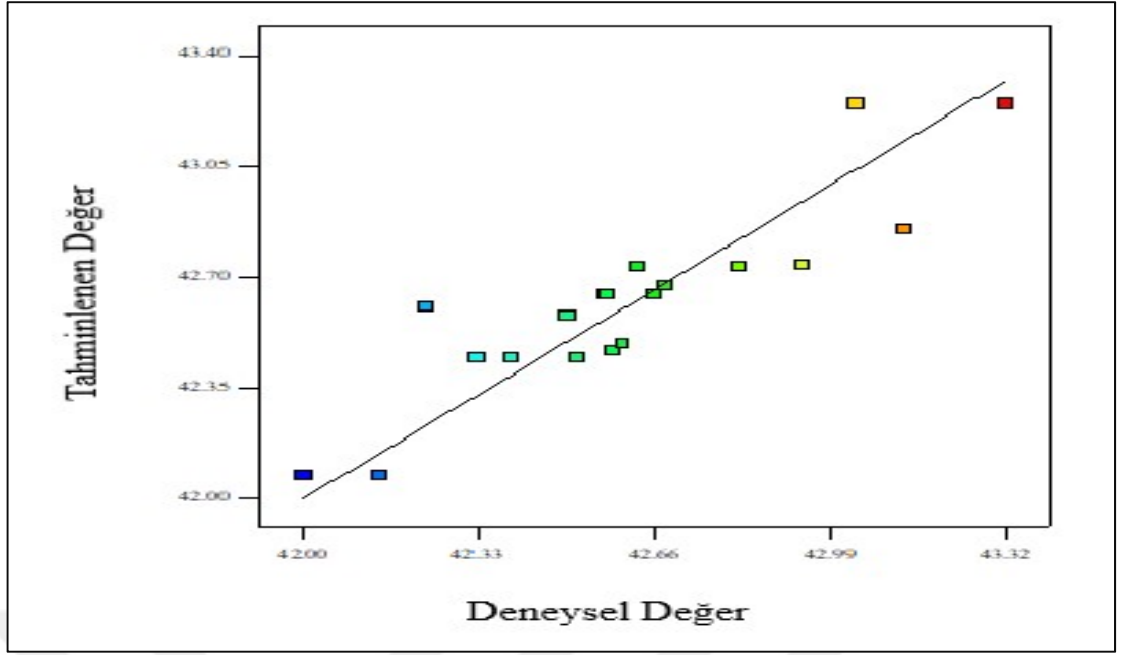
**Tablo 4.52** Special kübik modeldeki terimlerin regresyon katsayıları

| Bileşen | Regresyon Katsayısı (Coefficient Estimate) |
|---------|--------------------------------------------|
| A – PAS | 43.24                                      |
| B – MD  | 44.07                                      |
| C – GA  | 43.01                                      |
| AB      | –3.87                                      |
| AC      | –4.31                                      |
| BC      | –3.59                                      |
| ABC     | 11.06                                      |

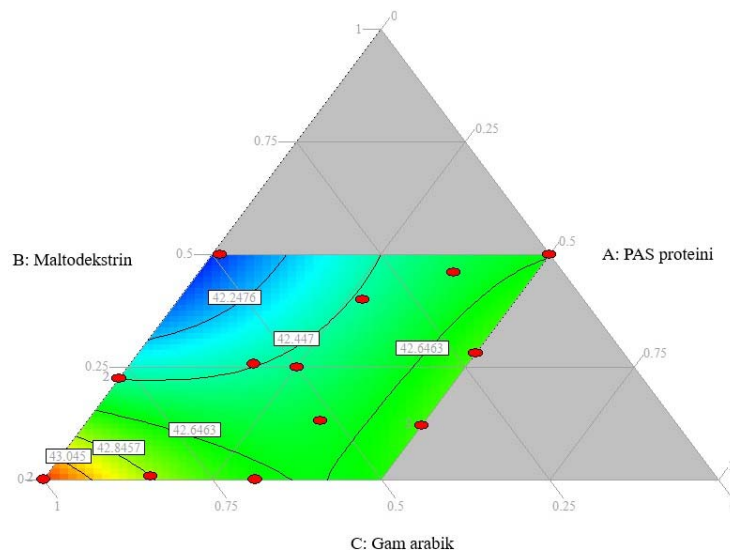
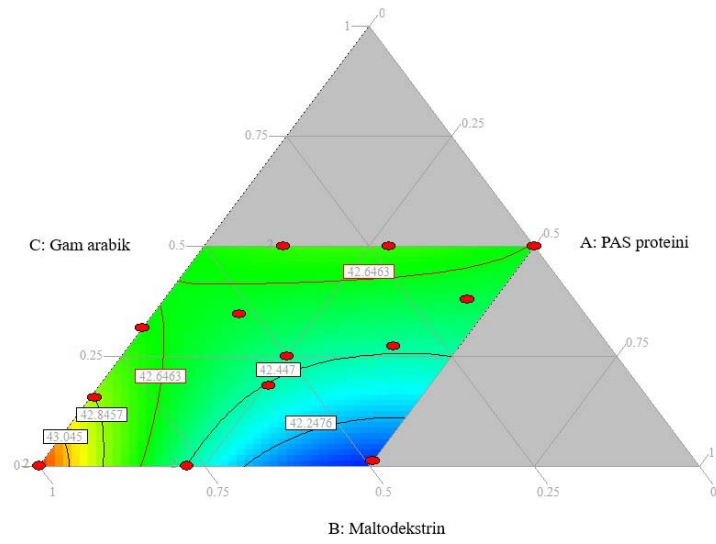
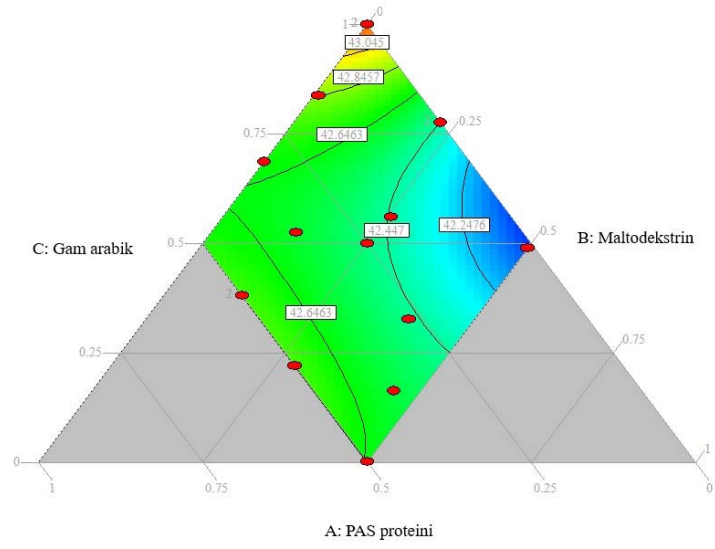
Regresyon katsayıları incelendiğinde, toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik oranı tarafından önemli ölçüde etkilendiği belirlenmiştir. Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarının PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik oranına bağlı olarak değişimini ifade eden denklem (gerçek bileşenler biçiminden) aşağıdaki gibidir:

$$\begin{aligned} \Sigma \text{ çoklu doymamış yağ asitleri (\%)} = & 2.18720 \times \text{PAS} + 2.80043 \times \text{MD} + 2.73714 \times \\ & \text{GA} - 0.055403 \times \text{PAS} \times \text{MD} - 0.060830 \times \text{PAS} \\ & \times \text{GA} - 0.19599 \times \text{MD} \times \text{GA} + 0.015166 \times \text{PAS} \\ & \times \text{MD} \times \text{GA} \end{aligned}$$

Model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel olarak elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki Şekil 4.28’de gösterilmiştir. Görüldüğü üzere, bazı denemelerde tahminlenen değerlerden sapmaların olduğu anlaşılmaktadır.



**Şekil 4.28** Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için model tarafından tahmin edilen yanıtlar ile deneysel verilerle elde edilen yanıtlar arasındaki ilişki



Şekil 4.29 Toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarına ait kontur grafikleri

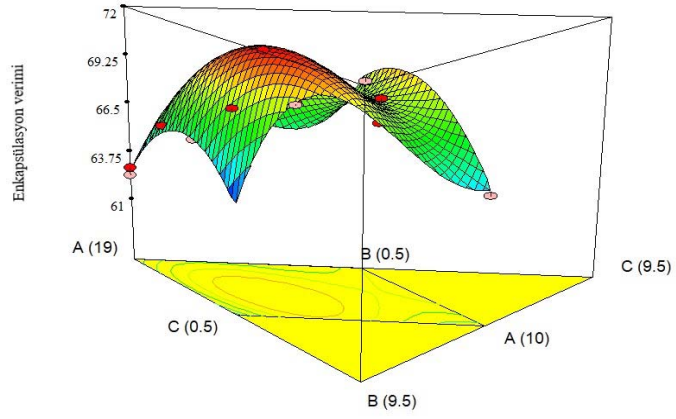
Çalışmada yanıt olarak seçilen üç parametreyi tahminlemeye yönelik oluşturulan denklemler Tablo 53’de özetlenmiştir.

**Tablo 4.53** Karışımı oluşturan her bir bağımsız değişkenin ve bunların etkileşimlerinin enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı üzerine etkilerini gösteren model denklemleri

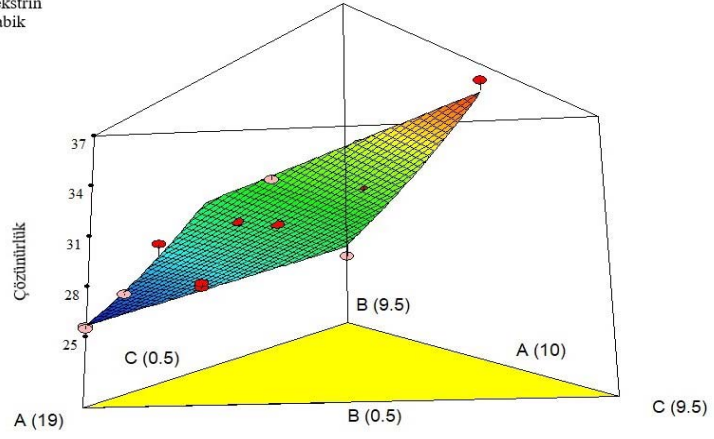
| Parametre                     | Model Denklemi                                                                                              |
|-------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Enkapsülasyon verimi          | $Y = 62.63A + 38.90B + 190.10C + 50.60AB - 231.97AC - 199.20BC + 375.02ABC + 161.09AC(A-C) + 235.02BC(B-C)$ |
| Çözünürlük                    | $Y = 25.67A + 37.10B + 33.88C - 6.20AB$                                                                     |
| Σ çoklu doymamış yağ asitleri | $Y = 43.24A + 44.07B + 43.01C - 3.87AB - 4.31AC - 3.59BC + 11.06ABC$                                        |

A= PAS proteini, B=maltodekstrin, C=gam arabik

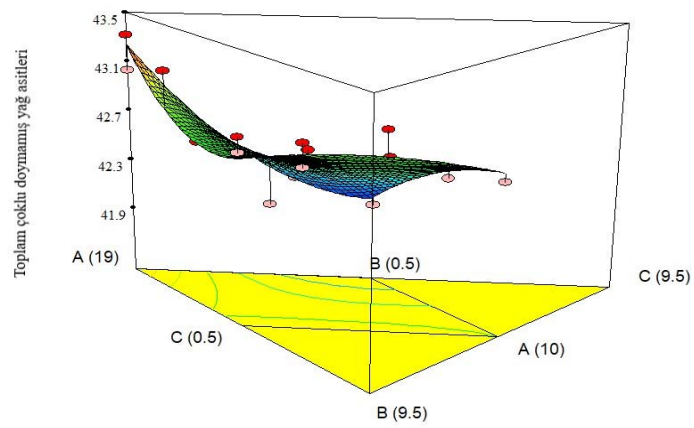
A: PAS proteini  
B: Maltodekstrin  
C: Gam arabik



A: PAS proteini  
B: Maltodekstrin  
C: Gam arabik



A: PAS proteini  
B: Maltodekstrin  
C: Gam arabik



**Şekil 4.30** Enkapsülasyon verimi, çözünürlük ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarı için üç boyutlu yüzey grafikleri

Şekil 4.30'daki üç boyutlu grafiklerde görüldüğü üzere, formülasyon bileşiminde PAS proteini miktarı en düşük (%10.004) ve en yüksek olduğu (%19) durumlarda enkapsülasyon verimi azalmaktadır. Duvar materyali karışımının en az %50'si protein bileşeninden (PAS proteini) oluştuğu için enkapsülasyon veriminde meydana gelen değişimlerin muhtemel sebepleri bu bileşen üzerinden ele alınmıştır. Duvar materyali kombinasyonunda, optimum koşullarda belirlenen PAS proteini miktarından ( $> \sim\%15$ ) daha fazla bu bileşenin bulunması halinde enkapsülasyon veriminin düşmesi, formülasyondaki toplam karbonhidrat (maltodekstrin ve gam arabik) miktarının düşmesi ile ilişkilendirilebilir. Young ve ark. (1993), amorf haldeki karbonhidratların duvar materyalinde hidrofilik bir dolgu maddesi olarak davrandığını ve böylece çözgenin, duvar materyali boyunca difüzyonunu ve dolaylı olarak enkapsüle yağa erişimini kısıtlayarak enkapsülasyon verimini artırdığını bildirmişlerdir [628]. Ayrıca optimum formülasyon şartlarının ötesinde formülasyondaki karbonhidrat bazının azalması ile verimde meydana gelen azalma şu şekilde de açıklanabilir: Çalışmamızda olduğu gibi  $-18^{\circ}\text{C}$  gibi sıcaklıklarda düşük hızla yapılan soğutma işlemi, emülsiyon içerisinde büyük buz kristallerinin oluşmasına ve bu kristaller de yağ globüllerini birbirinden uzak tutan ara yüzey yapısının zarar görmesine sebep olmaktadır [523]. Yapılan bazı çalışmalar, polisakkaritlerin donmaya karşı koruyucu (kriyoprotektan) bir etkiye sahip olduğunu ve su-içinde-yağ emülsiyonlarını, donmanın yol açacağı destabilizasyona karşı koruduklarını ortaya koymuştur [629,630]. Bu çalışmada, formülasyondaki karbonhidrat kısmının son derece azalması ile dondurma esnasında emülsiyonların stabilitesi zarar görmüş ve emülsiyon yapısında meydana gelen bu bozulma, verimin düşmesine yol açmış olabilir.

Proteinlerin amfilik özellikleri göz önüne alınarak, bu çalışmada birincil emülsifiye edici ajan olarak PAS proteini, ikincil emülsifiye edici ajan olarak ise çok düşük miktarda proteinli kısma sahip olan ( $\sim\%10$ ) gam arabik kullanılmıştır. Formülasyonda optimum miktardan daha az miktarda PAS proteini kullanıldığında, enkapsülasyon veriminde azalmanın meydana geldiği belirlenmiştir. Bunun; düşük protein içeriğinden dolayı gam arabikğin PAS proteini kadar kuvvetli bir emülsifiye edici ajan olmaması ve bu yüzden, düşük protein içerikli duvar materyallerinin kullanıldığı denemelerde su içerisinde yağ emülsiyonu stabilizasyonunun yeterli bir şekilde sağlanamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

#### 4.4.2. Optimizasyon

Bu çalışmanın amacı, daha önce farklı yağ enkapsülasyon çalışmalarında kullanılan bazı duvar materyallerinin biraraya gelmesi ile oluşacak optimum duvar karışımı bileşiminin belirlenerek en yüksek enkapsülasyon verimi, en yüksek çözünürlük ve en yüksek toplam çoklu doymamış yağ asitleri miktarı ile soğuk pres kabak çekirdeği yağının dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsülasyonunun sağlanmasıdır. Optimum koşullar, oluşturulan regresyon modellerinin çözümlenmesi sonucunda “desirability (istenebilirlik)” fonksiyonu kullanılarak tespit edilmiştir.

Çalışmanın başında belirlenen bağımsız değişken kısıtları dahilinde ( $10 \leq PAS \leq 19$ ;  $0.5 \leq MD \leq 5$ ;  $0.5 \leq GA \leq 5$ ), yanıtların maksimize edilmesi için, Design Expert tarafından önerilen istenebilirlik (desirability) değeri en yüksek olan dört duvar materyali bileşimi Tablo 4.54’de özetlenmiş ve bir tanesi Şekil 4.31’de şematize edilmiştir.

**Tablo 4.54** Maksimum enkapsülasyon verimi için optimizasyon sonunda belirlenen duvar materyallerinin bileşimleri ve yanıt olarak seçilen parametrelerin tahminlenen değerleri

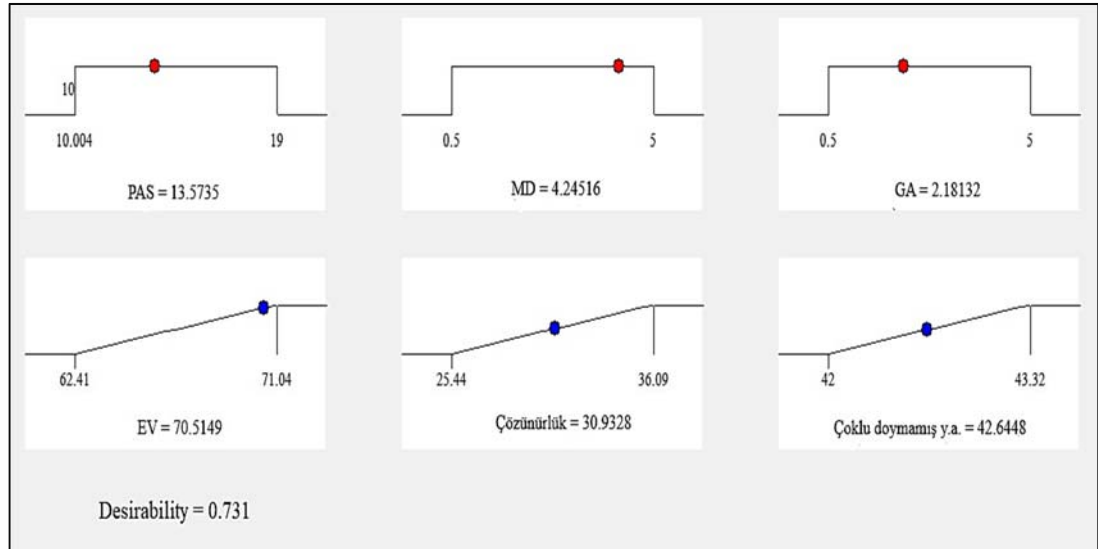
| PAS (%) | MD (%)  | GA (%)  | Enkaps. Verimi (%) | Çözünürlük (%) | $\Sigma$ Çoklu doymamış y.a. | İstenebilirlik |
|---------|---------|---------|--------------------|----------------|------------------------------|----------------|
| 13.5735 | 4.24516 | 2.18132 | 70.5419            | 30.9328        | 42.6448                      | 0.731          |
| 12.8278 | 5       | 2.17222 | 69.3647            | 31.9337        | 42.7406                      | 0.709          |
| 14.3949 | 4.02374 | 1.58135 | 70.44335           | 29.9428        | 42.6295                      | 0.695          |
| 14.0749 | 2.04107 | 3.884   | 68.044             | 30.2311        | 42.3532                      | 0.507          |

İstenebilirlik işlevi, kısmi yanıtların boyutsuz bir istenebilirlik skalasına dönüştürülmesiyle genel bir yanıtın oluşturulması esasına dayanmaktadır [631]. Optimum noktada elde edilen herhangi bir ürünün –istenebilirlik değeri baz alınarak– çalışmadaki bağımlı değişkenlerde amaçlanan hedefleri karşılama oranına göre sınıflandırılması Tablo 4.55’de verilmiştir.

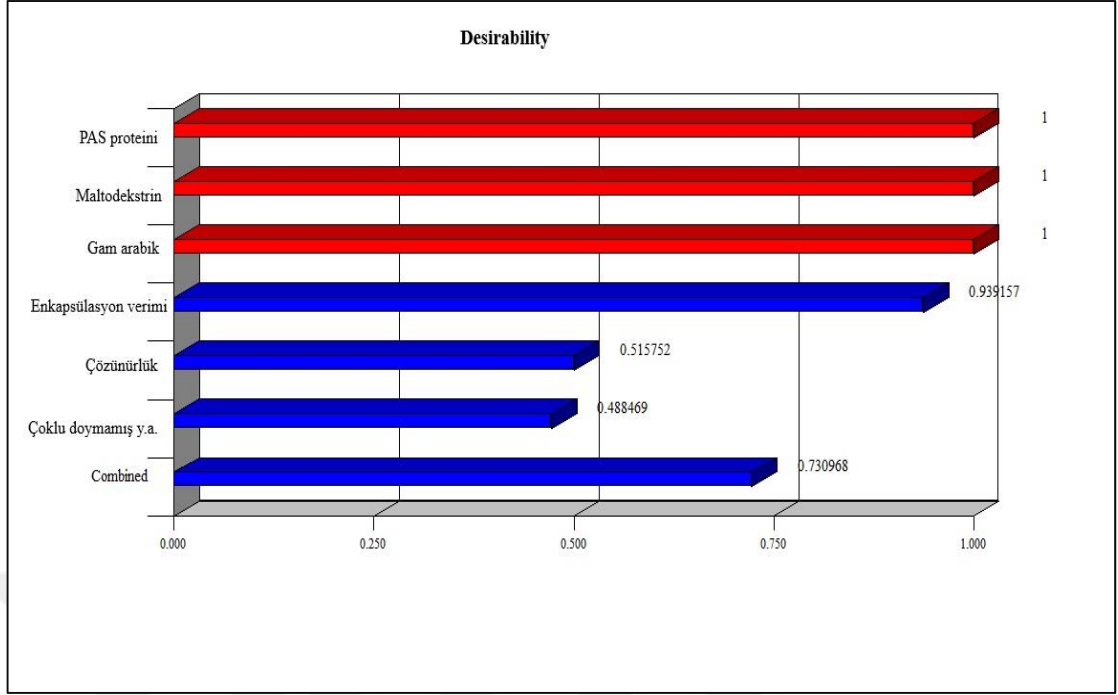
**Tablo 4.55** İstenebilirlik skalasına göre sınıflandırma

| İstenebilirlik Değeri | Kategori              | Ürün Kalitesi                                                                                                                      |
|-----------------------|-----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1.00                  | Mükemmel              | “İstenilen kalite” ya da “memnuniyet” açısından en üst nokta; bu noktanın ötesinde kayda değer bir farklılık meydana gelmeyecektir |
| 1.00 – 0.80           | Çok iyi               | Kabul edilebilir ve mükemmel; olağan dışı kalite ya da performans; ticari olarak var olan herhangi bir şeyin hayli ötesinde        |
| 0.80 – 0.63           | İyi                   | Kabul edilebilir ve iyi; en iyi ticari kaliteye sahip üründe bir iyileşmeyi temsil etmektedir.                                     |
| 0.63 – 0.37           | Tatmin (memnun) edici | Kabul edilebilir fakat zayıf. Spesifikasyon sınırlarına bağlı olarak kalite kabul edilebilir fakat iyileştirme arzu edilir.        |
| 0.37 – 0.20           | Kötü                  | Kabul edilemez. Bu kaliteye sahip ürünler, projenin başarısız olmasına sebep olacaktır.                                            |
| 0.20 – 0.00           | Çok kötü              | Kesinlikle kabul edilemez                                                                                                          |

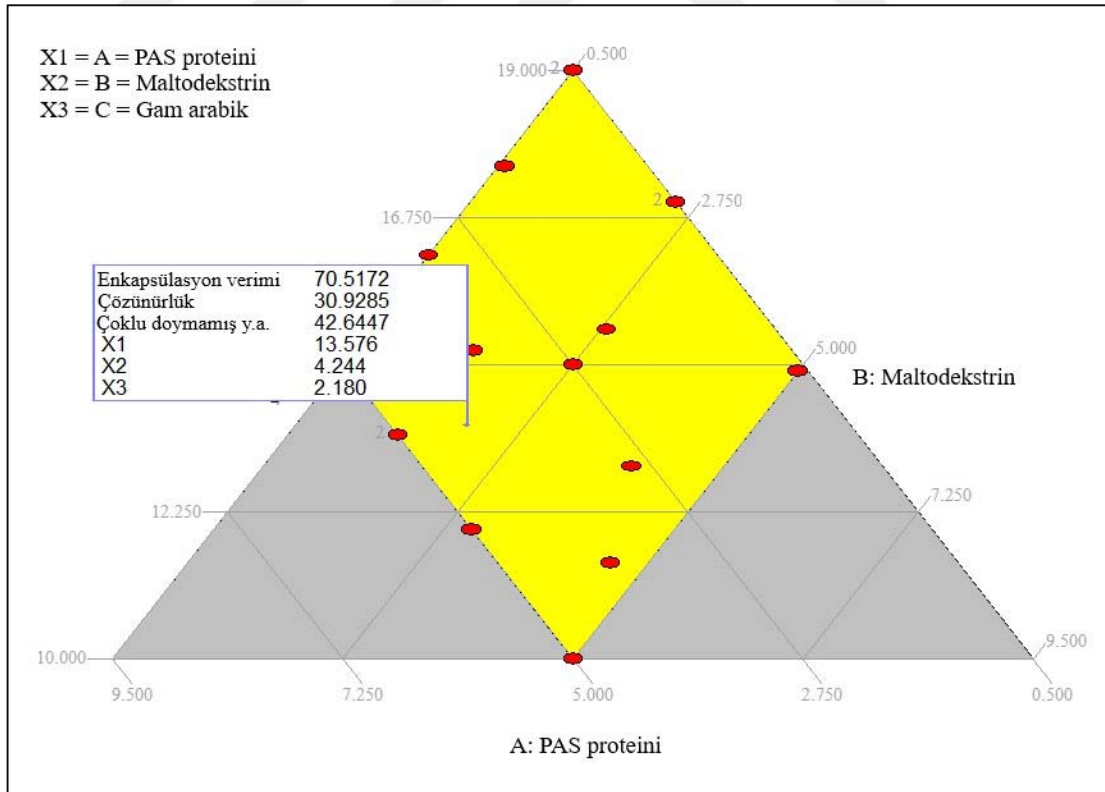
Önerilen ilk üç duvar materyali bileşimi, sahip oldukları istenebilirlik değerlerine (sırasıyla 0.731, 0.709 ve 0.695) göre değerlendirildiğinde çalışmanın hedeflerini yüksek bir şekilde karşılamaktadır. Optimum olarak belirlenen son bileşim ise, yanıtlar için belirlenen hedeflere tatmin edici bir şekilde ulaşılmasını sağlayacak bir istenebilirlik değerine (0.507) sahiptir.



**Şekil 4.31** En yüksek istenebilirlik değerine sahip olan formülasyon bileşiminin rampa işlevi grafikleri ile gösterilmesi



**Şekil 4.32** En yüksek istenebilirlik değerine sahip karışım bileşimi ve bu noktada her bir yanıt ile yanıtların bütünlük etkisinin istenebilirlik değeri



**Şekil 4.33** Kısıtlanan çalışma bölgesi içerisinde en yüksek istenebilirlik değerine sahip karışım bileşimi ve bu noktada elde edileceği tahmin edilen bağımlı değişken değerleri

Şekil 4.33’de görülen kırmızı noktalar, bu çalışmada gerçekleştirilen 18 denemeyi temsil etmektedir. En yüksek istenebilirlik değerine (0.731) sahip optimum koşul ise beyaz bayrakla gösterilmiştir. İstenebilirlik işlevine bağlı olarak seçilen optimum duvar materyali bileşiminin %13.5757 PAS proteini, %4.24381 maltodekstrin ve %2.18044 gam arabikten meydana geldiği ortaya koyulmuştur.



## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Gerçekleştirilen bu çalışma kapsamında, soğuk pres kabak çekirdeği yağının dondurarak kurutma yöntemiyle enkapsülasyonu amacıyla PAS proteini, maltodekstrin ve gam arabik kombinasyonunun duvar materyali olarak kullanımı irdelenmiştir. Her bir bileşenin en düşük ve en yüksek kullanım miktarları, yapılan ön denemeler ile belirlenmiştir. Bu çalışmada yapılan optimizasyonun amacı, enkapsülasyon verimini maksimize eden duvar materyali kombinasyonunu tespit etmektir. Optimum kombinasyonu belirleyebilmek için Design–Expert paket programında D–Optimal karışım deseni kullanılarak 18 formülasyon oluşturulmuştur. Bu formülasyonlara bağlı kalmak şartıyla su içerisinde yağ emülsiyonları oluşturulmuş ve liyofilizatörde kurutulmuştur. Emülsiyonlar ve mikrokapsüller bazı fizikokimyasal özellikler bakımından karakterize edilmiştir. Ayrıca, mikrokapsülasyon işleminin oksidatif stabilite üzerine etkisini ortaya çıkarmak amacıyla mikrokapsüller, kapaklı, şeffaf cam kavanozlara alınarak karanlık ortamda 20°C sıcaklıkta 12 hafta depolanmışlardır.

Mekanik homojenizatörde oluşturulan su içerisinde yağ emülsiyonlarının stabilitelerinin 24 saat boyunca bozulmadığı ve faz ayrımının meydana gelmediği belirlenmiştir. Tüm emülsiyonların, Newton tipi olmayan akış özelliklerine sahip olduğu ve kayma ile incelen sıvılar sınıfına ait olduğu tespit edilmiştir. Emülsiyonların damlacık büyüklüğü dağılımlarının homojen olmadığı ve bimodal dağılım gösterdiği anlaşılmıştır.

Rekonstitüe mikrokapsüllerin büyüklüklerinin 25.65–70.50 µm arasında değiştiği belirlenmiş ve bu parametrenin, bıçaklı öğütücüde yapılan öğütme işleminin etkinliği tarafından büyük ölçüde etkilendiği düşünülmüştür. Ayrıca, liyofilizatörde elde edilen mikrokapsüllerin düzensiz şekillere ve gözenekli, delikli, kırılğan yüzey yapılarına sahip olduğu görülmüştür. Mikrokapsüllerin; depolama, nakliye ve proses aşamaları için büyük önem taşıyan akabilirlik özelliklerinin son derece zayıf olduğu ortaya konmuştur. Mikrokapsülasyon işleminin yapılması ile kabak çekirdeği yağının suda çözünürlüğü artırılmıştır. Diğer yandan mikrokapsülasyon işlemi, doymuş yağ asitleri miktarının artmasına, tekli ve çoklu doymamış yağ asitleri miktarlarının ise azalmasına sebep olmuştur. Benzer şekilde, mikrokapsülasyon

sonucunda kabak çekirdeği yağında bulunan tokoferol izomerlerinin miktarında ve toplam fenolik madde içeriklerinde de azalma meydana gelmiştir.

Depolama süresince mikrokapsüllerin nem içerikleri ve su aktivitesi değerleri sürekli yükselmiştir. Mikrokapsüllerin yüzey yağlarının peroksit ve konjuge dien değerleri 8.haftaya kadar arttıktan sonra hızlı bir şekilde azalmıştır. Enkapsüle yağların peroksit ve konjuge dien değerleri ise depolamanın sonuna kadar devamlı artmıştır. Oksidasyonun ikincil ürünleri hakkında fikir edinilmesine yardımcı olan *p*-anisidin değeri, hem yüzey yağlarında hem de enkapsüle yağlarda depolama boyunca artmıştır. Ancak, enkapsüle yağlarda meydana gelen artış, yüzey yağlarının *p*-anisidin değerlerinde meydana gelen artışa kıyasla oldukça düşüktür. Depolama süresince mikrokapsüllerin yüzey yağlarının ve enkapsüle yağların totoks değerlerinde meydana gelen değişim, peroksit ve konjuge dien değerlerinde gözlemlenen değişimlere benzer şekilde meydana gelmiştir.

Mikrokapsüllerin enkapsülasyon verimleri %62.41–71.04 arasında değişim göstermiştir. Maksimum enkapsülasyon verimini veren (%71.09) optimum duvar materyali kombinasyonunun %14.645 PAS proteini, %3.346 maltodekstrin ve %2.009 gam arabikten meydana geldiği belirlenmiştir.

Farklı parametreler arasındaki korelasyonlar incelendiğinde, enkapsülasyon verimi ile maltodekstrin ve gam arabik miktarları arasında istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) pozitif, ancak PAS proteini ile arasında negatif bir ilişki olduğu anlaşılmıştır. Mikrokapsüllerin nem miktarları, PAS proteini miktarının artması ile artarken, gam arabik miktarının artması ile azalma eğilimi göstermişlerdir. Ayrıca nem miktarı ile, yüzey ve enkapsüle yağların peroksit, konjuge dien, *p*-anisidin ve totoks değerleri arasında istatistiksel olarak önemli ( $p<0.05$ ) pozitif ilişkiler olduğu belirlenmiştir. Bu oksidasyon indisleri ile su aktivitesi değeri arasında da, nem içeriğine benzer şekilde, istatistik olarak önemli ( $p<0.05$ ) pozitif ilişkiler tespit edilmiştir.

Kabak çekirdeği yağının dondurarak kurutma yöntemiyle mikroenkapsüle edilmesi ile, özellikle yağın enkapsüle edilebilen kısmının oksidatif stabilitesinin iyileştirildiği belirlenmiştir. Ancak, homojenizasyon esnasında tetiklenen oksidasyon, mikrokapsül içine hapsedilemeyen yüzey yağlarında çok hızlı şekilde ilerleme göstermiştir. Mikroenkapsülasyon işlemine rağmen, enkapsüle yağların peroksit ve

totoks deęerleri 12 haftalık depolama sonunda, kabul edilebilir üst sınırların üzerine çıkmıştır. Mikrokapsüllerin oksidatif stabilitelerinin artırılması için modifiye atmosferde paketlenme ve farklı antioksidanların kullanım olanakları araştırılmalıdır. Ayrıca, ilerleyen çalışmalarda mikrokapsüllerin camsı geçiş sıcaklıkları belirlenerek her bir denemede elde edilen mikrokapsüle uygun depolama şartları (sıcaklık ve nispi nem) ortaya çıkarılmalıdır.



## KAYNAKLAR

1. Evranuz, E., Arduzlar-Kağan, D. Winter Squash and Pumpkins. In: Handbook of Vegetable Preservation and Processing. 2nd ed. Ed.: Hui YH, EÖ Evranuz, Boca Raton, FL, CRC Press, 2015, 671–688.
2. Food and Agriculture Organization of the United Nations. FAOSTAT 2017,. <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC> [Erişim Tarihi: 26 December 2017].
3. TÜİK. Bitkisel Üretim İstatistikleri 2017,. <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr> [Erişim Tarihi: 26 December 2017].
4. USDA. National Nutrient Database 2016,. <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/foods/show/3616?n1=%7Bn1%3DQv%2C+Qv%3D1%7D&fgcd=&man=&lfacet=&count=&max=50&sort=default&qlookup=pumpkin+seed&offset=&format=Full&new=&measureby=&Qv=1&ds=Standard+Reference&qt=&qp=&qq=&qn=&q=&ing=> [Erişim Tarihi: 26 December 2017].
5. Veronezi, C.M., Jorge, N. Bioactive Compounds in Lipid Fractions of Pumpkin (*Cucurbita* sp) Seeds for Use in Food. *Journal of Food Science*. 2012, 77(6), C653–C657.
6. Gohari Ardabili, A., Farhoosh, R., Haddad Khodaparast, M.H. Chemical composition and physicochemical properties of pumpkin seeds (*Cucurbita pepo* subsp. *pepo* Var. *styriaca*) grown in Iran. *Journal of Agricultural Science and Technology*. 2011, 13, 1053–1063.
7. Caili, F., Huan, S., Quanhong, L. A Review on Pharmacological Activities and Utilization Technologies of Pumpkin. *Plant Foods for Human Nutrition*. 2006, 61(2), 70–77.
8. Yadav, M., Jain, S., Tomar, R., Prasad, G.B.K.S., Yadav, H. Medicinal and biological potential of pumpkin: an updated review. *Nutrition Research Reviews*. 2010, 23(02), 184–190.
9. Desai, K.G.H., Park, H.J., Jin Park, H. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*. 2005, 23(7), 1361–1394.
10. Zuidam, N.J., Shimoni, E. Overview of Microencapsulates for Use in Food Products or Processes and Methods to Make Them. In: *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*. Ed.: Zuidam Nicolaas Jan, Victor A Nedovic, New York, NY, Springer New York, 2010, 3–29.
11. Nedović, V., Kalušević, A., Manojlović, V., Lević, S., Bugarski, B. An overview of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Science*. 2011, 1, 1806–1815.
12. Nedović, V., Kalušević, A., Manojlović, V., Petrović, T., Bugarski, B. *Advances in Food Process Engineering Research and Applications*. Boston, MA,

Springer US, 2013.

13. Jafari, S.M., Assadpoor, E., He, Y., Bhandari, B. Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. *Drying Technology*. 2008, 26(7), 816–835.
14. Shahidi, F., Han, X.Q. Encapsulation of food ingredients. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 1993, 33(6), 501–547.
15. Bansode, S.S., Banarjee, S.K., Gaikwad, D.D., Jadhav, S.L., Thorat, R.M. Microencapsulation: a review. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 2010, 1(2), 38–42.
16. Sri.S, J., Seethadevi, A., Prabha, K.S., Muthuprasanna, P., Pavitra, P. Microencapsulation: A review. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*. 2012, 3(1), 509–531.
17. Anandharamakrishnan, C. *Techniques for Nanoencapsulation of Food Ingredients*. New York, NY, Springer New York, 2014.
18. Silva, P.T. da, Fries, L.L.M., Menezes, C.R. De, Holkem, A.T., Schwan, C.L., Wigmann, É.F., *et al.* Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. *Ciência Rural*. 2014, 44(7), 1304–1311.
19. Risch, S.J. Encapsulation: Overview of Uses and Techniques. In: *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. Ed.: Risch Sara J, Gary A Reineccius, Washington, DC, American Chemical Society, 1995, 2–7.
20. Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H. *Food Powders - Physical Properties, Processing, and Functionality*. Boston, MA, Springer US, 2005.
21. Kolanowski, W., Ziolkowski, M., Weißbrodt, J., Kunz, B., Laufenberg, G. Microencapsulation of fish oil by spray drying--impact on oxidative stability. Part 1. *European Food Research and Technology*. 2006, 222(3–4), 336–342.
22. Anwar, S.H., Kunz, B. The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: Comparison of spray granulation, spray drying, and freeze drying. *Journal of Food Engineering*. 2011, 105(2), 367–378.
23. Kaushik, P., Dowling, K., Barrow, C.J., Adhikari, B. Microencapsulation of omega-3 fatty acids: A review of microencapsulation and characterization methods. *Journal of Functional Foods*. 2015, 19, 868–881.
24. Laokuldilok, T., Kanha, N. Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (*Oryza sativa* L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 64(1), 405–411.
25. Lee, S.J., Wong, M. Nano- and Microencapsulation of Phytochemicals. In: *Nano- and Microencapsulation for Foods*. Ed.: Kwak Hae Soo, Chichester, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2014, 117–165..
26. Nas, S., Gökalp, H.Y., Ünsal, M. *Bitkisel Yağ Teknolojisi*. 3rd ed. Denizli,

Turkey, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Matbaası, 2001,.

27. Başoğlu, F. *Yemeklik Yağ Teknolojisi*. 4th ed. Bursa, Turkey, Dora Yayıncılık, 2014,.
28. Turgut Dunford, N. Oil- and Oilseed-Based Bioactive Compounds and Their Health Effects. In: Nutritionally Enhanced Edible Oil Processing. Ed.: Dunford Nurhan Turgut, H Brian Dunford, Champaign, Illinois, AOCS Publishing, 2004,1–24. DOI: 10.1201/9781439822272.ch1.
29. Gunstone, F.D. Production and Trade of Vegetable Oils. In: Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties and Uses. 2nd ed. Ed.: Gunstone Frank D, Oxford, UK, Wiley-Blackwell, 2011,1–24. DOI: 10.1002/9781444339925.ch1.
30. Sahena, F., Zaidul, I.S.M., Jinap, S., Karim, A.A., Abbas, K.A., Norulaini, N.A.N., *et al.* Application of supercritical CO<sub>2</sub> in lipid extraction - A review. *Journal of Food Engineering*. 2009, 95(2), 240–253.
31. Ruttarattanamongkol, K., Siebenhandl-Ehn, S., Schreiner, M., Petrasch, A.M. Pilot-scale supercritical carbon dioxide extraction, physico-chemical properties and profile characterization of *Moringa oleifera* seed oil in comparison with conventional extraction methods. *Industrial Crops and Products*. 2014, 58, 68–77.
32. Gomes, P.B., Mata, V.G., Rodrigues, A.E. Production of rose geranium oil using supercritical fluid extraction. *The Journal of Supercritical Fluids*. 2007, 41(1), 50–60.
33. Çolak, N., Tülek, Y. Süperkritik akışkan ekstraksiyonu. *Gıda*. 2003, 28(3), 313–320.
34. Temelli, F., Saldaña, M.D.A., Moquin, P.H.L., Sun, M. Supercritical Fluid Extraction of Specialty Oils. In: Supercritical Fluid Extraction of Nutraceuticals and Bioactive Compounds. Ed.: Martínez Jose L, Boca Raton, FL, CRC Press, 2007,51–101.
35. Schaich, K. Lipid Oxidation in Specialty Oils. In: Nutraceutical and Specialty Lipids and their Co-Products. Ed.: Shahidi Fereidoon, Boca Raton, FL, CRC Press, 2006,401–448.
36. CAC. *Codex Alimentarius: Fats, Oils and Related Products (Volume 8)*. 2nd ed. Rome, FAO, 2001,.
37. De Leonardis, A., Macciola, V., Di Rocco, A. Oxidative stabilization of cold-pressed sunflower oil using phenolic compounds of the same seeds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2003, 83(6), 523–528.
38. Parker, T.D., Adams, D.A., Zhou, K., Harris, M., Yu, L. Fatty Acid Composition and Oxidative Stability of Cold-pressed Edible Seed Oils. *Journal of Food Science*. 2003, 68(4), 1240–1243.
39. Yu, L.L., Zhou, K.K., Parry, J. Antioxidant properties of cold-pressed black caraway, carrot, cranberry, and hemp seed oils. *Food Chemistry*. 2005, 91(4),

40. Matthäus, B., Brühl, L. Quality of cold-pressed edible rapeseed oil in Germany. *Die Nahrung*. 2003, 47(6), 413–419.
41. Emir, D.D., Güneşer, O., Yilmaz, E. Cold pressed poppy seed oils: sensory properties, aromatic profiles and consumer preferences. *Grasas Aceites*. 2014, 65(3), e029.
42. Rabrenović, B.B., Dimić, E.B., Novaković, M.M., Tešević, V. V., Basić, Z.N. The most important bioactive components of cold pressed oil from different pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) seeds. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 55(2), 521–527.
43. McCreight, J.D. Cultivation and Uses of Cucurbits. In: *Genetics and Genomics of Cucurbitaceae*. Ed.: Grumet Rebecca, Nurit Katzir, Jordi Garcia-Mas, Springer International Publishing, 2016, 1–12.
44. Weng, Y., Sun, Z. Major Cucurbit Crops. In: *Genetics, Genomics and Breeding of Cucurbits*. Ed.: Wang Yi Hong, Tusar Kanti Behera, Chittaranjan Kole, Boca Raton, FL, CRC Press, 2012, 1–16. DOI: 10.1201/b11436-2.
45. Decker-Walters, D.S., Walters, T.W. Squash. In: *The Cambridge World History of Food*. Ed.: Kiple Kenneth F, Kriemhild Conee Ornelas, Cambridge, Cambridge University Press, 2000, 335–351.
46. Fruhwirth, G.O., Hermetter, A. Production technology and characteristics of Styrian pumpkin seed oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2008, 110(7), 637–644.
47. Fruhwirth, G.O., Hermetter, A. Seeds and oil of the Styrian oil pumpkin: Components and biological activities. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2007, 109(11), 1128–1140.
48. Murkovic, M., Piironen, V., Lampi, A.M., Kraushofer, T., Sontag, G. Changes in chemical composition of pumpkin seeds during the roasting process for production of pumpkin seed oil (Part 1: non-volatile compounds). *Food Chemistry*. 2004, 84(3), 359–365.
49. Wenzl, T., Prettnner, E., Schweiger, K., Wagner, F.S. An improved method to discover adulteration of Styrian pumpkin seed oil. *Journal of Biochemical and Biophysical Methods*. 2002, 53(1–3), 193–202.
50. Siegmund, B., Murkovic, M. Changes in chemical composition of pumpkin seeds during the roasting process for production of pumpkin seed oil (Part 2: volatile compounds). *Food Chemistry*. 2004, 84(3), 367–374.
51. Akinoso, R., Raji, A.O. Optimization of oil extraction from locust bean using response surface methodology. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2011, 113(2), 245–252.
52. Vujasinovic, V., Djilas, S., Dimic, E., Romanic, R., Takaci, A. Shelf life of cold-pressed pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) seed oil obtained with a screw press. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2010, 87(12), 1497–1505.

53. Nederal, S., Škevin, D., Kraljić, K., Obranović, M., Papeša, S., Bataljaku, A. Chemical composition and oxidative stability of roasted and cold pressed pumpkin seed oils. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2012, 89(9), 1763–1770.
54. Procida, G., Stancher, B., Cateni, F., Zacchigna, M. Chemical composition and functional characterisation of commercial pumpkin seed oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2013, 93(5), 1035–1041.
55. Stevenson, D.G., Eller, F.J., Wang, L., Jane, J.L., Wang, T., Inglett, G.E. Oil and tocopherol content and composition of pumpkin seed oil in 12 cultivars. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2007, 55(10), 4005–4013.
56. Wenli, Y., Yaping, Z., Jingjing, C., Bo, S. Comparison of two kinds of pumpkin seed oils obtained by supercritical CO<sub>2</sub> extraction. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2004, 106(6), 355–358.
57. Bayizit, A.A. Doymamış yağ asitlerinin beslenme ve sağlık açısından önemi. *Gıda ve Yem Bilimi Teknolojisi*. 2003, 3, 28–31.
58. Çakmakçı, S., Kahyaoğlu, D.T. Yağ Asitlerinin Sağlık ve Beslenme Üzerine Etkileri. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*. 2012, 5(2), 133–137.
59. Vaclavik, V.A., Christian, E.W. *Essentials of Food Science*. 3rd ed. New York, NY, Springer New York, 2008.
60. Eseceli, H., Değirmencioglu, A., Kahraman, R. Omega yağ asitlerinin insan sağlığı yönünden önemi. In: *Türkiye 9.Gıda Kongresi*. Ed.: Bolu, Türkiye, 2006,403–406.
61. Nyam, K.L., Tan, C.P., Lai, O.M., Long, K., Che Man, Y.B. Physicochemical properties and bioactive compounds of selected seed oils. *LWT - Food Science and Technology*. 2009, 42(8), 1396–1403.
62. DeMan, J.M. *Principles of Food Chemistry*. 3rd ed. Gaithersburg, Maryland, Aspen Publishers, 1999,.
63. Belitz, H.D., Grosch, W., Schieberle, P. *Food Chemistry*. 4th ed. Leipzig, Germany, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009.
64. Covas, M.I., Ruiz-Gutierrez, V., de la Torre, R., Kafatos, A., Lamuela-Raventos, R.M., Osada, J., *et al.* Minor Components of Olive Oil: Evidence to Date of Health Benefits in Humans. *Nutrition Reviews*. 2006, 64(10), s20–s30.
65. Demirci, A.Ş., Taşan, M., Gülcü, M. Zeytinyağlarında önemli bir minör bileşen olarak squalen. In: *I.Ulusal Zeytin Öğrenci Kongresi*. Ed.: Balıkesir, 2008,122–125.
66. Ryan, E., Galvin, K., O'Connor, T.P., Maguire, a. R., O'Brien, N.M. Phytosterol, squalene, tocopherol content and fatty acid profile of selected seeds, grains, and legumes. *Plant Foods for Human Nutrition*. 2007, 62, 85–91.
67. Zawistowski, J. Tangible Health Benefits of Phytosterol Functional Foods. In: *Functional Food Product Development*. Ed.: Smith Jim, Edward Charter,

Singapore, Wiley-Blackwell, 2010,362–387.

68. Gregory, J.F.I. Vitamins. In: Food Chemistry. 3rd ed. Ed.: Fennema Owen R, New York, NY, CRC Press, 1996,531–616.
69. Kasnak, C., Palamutoğlu, R. Doğal antioksidanların sınıflandırılması ve insan sağlığına etkileri. Türk Tarım - Gıda Bilim ve Teknoloji Dergisi. 2015, 3(5), 226–234.
70. Murkovic, M., Hillebrand, A., Winkler, J., Pfannhauser, W. Variability of vitamin E content in pumpkin seeds (*Cucurbita pepo* L). Zeitschrift Für Lebensmittel-Untersuchung Und Forschung. 1996, 202(4), 275–278.
71. Knothe, G., Kenar, J.A., Gunstone, F.D. Chemical Properties. In: The Lipid Handbook with CD-ROM, Third Edition. Ed.: Gunstone Frank D, John L Harwood, AJ Dijkstra, Boca Raton, FL, CRC Press, 2007,535–589.
72. Kim, H.J., Min, D.B. Chemistry of Lipid Oxidation. In: Food Lipids - Chemistry, Nutrition, and Biotechnology. 3rd ed. Ed.: Akoh Casimir C, David B Min, Boca Raton, FL, CRC Press, 2008,299–320.
73. Frankel, E.N. *Lipid oxidation*. 2nd ed. Cambridge, UK, Woodhead Publishing Limited, 2005.
74. Gunstone, F.D. *The Chemistry of Oils and Fats - Sources, Composition, Properties and Uses*. Oxford, UK, Blackwell Publishing Ltd., 2004,.
75. Kamal-Eldin, A., Pokorny, J. Lipid Oxidation Products and Methods Used for Their Analysis. In: Analysis of Lipid Oxidation. Ed.: Kamal-Eldin Afaf, Jan Pokorny, Champaign, Illinois, AOCS Publishing, 2005,1–16.
76. Choe, E., Min, D.B. Mechanisms and Factors for Edible Oil Oxidation. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety. 2006, 5(4), 169–186.
77. McClements, D.J., Decker, E.A. Lipids. In: Fennema's Food Chemistry. 4th ed. Ed.: Damodaran Srinivasan, Kirk L Parkin, Owen R Fennema, Boca Raton, FL, CRC Press, 2008,155–216.
78. Wan, P.J. Properties of Fats and Oils. In: Introduction to Fats and Oils Technology. 2nd ed. Ed.: O'Brien Richard D, Walter E Farr, Peter J Wan, Champaign, Illinois, AOCS Press, 2000,20–48.
79. Reische, D., Lillard, D., Eitenmiller, R. Antioxidants. In: Food Lipids - Chemistry, Nutrition, and Biotechnology. 2nd ed. Ed.: Akoh Casimir C, David B Min, Boca Raton, FL, CRC Press, 2008,409–433. DOI: 10.1201/9781420046649.ch15.
80. Shi, H., Noguchi, N. Introducing Natural Antioxidants. In: Antioxidants in Food. Ed.: Pokorny Jan, Nedyalka Yanishlieva, Michael Gordon, Cambridge, UK, Woodhead Publishing Limited, 2001,147–158.
81. Gordon, M.H. Natural Antioxidants. In: Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition. 2nd ed. Ed.: Trugo Luiz C, Paul M Finglas, Oxford, UK, Academic

Press, 2003,261–265.

82. Ramis-Ramos, G. Synthetic Antioxidants. In: Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition. 2nd ed. Ed.: Trugo Luiz C, Finglas Paul M., Oxford, UK, Academic Press, 2003,265–275.
83. Kwak, H.S. Overview of Nano- and Microencapsulation for Foods. In: Nano- and Microencapsulation for Foods. Ed.: Kwak Hae Soo, West Sussex, UK, Wiley-Blackwell, 2014,1–14
84. King, C.J. Spray drying: Retention of volatile compounds revisited. *Drying Technology*. 1995, 13(5–7), 1221–1240.
85. Fang, Z., Bhandari, B. Encapsulation Techniques for Food Ingredient Systems. In: Food Materials Science and Engineering. Ed.: Bhandari Bhesh, Yrjö H Roos, Oxford, UK, Wiley-Blackwell, 2012,320–348.
86. McClements, D.J. Requirements for food ingredient and nutraceutical delivery systems. In: Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals. Ed.: Garti Nissim, D Julian McClements, Cambridge, UK, Woodhead Publishing Limited, 2012,3–18.
87. Wandrey, C., Bartkowiak, A., Harding, S.E. Materials for Encapsulation. In: Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing. Ed.: Zuidam Nicolaas Jan, Viktor Nedović, New York, NY, Springer New York, 2010,31–100.
88. Sobel, R., Versic, R., Gaonkar, A.G. Introduction to Microencapsulation and Controlled Delivery in Foods. In: Microencapsulation in the Food Industry. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, Niraj Vasisht, Atul Ramesh Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014,3–12.
89. Jackson, L.S., Lee, K. Microencapsulation and the food industry. *LWT - Food Science and Technology*. 1991, 24, 289–297.
90. Lakkis, J.M. Introduction. In: Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems. 2nd ed. Ed.: Lakkis JM, Chichester, UK, John Wiley & Sons Ltd, 2016,1–15.
91. Ray, S., Raychaudhuri, U., Chakraborty, R. An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Bioscience*. 2016, 13, 76–83.
92. Kennedy, J.F., Knill, C.J., Taylor, D.W. Maltodextrins. In: Handbook of Starch Hydrolysis Products and their Derivatives. Ed.: Kearsley MW, SZ Dziezic, Boston, MA, Springer, 1995,65–82.
93. Martínez, M.L.M.L., Curti, M.I.I., Rocchia, P., Llabot, J.M.M., Penci, M.C.C., Bodoira, R.M.M., *et al.* Oxidative stability of walnut (*Juglans regia* L.) and chia (*Salvia hispanica* L.) oils microencapsulated by spray drying. *Powder Technology*. 2015, 270(Part A), 271–277.
94. Kenyon, M.M., Anderson, R.J. Maltodextrins and Low-Dextrose-Equivalence Corn Syrup Solids. In: Flavor Encapsulation. Washington. Ed.: Risch Sara J,

Gary A Reineccius, American Chemical Society, 1988,7–11.

95. Carneiro, H.C.F., Tonon, R. V., Grosso, C.R.F., Hubinger, M.D. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*. 2013, 115(4), 443–451.
96. Kagami, Y., Sugimura, S., Fujishima, N., Matsuda, K., Kometani, T., Matsumura, Y. Oxidative stability, structure, and physical characteristics of microcapsules formed by spray drying of fish oil with protein and dextrin wall materials. *Journal of Food Science*. 2003, 68(7), 2248–2255.
97. Dokic, L., Jakovljevic, J., Dokic, P. Relation between viscous characteristics and dextrose equivalent of maltodextrins. *Starch/Stärke*. 2004, 56(11), 520–525.
98. Kenyon, M.M. Modified Starch, Maltodextrin, and Corn Syrup Solids as Wall Materials for Food Encapsulation. In: *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. Ed.: Risch Sara J, Gary A Reineccius, Washington, DC, American Chemical Society, 1995,42–50.
99. Jafari, S.M., Assadpoor, E., Bhandari, B., He, Y. Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying. *Food Research International*. 2008, 41(2), 172–183.
100. Heinzelmann, K., Franke, K., Jensen, B., Haahr, A.M. Protection of fish oil from oxidation by microencapsulation using freeze-drying techniques. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2000, 102(2), 114–121.
101. Karaca, A.C., Nickerson, M., Low, N.H. Microcapsule production employing chickpea or lentil protein isolates and maltodextrin: Physicochemical properties and oxidative protection of encapsulated flaxseed oil. *Food Chemistry*. 2013, 139(1–4), 448–457.
102. Karaca, A.C., Low, N., Nickerson, M., Can Karaca, A., Low, N., Nickerson, M. Encapsulation of flaxseed oil using a benchtop spray dryer for legume protein–maltodextrin microcapsule preparation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2013, 61(21), 5148–5155.
103. Gallardo, G., Guida, L., Martinez, V., López, M.C., Bernhardt, D., Blasco, R., *et al.* Microencapsulation of linseed oil by spray drying for functional food application. *Food Research International*. 2013, 52(2), 473–482.
104. Ali Omar, K., Shan, L., Zou, X., Song, Z., Wang, X. Effects of Two Emulsifiers on Yield and Storage of Flaxseed Oil Powder by Response Surface Methodology. *Pakistan Journal of Nutrition*. 2009, 8(9), 1316–1324.
105. Domian, E., Wąsak, I. Microencapsulation of rapeseed oil based on the spray drying method. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*. 2008, 58(4), 477–483.
106. Roccia, P., Martínez, M.L., Llabot, J.M., Ribotta, P.D. Influence of spray-drying operating conditions on sunflower oil powder qualities. *Powder Technology*. 2014, 254, 307–313.

107. Turchiuli, C., Jimenez Munguia, M.T., Hernandez Sanchez, M., Cortes Ferre, H., Dumoulin, E. Use of different supports for oil encapsulation in powder by spray drying. *Powder Technology*. 2014, 255, 103–108.
108. Calvo, P., Castaño, Á.L., Lozano, M., González-Gómez, D. Influence of the microencapsulation on the quality parameters and shelf-life of extra-virgin olive oil encapsulated in the presence of BHT and different capsule wall components. *Food Research International*. 2012, 45(1), 256–261.
109. Calvo, P., Hernández, T., Lozano, M., González-Gómez, D. Microencapsulation of extra-virgin olive oil by spray-drying: Influence of wall material and olive quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2010, 112(8), 852–858.
110. Silva, K.A., Coelho, M.A.Z., Calado, V.M.A.A., Rocha-LeAão, M.H.M., Rocha-Leão, M.H.M. Olive oil and lemon salad dressing microencapsulated by freeze-drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2013, 50(2), 569–574.
111. Calvo, P., Castaño, Á.L., Hernández, M.T., González-Gómez, D. Effects of microcapsule constitution on the quality of microencapsulated walnut oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2011, 113(10), 1273–1280.
112. McNamee, B.F., O’Riorda, E.D., O’Sullivan, M. Effect of partial replacement of gum arabic with carbohydrates on its microencapsulation properties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2001, 49(7), 3385–3388.
113. Bae, E.K., Lee, S.J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. *Journal of Microencapsulation*. 2008, 25(8), 549–560.
114. Laohasongkram, K., Mahamaktudsanee, T., Chaiwanichsiri, S. Microencapsulation of Macadamia oil by spray drying. *Procedia Food Science*. 2011, 1, 1660–1665.
115. Lim, H.K., Tan, C.P., Bakar, J., Ng, S.P. Effects of different wall materials on the physicochemical properties and oxidative stability of spray-dried microencapsulated red-fleshed pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) seed oil. *Food and Bioprocess Technology*. 2012, 5(4), 1220–1227.
116. Bringas-Lantigua, M., Expósito-Molina, I., Reineccius, G.A., López-Hernández, O., Pino, J.A. Influence of spray-dryer air temperatures on encapsulated mandarin oil. *Drying Technology*. 2011, 29(5), 520–526.
117. Beristain, C.I., García, H.S., Vernon-Carter, E.J. Mesquite gum (*Prosopis juliflora*) and maltodextrin blends as wall materials for spray-dried encapsulated orange peel oil. *Food Science and Technology International*. 1999, 5(4), 353–356.
118. Silva, V.M., Vieira, G.S., Hubinger, M.D. Influence of different combinations of wall materials and homogenisation pressure on the microencapsulation of green coffee oil by spray drying. *Food Research International*. 2014, 61, 132–143.
119. Vanzo, A., Garcia, L., Hubinger, M. Coffee oil microencapsulation using spray

- dryer. In: Proceedings of the 11th International Congress on Engineering and Food. Ed.: Taoukis PS, NG Stoforos, VT Karathanos, GD Saravacos, Athens, Greece, Cosmosware, 2011, 841–842.
120. Toure, A., Xiaoming, Z., Jia, C.S., Zhijian, D. Microencapsulation and oxidative stability of ginger essential oil in maltodextrin/whey protein isolate (MD/WPI). *International Journal of Dairy Science*. 2007, 2(4), 387–392.
  121. Watanabe, Y., Fang, X., Minemoto, Y., Adachi, S., Matsuno, R. Suppressive effect of saturated acyl L-ascorbate on the oxidation of linoleic acid encapsulated with maltodextrin or gum arabic by spray-drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2002, 50(14), 3984–3987.
  122. Minemoto, Y., Hakamata, K., Adachi, S., Matsuno, R. Oxidation of linoleic acid encapsulated with gum arabic or maltodextrin by spray-drying. *Journal of Microencapsulation*. 2002, 19(2), 181–189.
  123. Minemoto, Y., Adachi, S., Matsuno, R. Effect of relative humidity during storage on the autoxidation of linoleic acid encapsulated with a polysaccharide by hot-air-drying and freeze-drying. *Food Science and Technology Research*. 2001, 7(1), 91–93.
  124. Wanasundara, U.N., Shahidi, F. Storage stability of microencapsulated seal blubber oil. *Journal of Food Lipids*. 1995, 2(2), 73–86.
  125. Fernandes, R.V.D.B., Borges, S.V., Botrel, D.A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydrate Polymers*. 2014, 101(1), 524–532. DOI:
  126. de Barros Fernandes, R.V., Marques, G.R., Borges, S.V., Botrel, D.A. Effect of solids content and oil load on the microencapsulation process of rosemary essential oil. *Industrial Crops and Products*. 2014, 58, 173–181.
  127. Adamiec, J., Kalembe, D. Analysis of microencapsulation ability of essential oils during spray drying. *Drying Technology*. 2006, 24(9), 1127–1132.
  128. Bylaitė, E., Rimantas Venskutonis, P., Maždžprienė, R. Properties of caraway ( *Carum carvi* L.) essential oil encapsulated into milk protein-based matrices. *European Food Research and Technology*. 2001, 212(6), 661–670.
  129. Che Man, Y.B., Irwandi, J., Abdullah, W.J.W. Effect of different types of maltodextrin and drying methods on physico-chemical and sensory properties of encapsulated durian flavour. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 1999, 79(8), 1075–1080.
  130. Mongenot, N., Charrier, S., Chaliier, P. Effect of ultrasound emulsification on cheese aroma encapsulation by carbohydrates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2000, 48(3), 861–867.
  131. Soottitantawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., Linko, P. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated d-limonene by spray drying. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2005, 6(1), 107–114.

132. Krishnan, S., Bhosale, R., Singhal, R.S. Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. *Carbohydrate Polymers*. 2005, 61(1), 95–102.
133. Kanakdande, D., Bhosale, R., Singhal, R.S. Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arabic, maltodextrin and modified starch. *Carbohydrate Polymers*. 2007, 67(4), 536–541.
134. Desobry, S.A., Netto, F.M., Labuza, T.P. Influence of maltodextrin systems at an equivalent 25DE on encapsulated B-carotene loss during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*. 1999, 23(1), 39–55.
135. Barbosa, M.I.M.J., Borsarelli, C.D., Mercadante, A.Z. Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations. *Food Research International*. 2005, 38(8–9), 989–994.
136. Porrarud, S., Pranee, A. Microencapsulation of Zn-chlorophyll pigment from pandan leaf by spray drying and its characteristic. *International Food Research Journal*. 2010, 17(4), 1031–1042.
137. Ersus, S., Yurdagel, U. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. *Journal of Food Engineering*. 2007, 80(3), 805–812.
138. Mahdavee Khazaei, K., Jafari, S.M., Ghorbani, M., Hemmati Kakhki, A. Application of maltodextrin and gum Arabic in microencapsulation of saffron petal's anthocyanins and evaluating their storage stability and color. *Carbohydrate Polymers*. 2014, 105(1), 57–62.
139. Akhavan Mahdavi, S., Jafari, S.M., Assadpoor, E., Dehnad, D. Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2016, 85, 379–385.
140. Robert, P., Gorena, T., Romero, N., Sepulveda, E., Chavez, J., Saenz, C. Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by spray drying. *International Journal of Food Science & Technology*. 2010, 45(7), 1386–1394.
141. Zhang, L., Mou, D., Du, Y. Procyanidins: extraction and micro- encapsulation. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2007, 87(12), 2192–2197.
142. Ravichandran, K., Palaniraj, R., Saw, N.M.M.T., Gabr, A.M.M., Ahmed, A.R., Knorr, D., *et al.* Effects of different encapsulation agents and drying process on stability of betalains extract. *Journal of Food Science and Technology*. 2014, 51(9), 2216–2221.
143. Castro-Muñoz, R., Barragán-Huerta, B.E., Yáñez-Fernández, J. Use of gelatin-maltodextrin composite as an encapsulation support for clarified juice from purple cactus pear (*Opuntia stricta*). *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 62(1), 242–248.
144. Gandía-Herrero, F., Jiménez-Atiénzar, M., Cabanes, J., García-Carmona, F., Escribano, J. Stabilization of the bioactive pigment of *Opuntia* fruits through

- maltodextrin encapsulation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2010, 58(19), 10646–10652.
145. Robert, P., Torres, V., García, P., Vergara, C., Sáenz, C. The encapsulation of purple cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) pulp by using polysaccharide-proteins as encapsulating agents. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 60(2), 1039–1045.
  146. Sanchez, V., Baeza, R., Galmarini, M. V., Zamora, M.C., Chirife, J. Freeze-drying encapsulation of red wine polyphenols in an amorphous matrix of maltodextrin. *Food and Bioprocess Technology*. 2013, 6(5), 1350–1354.
  147. Medina-Torres, L., Santiago-Adame, R., Calderas, F., Gallegos-Infante, J.A., González-Laredo, R.F., Rocha-Guzmán, N.E., *et al.* Microencapsulation by spray drying of laurel infusions (*Litsea glaucescens*) with maltodextrin. *Industrial Crops and Products*. 2016, 90, 1–8.
  148. Santiago-Adame, R., Medina-Torres, L., Gallegos-Infante, J.A., Calderas, F., González-Laredo, R.F., Rocha-Guzmán, N.E., *et al.* Spray drying-microencapsulation of cinnamon infusions (*Cinnamomum zeylanicum*) with maltodextrin. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 64(2), 571–577.
  149. Paini, M., Aliakbarian, B., Casazza, A.A., Lagazzo, A., Botter, R., Perego, P. Microencapsulation of phenolic compounds from olive pomace using spray drying: A study of operative parameters. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 62(1), 177–186.
  150. Pasrija, D., Ezhilarasi, P.N., Indrani, D., Anandharamakrishnan, C. Microencapsulation of green tea polyphenols and its effect on incorporated bread quality. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 64(1), 289–296.
  151. Akdeniz, B., Sumnu, G., Sahin, S. The effects of maltodextrin and gum arabic on encapsulation of onion skin phenolic compounds. *Chemical Engineering Transactions*. 2017, 57, 1891–1896.
  152. Bakowska-Barczak, A.M., Kolodziejczyk, P.P. Black currant polyphenols: Their storage stability and microencapsulation. *Industrial Crops and Products*. 2011, 34(2), 1301–1309.
  153. I Ré, M. Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*. 1998, 16(6), 1195–1236.
  154. Anandaraman, S., Reineccius, G.A. Stability of encapsulated orange peel oil. *Food Technology*. 1986, 40(11), 88–93.
  155. Abd Ghani, A., Adachi, S., Shiga, H., Neoh, T.L., Adachi, S., Yoshii, H. Effect of different dextrose equivalents of maltodextrin on oxidation stability in encapsulated fish oil by spray drying. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*. 2017, 81(4), 705–711.
  156. Hogan, S.A., McNamee, B.F., O’Riordan, E.D., O’Sullivan, M. Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*. 2001, 11(3), 137–144.

157. Campelo, P.H., do Carmo, E.L., Zacarias, R.D., Yoshida, M.I., Ferraz, V.P., de Barros Fernandes, R.V., *et al.* Effect of dextrose equivalent on physical and chemical properties of lime essential oil microparticles. *Industrial Crops and Products*. 2017, 102, 105–114.
158. Schrooyen, P.M.M., Meer, R. van der, Kruif, C.G. De. Microencapsulation: its application in nutrition. *Proceedings of the Nutrition Society*. 2001, 60(4), 475–479.
159. Wang, D., Sun, J., Huang, G., Zhou, X., Sun, L. Carbohydrates. In: *Food Chemistry*. Ed.: Wang D, H Lin, J Kan, L Liu, X Zeng, S Shen, New York, NY, Nova Science Publishers, Inc., 2012,35–105.
160. BeMiller, J.N., Huber, K.C. Carbohydrates. In: *Fennema's Food Chemistry*. 4th ed. Ed.: Damodaran S, KL Parkin, OR Fennema, Boca Raton, FL, CRC Press, 2008,83–154.
161. Tonon, R. V., Grosso, C.R.F., Hubinger, M.D. Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. *Food Research International*. 2011, 44(1), 282–289.
162. Williams, P.A., Phillips, G.O. Gum Arabic. In: *Handbook of Hydrocolloids*. Ed.: Phillips GO, PA Williams, Cambridge, UK, Woodhead Publishing Limited, 2000,155–168.
163. Izydorczyk, M., Cui, S., Wang, Q. Polysaccharide Gums: Structures, Functional Properties, and Applications. In: *Food Carbohydrates - Chemistry, Physical Properties, and Applications*. Ed.: Cui SW, Boca Raton, FL, CRC Press, 2005,263–308.
164. Burnside, E. Hydrocolloids and Gums as Encapsulating Agents. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, N Vasisht, A Khare, R Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014,241–252.
165. Wallick, D. Cellulose Polymers in Microencapsulation of Food Additives. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, Niraj Vasisht, Atul Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014,181–193.
166. Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*. 2007, 40(9), 1107–1121.
167. Li, J., Xiong, S., Wang, F., Regenstein, J.M., Liu, R. Optimization of microencapsulation of fish Oil with gum arabic/casein/beta-cyclodextrin mixtures by spray drying. *Journal of Food Science*. 2015, 80(7), C1445–C1452.
168. McClements, D.J. *Food Emulsions - Principles, Practices, and Techniques*. 3rd ed. Boca Raton, FL, CRC Press, 2015.
169. Krishnan, S., Kshirsagar, A.C., Singhal, R.S. The use of gum arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. *Carbohydrate Polymers*. 2005, 62(4), 309–315.

170. Janiszewska, E., Witrowa-Rajchert, D. The influence of powder morphology on the effect of rosemary aroma microencapsulation during spray drying. *International Journal of Food Science & Technology*. 2009, 44(12), 2438–2444.
171. Cano-Higueta, D.M., Vélez, H.A.V., Telis, V.R.N. Microencapsulation of turmeric oleoresin in binary and ternary blends of gum arabic, maltodextrin and modified starch. *Ciência e Agrotecnologia*. 2015, 39(2), 173–182.
172. Yeo, Y., Bellas, E., Firestone, W., Langer, R., Kohane, D.S. Complex coacervates for thermally sensitive controlled release of flavor compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2005, 53(19), 7518–7525.
173. Liu, S., Low, N.H., Nickerson, M.T. Entrapment of flaxseed oil within gelatin-gum arabic capsules. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2010, 87(7), 809–815.
174. Weinbreck, F., Minor, M., de Kruif, C.G. Microencapsulation of oils using whey protein/gum arabic coacervates. *Journal of Microencapsulation*. 2004, 21(6), 667–679.
175. Eratte, D., Wang, B., Dowling, K., Barrow, C.J., Adhikari, B.P. Complex coacervation with whey protein isolate and gum arabic for the microencapsulation of omega-3 rich tuna oil. *Food & Function*. 2014, 5(11), 2743–2750.
176. McNamee, B.F., O'Riorda, E.D., O'Sullivan, M. Emulsification and microencapsulation properties of gum arabic. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 1998, 46(11), 4551–4555.
177. Silva, E.K., Zabot, G.L., A. Meireles, M.A. Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil: Retention and release of a bioactive compound with functional activities. *Food Research International*. 2015, 78, 159–168.
178. Fang, X., Shima, M., Adachi, S. Effects of drying conditions on the oxidation of linoleic acid encapsulated with gum arabic by spray-drying. *Food Science and Technology Research*. 2005, 11(4), 380–384.
179. Sarkar, S., Gupta, S., Variyar, P.S., Sharma, A., Singhal, R.S. Hydrophobic derivatives of guar gum hydrolyzate and gum arabic as matrices for microencapsulation of mint oil. *Carbohydrate Polymers*. 2013, 95(1), 177–182.
180. Dong, Z.J., Touré, A., Jia, C.S., Zhang, X.M., Xu, S.Y. Effect of processing parameters on the formation of spherical multinuclear microcapsules encapsulating peppermint oil by coacervation. *Journal of Microencapsulation*. 2007, 24(7), 634–646.
181. Kaushik, V., Roos, Y.H. Limonene encapsulation in freeze-drying of gum arabic–sucrose–gelatin systems. *LWT - Food Science and Technology*. 2007, 40(8), 1381–1391.
182. Soottitantawat, A., Takayama, K., Okamura, K., Muranaka, D., Yoshii, H., Furuta, T., *et al.* Microencapsulation of l-menthol by spray drying and its release characteristics. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2005, 6(2), 163–170.

183. Bertolini, A.C., Siani, A.C., Grosso, C.R.F. Stability of monoterpenes encapsulated in gum arabic by spray-drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2001, 49(2), 780–785.
184. Zilberboim, R., Kopelman, I.J., Talmon, Y. Microencapsulation by a dehydrating liquid: Retention of paprika oleoresin and aromatic esters. *Journal of Food Science*. 1986, 51(5), 1301–1306.
185. Rascón, M.P., Beristain, C.I., García, H.S., Salgado, M.A. Carotenoid retention and storage stability of spray-dried encapsulated paprika oleoresin using gum arabic and soy protein isolate as wall materials. *LWT - Food Science and Technology*. 2011, 44(2), 549–557.
186. Chattopadhyaya, S., Singhal, R.S., Kulkarni, P.R. Oxidised starch as gum arabic substitute for encapsulation of flavours. *Carbohydrate Polymers*. 1998, 37, 143–144.
187. Pitalua, E., Jimenez, M., Vernon-Carter, E.J., Beristain, C.I. Antioxidative activity of microcapsules with beetroot juice using gum arabic as wall material. *Food and Bioproducts Processing*. 2010, 88(2–3), 253–258.
188. Janiszewska, E. Microencapsulated beetroot juice as a potential source of betalain. *Powder Technology*. 2014, 264, 190–196.
189. Rajabi, H., Ghorbani, M., Jafari, S.M., Sadeghi Mahoonak, A., Rajabzadeh, G. Retention of saffron bioactive components by spray drying encapsulation using maltodextrin, gum Arabic and gelatin as wall materials. *Food Hydrocolloids*. 2015, 51, 327–337.
190. Trindade, M.A., Grosso, C.R.F. The stability of ascorbic acid microencapsulated in granules of rice starch and in gum arabic. *Journal of Microencapsulation*. 2000, 17(2), 169–176.
191. Kinsella, J.E., Melachouris, N. Functional properties of proteins in foods: A survey. *CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 1976, 7(3), 219–280.
192. Damodaran, S. Amino Acids, Peptides, and Proteins. In: *Food Chemistry*. 3rd ed. Ed.: Fennema Owen R, New York, NY, CRC Press, 1996, 321–430.
193. Koç, M., Sakin, M., Kaymak-Ertekin, F. Mikroenkapsülasyon ve Gıda Teknolojisinde Kullanımı. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*. 2010, 16(1), 77–86.
194. Domian, E., Sulek, a., Cenker, J., Kerschke, a. Influence of agglomeration on physical characteristics and oxidative stability of spray-dried oil powder with milk protein and trehalose wall material. *Journal of Food Engineering*. 2014, 125, 34–43.
195. Tavares, G.M., Croguennec, T., Carvalho, A.F., Bouhallab, S. Milk proteins as encapsulation devices and delivery vehicles: Applications and trends. *Trends in Food Science & Technology*. 2014, 37(1), 5–20.
196. Sliwinski, E.L., Lavrijsen, B.W.M., Vollenbroek, J.M., van der Stege, H.J., van

- Boekel, M.A.J.S., Wouters, J.T.M. Effects of spray drying on physicochemical properties of milk protein-stabilised emulsions. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2003, 31(1–4), 219–229.
197. Boland, M. Whey proteins. In: *Handbook of Food Proteins*. Ed.: Phillips GO, PA Williams, Cambridge, UK, Woodhead Publishing, 2011, 30–55.
  198. Ye, A., Singh, H. Influence of calcium chloride addition on the properties of emulsions stabilized by whey protein concentrate. *Food Hydrocolloids*. 2000, 14(4), 337–346.
  199. Kannan, A., Hettiarachchy, N., Sato, K., Marshall, M. Food Proteins and Peptides: Structure–Function Relationship. In: *Food Proteins and Peptides - Chemistry, Functionality, Interactions, and Commercialization*. Ed.: Hettiarachchy Navam S, Kenji Sato, Maurice R Marshall, Arvind Kannan, Boca Raton, FL, CRC Press, 2012, 49–93.
  200. van Nieuwenhuyzen, W., Szuhaj, B.F. Effects of lecithins and proteins on the stability of emulsions. *Fett-Lipid*. 1998, 100(7), 282–291.
  201. Augustin, M.A., Oliver, C.M. Use of Milk Proteins for Encapsulation of Food Ingredients. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, N Vasisht, AR Khare, R Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014, 211–226.
  202. Moreau, D.L., Rosenberg, M. Oxidative stability of anhydrous milkfat microencapsulated in whey proteins. *Journal of Food Science*. 1996, 61(1), 39–43.
  203. Young, S.L., Sarda, X., Rosenberg, M. Microencapsulating properties of whey proteins. 2. Combination of whey proteins with carbohydrates. *Journal of Dairy Science*. 1993, 76(10), 2878–2885.
  204. Fäldt, P., Bergenståhl, B. Spray-dried whey protein/lactose/soybean oil emulsions. 1. Surface composition and particle structure. *Food Hydrocolloids*. 1996, 10(4), 421–429.
  205. Jimenez, M., Garcia, H.S., Beristain, C.I. Spray-drying microencapsulation and oxidative stability of conjugated linoleic acid. *European Food Research and Technology*. 2004, 219(6), 588–592.
  206. Jimenez, M., García, H.S., Beristain, C.I. Spray-dried encapsulation of conjugated linoleic acid (CLA) with polymeric matrices. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2006, 86(14), 2431–2437.
  207. Gómez-Mascaraque, L.G., López-Rubio, A. Protein-based emulsion electrosprayed micro- and submicroparticles for the encapsulation and stabilization of thermosensitive hydrophobic bioactives. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2016, 465, 259–270.
  208. Somchue, W., Sermsri, W., Shiowatana, J., Siripinyanond, A. Encapsulation of  $\alpha$ -tocopherol in protein-based delivery particles. *Food Research International*. 2009, 42(8), 909–914.

209. Wang, L., Gao, Y., Li, J., Subirade, M., Song, Y., Liang, L. Effect of resveratrol or ascorbic acid on the stability of  $\alpha$ -tocopherol in O/W emulsions stabilized by whey protein isolate: Simultaneous encapsulation of the vitamin and the protective antioxidant. *Food Chemistry*. 2016, 196, 466–474.
210. Na, H.S., Kim, J.N., Kim, J.M., Lee, K.Y. Encapsulation of fish oil using cyclodextrin and whey protein concentrate. *Biotechnology and Bioprocess Engineering*. 2011, 16(6), 1077–1082.
211. Duan, J., Jiang, Y., Zhao, Y. Chitosan-whey protein isolate composite films for encapsulation and stabilization of fish oil containing ultra pure omega-3 fatty acids. *Journal of Food Science*. 2011, 76(1), C133–C141.
212. Klaypradit, W., Huang, Y.W. Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer. *LWT - Food Science and Technology*. 2008, 41(6), 1133–1139.
213. Charve, J., Reineccius, G.A. Encapsulation performance of proteins and traditional materials for spray dried flavors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2009, 57(6), 2486–2492.
214. Giroux, H.J., Britten, M. Encapsulation of hydrophobic aroma in whey protein nanoparticles. *Journal of Microencapsulation*. 2011, 28(5), 337–343.
215. Rodea-González, D.A., Cruz-Olivares, J., Román-Guerrero, A., Rodríguez-Huezo, M.E., Vernon-Carter, E.J., Pérez-Alonso, C. Spray-dried encapsulation of chia essential oil (*Salvia hispanica* L.) in whey protein concentrate-polysaccharide matrices. *Journal of Food Engineering*. 2012, 111(1), 102–109.
216. Abbasi, A., Emam-Djomeh, Z., Mousavi, M.A.E., Davoodi, D. Stability of vitamin D3 encapsulated in nanoparticles of whey protein isolate. *Food Chemistry*. 2014, 143, 379–383.
217. S., P., Anandharamakrishnan, C. Enhancement of oral bioavailability of vitamin E by spray-freeze drying of whey protein microcapsules. *Food and Bioprocess Processing*. 2016, 100, 469–476.
218. Kumar, A., Srikanta, A.H., Chinnaswamy, A., Lai, O.M., Govindaswamy, V. Encapsulation of partially saturated canthaxanthin - A functional ingredient from *Aspergillus carbonarius* mutant. *Current Topics in Nutraceutical Research*. 2016, 14(4), 251–258.
219. Lekhavat, S., Srimongkoluk, U., Ratanachamnong, P., Laungsopapun, G. Effect of temperature and feed solution on microencapsulation of quercetin by spray drying technique. *World Academy of Science, Engineering and Technology International Journal of Nutrition and Food Engineering*. 2016, 10(11), 886.
220. Silva, E.K., Azevedo, V.M., Cunha, R.L., Hubinger, M.D., Meireles, M.A.A. Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil: Whey protein isolate versus modified starch. *Food Hydrocolloids*. 2016, 56, 71–83.
221. Brückner, M., Bade, M., Kunz, B. Investigations into the stabilization of a volatile aroma compound using a combined emulsification and spray drying process. *European Food Research and Technology*. 2007, 226(1–2), 137–146.

222. Betz, M., Kulozik, U. Whey protein gels for the entrapment of bioactive anthocyanins from bilberry extract. *International Dairy Journal*. 2011, 21(9), 703–710.
223. Flores, F.P., Singh, R.K., Kerr, W.L., Pegg, R.B., Kong, F. Total phenolics content and antioxidant capacities of microencapsulated blueberry anthocyanins during in vitro digestion. *Food Chemistry*. 2014, 153, 272–278.
224. Flores, F.P., Singh, R.K., Kong, F. Physical and storage properties of spray-dried blueberry pomace extract with whey protein isolate as wall material. *Journal of Food Engineering*. 2014, 137, 1–6.
225. Arroyo-Maya, I.J., McClements, D.J. Biopolymer nanoparticles as potential delivery systems for anthocyanins: Fabrication and properties. *Food Research International*. 2015, 69, 1–8.
226. Berendsen, R., Güell, C., Ferrando, M. A procyanidin-rich extract encapsulated in water-in-oil-in-water emulsions produced by premix membrane emulsification. *Food Hydrocolloids*. 2015, 43, 636–648.
227. Bayram, Ö.A., Bayram, M., Tekin, A.R. Whey powder as a carrier in spray drying of sumac concentrate. *Journal of Food Process Engineering*. 2008, 31(1), 105–119.
228. Madadlou, A., Jaberipour, S., Eskandari, M.H. Nanoparticulation of enzymatically cross-linked whey proteins to encapsulate caffeine via microemulsification/heat gelation procedure. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 57(2), 725–730.
229. O'Neill, G.J., Egan, T., Jacquier, J.C., O'Sullivan, M., Dolores O'Riordan, E. Whey microbeads as a matrix for the encapsulation and immobilisation of riboflavin and peptides. *Food Chemistry*. 2014, 160, 46–52.
230. Pérez-Masiá, R., López-Nicolás, R., Periago, M.J., Ros, G., Lagaron, J.M., López-Rubio, A. Encapsulation of folic acid in food hydrocolloids through nanospray drying and electrospraying for nutraceutical applications. *Food Chemistry*. 2015, 168, 124–133.
231. Esfanjani, A.F., Jafari, S.M., Assadpoor, E., Mohammadi, A. Nano-encapsulation of saffron extract through double-layered multiple emulsions of pectin and whey protein concentrate. *Journal of Food Engineering*. 2015, 165, 149–155.
232. Bazaria, B., Kumar, P. Effect of whey protein concentrate as drying aid and drying parameters on physicochemical and functional properties of spray dried beetroot juice concentrate. *Food Bioscience*. 2016, 14, 21–27.
233. Paximada, P., Echegoyen, Y., Koutinas, A.A., Mandala, I.G., Lagaron, J.M. Encapsulation of hydrophilic and lipophilized catechin into nanoparticles through emulsion electrospraying. *Food Hydrocolloids*. 2017, 64, 123–132.
234. Serrano-Cruz, M.R., Villanueva-Carvajal, A., Morales Rosales, E.J., Ramírez Dávila, J.F., Dominguez-Lopez, A. Controlled release and antioxidant activity of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) extract encapsulated in mixtures of

- carboxymethyl cellulose, whey protein, and pectin. *LWT - Food Science and Technology*. 2013, 50(2), 554–561.
235. Abd El-Salam, M.H., El-Shibiny, S. Preparation and properties of milk proteins-based encapsulated probiotics: a review. *Dairy Science & Technology*. 2015, 95(4), 393–412.
  236. Barbut, S., Foegeding, E.A. Ca<sup>2+</sup>-induced gelation of pre-heated whey protein isolate. *Journal of Food Science*. 1993, 58(4), 867–871.
  237. Gbassi, G.K., Vandamme, T. Probiotic encapsulation technology: From microencapsulation to release into the gut. *Pharmaceutics*. 2012, 4(4), 149–163.
  238. Martín, M.J., Lara-Villoslada, F., Ruiz, M.A., Morales, M.E. Microencapsulation of bacteria: A review of different technologies and their impact on the probiotic effects. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2015, 27, 15–25.
  239. Picot, A., Lacroix, C. Encapsulation of bifidobacteria in whey protein-based microcapsules and survival in simulated gastrointestinal conditions and in yoghurt. *International Dairy Journal*. 2004, 14(6), 505–515.
  240. Rodrigues, D., Sousa, S., Rocha-Santos, T., Silva, J.P., Sousa Lobo, J.M., Costa, P., *et al.* Influence of l-cysteine, oxygen and relative humidity upon survival throughout storage of probiotic bacteria in whey protein-based microcapsules. *International Dairy Journal*. 2011, 21(11), 869–876.
  241. De Castro-Cislaghi, F.P., Silva, C.D.R.E., Fritzen-Freire, C.B., Lorenz, J.G., Sant’Anna, E.S. Bifidobacterium Bb-12 microencapsulated by spray drying with whey: Survival under simulated gastrointestinal conditions, tolerance to NaCl, and viability during storage. *Journal of Food Engineering*. 2012, 113(2), 186–193.
  242. Doherty, S.B., Gee, V.L., Ross, R.P., Stanton, C., Fitzgerald, G.F., Brodkorb, A. Development and characterisation of whey protein micro-beads as potential matrices for probiotic protection. *Food Hydrocolloids*. 2011, 25(6), 1604–1617.
  243. Doherty, S.B., Auty, M.A., Stanton, C., Ross, R.P., Fitzgerald, G.F., Brodkorb, A. Survival of entrapped *Lactobacillus rhamnosus* GG in whey protein micro-beads during simulated *ex vivo* gastro-intestinal transit. *International Dairy Journal*. 2012, 22(1), 31–43.
  244. Gerez, C.L., Font de Valdez, G., Gigante, M.L., Grosso, C.R.F. Whey protein coating bead improves the survival of the probiotic *Lactobacillus rhamnosus* CRL 1505 to low pH. *Letters in Applied Microbiology*. 2012, 54(6), 552–556.
  245. Reid, A.A., Champagne, C.P., Gardner, N., Fustier, P., Vuilleumard, J.C. Survival in food systems of *Lactobacillus rhamnosus* R011 microentrapped in whey protein gel particles. *Journal of Food Science*. 2007, 72(1), M031–M037.
  246. Rajam, R., Karthik, P., Parthasarathi, S., Joseph, G.S., Anandharamakrishnan, C. Effect of whey protein – alginate wall systems on survival of microencapsulated *Lactobacillus plantarum* in simulated gastrointestinal conditions. *Journal of Functional Foods*. 2012, 4(4), 891–898.

247. Gbassi, G., Vandamme, T., Ennahar, S., Marchioni, E. Microencapsulation of *Lactobacillus plantarum* spp in an alginate matrix coated with whey proteins. *International Journal of Food Microbiology*. 2009, 129(1), 103–105.
248. Gbassi, G.K., Vandamme, T., Yolou, F.S., Marchioni, E. In vitro effects of pH, bile salts and enzymes on the release and viability of encapsulated *Lactobacillus plantarum* strains in a gastrointestinal tract model. *International Dairy Journal*. 2011, 21(2), 97–102.
249. Behboudi-Jobbehdar, S., Soukoulis, C., Yonekura, L., Fisk, I. Optimization of spray-drying process conditions for the production of maximally viable microencapsulated *L. acidophilus* NCIMB 701748. *Drying Technology*. 2013, 31(11), 1274–1283.
250. Duongthingoc, D., George, P., Katopo, L., Gorczyca, E., Kasapis, S. Effect of whey protein agglomeration on spray dried microcapsules containing *Saccharomyces boulardii*. *Food Chemistry*. 2013, 141(3), 1782–1788.
251. Duongthingoc, D., George, P., Gorczyca, E., Kasapis, S. Studies on the viability of *Saccharomyces boulardii* within microcapsules in relation to the thermomechanical properties of whey protein. *Food Hydrocolloids*. 2014, 42, 232–238.
252. Arslan, S., Erbas, M., Tontul, I., Topuz, A. Microencapsulation of probiotic *Saccharomyces cerevisiae* var. *boulardii* with different wall materials by spray drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 63(1), 685–690.
253. Burgain, J., Gaiani, C., Linder, M., Scher, J. Encapsulation of probiotic living cells: From laboratory scale to industrial applications. *Journal of Food Engineering*. 2011, 104(4), 467–483.
254. Gouin, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science & Technology*. 2004, 15(7–8), 330–347.
255. Wang, R., Tian, Z., Chen, L. A novel process for microencapsulation of fish oil with barley protein. *Food Research International*. 2011, 44(9), 2735–2741.
256. Botrel, D.A., de Barros Fernandes, R.V., Borges, S.V., Yoshida, M.I. Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried microparticles containing fish oil. *Food Research International*. 2014, 62, 344–352.
257. Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A., Rafiee, S. The correlation of wall material composition with flow characteristics and encapsulation behavior of fish oil emulsion. *Food Research International*. 2012, 49(1), 379–388.
258. Drusch, S., Serfert, Y., Schwarz, K. Microencapsulation of fish oil with n-octenylsuccinate-derivatised starch: Flow properties and oxidative stability. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2006, 108(6), 501–512.
259. Quispe-Condori, S., Saldaña, M.D.A., Temelli, F. Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2011, 44(9), 1880–1887.
260. Chang, C., Varankovich, N., Nickerson, M.T. Microencapsulation of canola oil

- by lentil protein isolate-based wall materials. *Food Chemistry*. 2016, 212, 264–273.
261. Frascareli, E.C., Silva, V.M., Tonon, R.V., Hubinger, M.D. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. *Food and Bioproducts Processing*. 2012, 90(3), 413–424.
  262. Shamaei, S., Seiedlou, S.S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E., Kharaghani, A. Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2017, 39, 101–112.
  263. Mohammed, N.K., Tan, C.P., Manap, Y.A., Alhelli, A.M., Hussin, A.S.M. Process conditions of spray drying microencapsulation of *Nigella sativa* oil. *Powder Technology*. 2017, 315, 1–14.
  264. Ixtaina, V.Y., Julio, L.M., Wagner, J.R., Nolasco, S.M., Tomás, M.C. Physicochemical characterization and stability of chia oil microencapsulated with sodium caseinate and lactose by spray-drying. *Powder Technology*. 2015, 271, 26–34.
  265. González, A., Martínez, M.L., Paredes, A.J., León, A.E., Ribotta, P.D. Study of the preparation process and variation of wall components in chia (*Salvia hispanica* L.) oil microencapsulation. *Powder Technology*. 2016, 301, 868–875.
  266. Kha, T.C., Nguyen, M.H., Roach, P.D., Stathopoulos, C.E. Microencapsulation of Gac oil: Optimisation of spray drying conditions using response surface methodology. *Powder Technology*. 2014, 264, 298–309.
  267. Wang, Y., Liu, B., Wen, X., Li, M., Wang, K., Ni, Y. Quality analysis and microencapsulation of chili seed oil by spray drying with starch sodium octenylsuccinate and maltodextrin. *Powder Technology*. 2017, 312, 294–298.
  268. Lin, C.C., Lin, S.Y., Hwang, L.S. Microencapsulation of squid oil with hydrophilic macromolecules for oxidative and thermal stabilization. *Journal of Food Science*. 1995, 60(1), 36–39.
  269. Beristain, C.I., García, H.S., Vernon-Carter, E.J. Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. *LWT - Food Science and Technology*. 2001, 34(6), 398–401.
  270. Baranauskienė, R., Venskutonis, P.R., Dewettinck, K., Verhé, R. Properties of oregano (*Origanum vulgare* L.), citronella (*Cymbopogon nardus* G.) and marjoram (*Majorana hortensis* L.) flavors encapsulated into milk protein-based matrices. *Food Research International*. 2006, 39(4), 413–425.
  271. Toledo Hijo, A.A.C., da Costa, J.M.G., Silva, E.K., Azevedo, V.M., Yoshida, M.I., Borges, S.V. Physical and thermal properties of oregano (*Origanum vulgare* L.) essential oil microparticles. *Journal of Food Process Engineering*. 2015, 38(1), 1–10.
  272. Beirão da Costa, S., Duarte, C., Bourbon, A.I., Pinheiro, A.C., Serra, A.T., Moldão Martins, M., *et al.* Effect of the matrix system in the delivery and in vitro bioactivity of microencapsulated Oregano essential oil. *Journal of Food*

Engineering. 2012, 110(2), 190–199.

273. Fernandes, R.V. de B., Borges, S.V., Botrel, D.A., Oliveira, C.R. de. Physical and chemical properties of encapsulated rosemary essential oil by spray drying using whey protein-inulin blends as carriers. *International Journal of Food Science & Technology*. 2014, 49(6), 1522–1529.
274. Fernandes, R.V. de B., Guimarães, I.C., Ferreira, C.L.R., Botrel, D.A., Borges, S.V., de Souza, A.U. Microencapsulated rosemary ( *Rosmarinus officinalis* ) essential oil as a biopreservative in Minas Frescal cheese. *Journal of Food Processing and Preservation*. 2017, 41(1), e12759.
275. Bakry, A.M., Fang, Z., Khan, M.A., Chen, Y., Chen, Y.Q., Liang, L. Tuna oil and *Mentha piperita* oil emulsions and microcapsules stabilised by whey protein isolate and inulin: characterisation and stability. *International Journal of Food Science & Technology*. 2017, 52(2), 494–503.
276. Bringas-Lantigua, M., Valdés, D., Pino, J.A. Influence of spray-dryer air temperatures on encapsulated lime essential oil. *International Journal of Food Science & Technology*. 2012, 47(7), 1511–1517.
277. Felix, P.H.C., Birchall, V.S., Botrel, D.A., Marques, G.R., Borges, S.V. Physicochemical and thermal stability of microcapsules of cinnamon essential oil by spray drying. *Journal of Food Processing and Preservation*. 2017, 41(3), e12919.
278. M. S. Uddin, M. N. A. Hawlader, H. Microencapsulation of ascorbic acid: effect of process variables on product characteristics. *Journal of Microencapsulation*. 2001, 18(2), 199–209.
279. Desai, K.G.H., Park, H.J. Encapsulation of vitamin C in tripolyphosphate cross-linked chitosan microspheres by spray drying. *Journal of Microencapsulation*. 2005, 22(2), 179–192.
280. Desai, K.G., Park, H.J. Effect of manufacturing parameters on the characteristics of vitamin C encapsulated tripolyphosphate-chitosan microspheres prepared by spray-drying. *Journal of Microencapsulation*. 2006, 23(1), 91–103.
281. Desai, K.G., Liu, C., Park, H.J. Characteristics of vitamin C encapsulated tripolyphosphate-chitosan microspheres as affected by chitosan molecular weight. *Journal of Microencapsulation*. 2006, 23(1), 79–90.
282. Desorby, S.A., Netto, F.M., Labuza, T.P. Comparison of spray-drying, drum-drying and freeze-drying for  $\beta$ -carotene encapsulation and preservation. *Journal of Food Science*. 1997, 62(6), 1158–1162.
283. Loksuan, J. Characteristics of microencapsulated  $\beta$ -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. *Food Hydrocolloids*. 2007, 21(5–6), 928–935.
284. Aissa, A.F., Bianchi, M.L.P., Ribeiro, J.C., Hernandez, L.C., de Faria, A.F., Mercadante, A.Z., *et al.* Comparative study of  $\beta$ -carotene and microencapsulated  $\beta$ -carotene: Evaluation of their genotoxic and antigenotoxic

- effects. *Food and Chemical Toxicology*. 2012, 50(5), 1418–1424.
285. Donhowe, E.G., Flores, F.P., Kerr, W.L., Wicker, L., Kong, F. Characterization and in vitro bioavailability of  $\beta$ -carotene: Effects of microencapsulation method and food matrix. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 57(1), 42–48.
  286. Wang, Y., Ye, H., Zhou, C., Lv, F., Bie, X., Lu, Z. Study on the spray-drying encapsulation of lutein in the porous starch and gelatin mixture. *European Food Research and Technology*. 2012, 234(1), 157–163.
  287. Rocha, G.A., Fávaro-Trindade, C.S., Grosso, C.R.F. Microencapsulation of lycopene by spray drying: Characterization, stability and application of microcapsules. *Food and Bioprocess Technology*. 2012, 90(1), 37–42.
  288. Rodríguez-Huezo, M.E., Pedroza-Islas, R., Prado-Barragán, L.A., Beristain, C.I., Vernon-Carter, E.J. Microencapsulation by spray drying of multiple emulsions containing carotenoids. *Journal of Food Science*. 2006, 69(7), 351–359.
  289. Bustos-Garza, C., Yáñez-Fernández, J., Barragán-Huerta, B.E. Thermal and pH stability of spray-dried encapsulated astaxanthin oleoresin from *Haematococcus pluvialis* using several encapsulation wall materials. *Food Research International*. 2013, 54(1), 641–649.
  290. Shen, Q., Quek, S.Y. Microencapsulation of astaxanthin with blends of milk protein and fiber by spray drying. *Journal of Food Engineering*. 2014, 123, 165–171.
  291. Akhavan Mahdavi, S., Jafari, S.M., Assadpour, E., Ghorbani, M. Storage stability of encapsulated barberry's anthocyanin and its application in jelly formulation. *Journal of Food Engineering*. 2016, 181, 59–66.
  292. Santana, A.A., Cano-Higuita, D.M., de Oliveira, R.A., Telis, V.R.N. Influence of different combinations of wall materials on the microencapsulation of jussara pulp (*Euterpe edulis*) by spray drying. *Food Chemistry*. 2016, 212, 1–9.
  293. Cai, Y.Z., Corke, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. *Journal of Food Science*. 2000, 65(7), 1248–1252.
  294. Anekella, K., Orsat, V. Optimization of microencapsulation of probiotics in raspberry juice by spray drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2013, 50(1), 17–24.
  295. Rajam, R., Anandharamakrishnan, C. Microencapsulation of *Lactobacillus plantarum* (MTCC 5422) with fructooligosaccharide as wall material by spray drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 60(2), 773–780.
  296. Eckert, C., Serpa, V.G., Felipe dos Santos, A.C., Marinês da Costa, S., Dalpubel, V., Lehn, D.N., *et al.* Microencapsulation of *Lactobacillus plantarum* ATCC 8014 through spray drying and using dairy whey as wall materials. *LWT - Food Science and Technology*. 2017, 82, 176–183.
  297. Liao, L.K., Wei, X.Y., Gong, X., Li, J.H., Huang, T., Xiong, T. Microencapsulation of *Lactobacillus casei* LK-1 by spray drying related to its

- stability and in vitro digestion. *LWT - Food Science and Technology*. 2017, 82, 82–89.
298. Paim, D.R.S.F., Costa, S.D.O., Walter, E.H.M., Tonon, R. V. Microencapsulation of probiotic jussara (*Euterpe edulis* M.) juice by spray drying. *LWT - Food Science and Technology*. 2016, 74, 21–25.
  299. Bayram, Ö.A., Bayram, M., Tekin, A.R. Spray drying of sumac flavour using sodium chloride, sucrose, glucose and starch as carriers. *Journal of Food Engineering*. 2005, 69(2), 253–260.
  300. Shiga, H., Yoshii, H., Nishiyama, T., Furuta, T., Forssele, P., Poutanen, K., *et al.* Flavor encapsulation and release characteristics of spray-dried powder by the blended encapsulant of cyclodextrin and gum arabic. *Drying Technology*. 2001, 19(7), 1385–1395.
  301. Sultana, A., Miyamoto, A., Lan Hy, Q., Tanaka, Y., Fushimi, Y., Yoshii, H. Microencapsulation of flavors by spray drying using *Saccharomyces cerevisiae*. *Journal of Food Engineering*. 2017, 199, 36–41.
  302. Bhandari, B.R., Dumoulin, E.D., Richard, H.M.J., Noleau, I., Lebert, A.M. Flavor encapsulation by spray drying: Application to citral and linalyl acetate. *Journal of Food Science*. 1992, 57(1), 217–221.
  303. Rosenberg, M., Sheu, T.Y. Microencapsulation of volatiles by spray-drying in whey protein-based wall systems. *International Dairy Journal*. 1996, 6(3), 273–284.
  304. Sanchez-Reinoso, Z., Osorio, C., Herrera, A. Effect of microencapsulation by spray drying on cocoa aroma compounds and physicochemical characterisation of microencapsulates. *Powder Technology*. 2017, 318, 110–119.
  305. Carolina, B.C., Carolina, S., Zamora, M.C., Jorge, C. Glass transition temperatures and some physical and sensory changes in stored spray-dried encapsulated flavors. *LWT - Food Science and Technology*. 2007, 40(10), 1792–1797.
  306. R.G. Kumar, L., Chatterjee, N.S., Tejpal, C.S., Vishnu, K.V., Anas, K.K., Asha, K.K., *et al.* Evaluation of chitosan as a wall material for microencapsulation of squalene by spray drying: Characterization and oxidative stability studies. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2017, 104, 1986–1995.
  307. de Souza, J.R.R., Feitosa, J.P.A., Ricardo, N.M.P.S., Trevisan, M.T.S., de Paula, H.C.B., Ulrich, C.M., *et al.* Spray-drying encapsulation of mangiferin using natural polymers. *Food Hydrocolloids*. 2013, 33(1), 10–18.
  308. Moser, P., Telis, V.R.N., de Andrade Neves, N., García-Romero, E., Gómez-Alonso, S., Hermosín-Gutiérrez, I. Storage stability of phenolic compounds in powdered BRS Violeta grape juice microencapsulated with protein and maltodextrin blends. *Food Chemistry*. 2017, 214, 308–318.
  309. Oxley, J.D. Spray cooling and spray chilling for food ingredient and nutraceutical encapsulation. In: *Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals*. Ed.: Garti N, David Julian

McClements, Cambridge, UK, Woodhead Publishing Limited, 2012, 110–130.

310. Balassa, L.L., Fanger, G.O., Wurzburg, O.B. Microencapsulation in the food industry. *C R C Critical Reviews in Food Technology*. 1971, 2(2), 245–265.
311. Okuro, P.K., Eustáquio de Matos, F., Favaro-Trindade, C.S. Technological challenges for spray chilling encapsulation of functional food ingredients. *Food Technology and Biotechnology*. 2013, 51(2), 171–182.
312. Gamboa, O.D., Gonçalves, L.G., Grosso, C.F. Microencapsulation of tocopherols in lipid matrix by spray chilling method. *Procedia Food Science*. 2011, 1, 1732–1739.
313. Sartori, T., Consoli, L., Hubinger, M.D., Menegalli, F.C. Ascorbic acid microencapsulation by spray chilling: Production and characterization. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 63(1), 353–360.
314. Alvim, I.D., Stein, M.A., Koury, I.P., Dantas, F.B.H., Cruz, C.L. de C.V. Comparison between the spray drying and spray chilling microparticles contain ascorbic acid in a baked product application. *LWT - Food Science and Technology*. 2016, 65, 689–694.
315. de Matos-Jr, F.E., Comunian, T.A., Thomazini, M., Favaro-Trindade, C.S. Effect of feed preparation on the properties and stability of ascorbic acid microparticles produced by spray chilling. *LWT - Food Science and Technology*. 2017, 75, 251–260.
316. Paucar, O.C., Tulini, F.L., Thomazini, M., Balieiro, J.C.C., Pallone, E.M.J.A., Favaro-Trindade, C.S. Production by spray chilling and characterization of solid lipid microparticles loaded with vitamin D 3. *Food and Bioproducts Processing*. 2016, 100, 344–350.
317. Pelissari, J.R., Souza, V.B., Pigoso, A.A., Tulini, F.L., Thomazini, M., Rodrigues, C.E.C., *et al.* Production of solid lipid microparticles loaded with lycopene by spray chilling: Structural characteristics of particles and lycopene stability. *Food and Bioproducts Processing*. 2016, 98, 86–94.
318. Pedroso, D.L., Dogenski, M., Thomazini, M., Heinemann, R.J.B., Favaro-Trindade, C.S. Microencapsulation of *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* and *Lactobacillus acidophilus* in cocoa butter using spray chilling technology. *Brazilian Journal of Microbiology*. 2013, 44(3), 777–783.
319. Bampi, G.B., Backes, G.T., Cansian, R.L., de Matos, F.E., Ansolin, I.M.A., Poleto, B.C., *et al.* Spray chilling microencapsulation of *Lactobacillus acidophilus* and *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* and its use in the preparation of savory probiotic cereal bars. *Food and Bioprocess Technology*. 2016, 9(8), 1422–1428.
320. Arslan-Tontul, S., Erbas, M. Single and double layered microencapsulation of probiotics by spray drying and spray chilling. *LWT - Food Science and Technology*. 2017, 81, 160–169.
321. Pedroso, D. de L., Thomazini, M., Heinemann, R.J.B., Favaro-Trindade, C.S. Protection of *Bifidobacterium lactis* and *Lactobacillus acidophilus* by

- microencapsulation using spray-chilling. *International Dairy Journal*. 2012, 26(2), 127–132.
322. Sillick, M., Gregson, C.M. Spray chill encapsulation of flavors within anhydrous erythritol crystals. *LWT - Food Science and Technology*. 2012, 48(1), 107–113.
  323. Consoli, L., Grimaldi, R., Sartori, T., Menegalli, F.C., Hubinger, M.D. Gallic acid microparticles produced by spray chilling technique: Production and characterization. *LWT - Food Science and Technology*. 2016, 65, 79–87. D
  324. Tulini, F.L., Souza, V.B., Thomazini, M., Silva, M.P., Massarioli, A.P., Alencar, S.M., *et al.* Evaluation of the release profile, stability and antioxidant activity of a proanthocyanidin-rich cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum*) extract co-encapsulated with  $\alpha$ -tocopherol by spray chilling. *Food Research International*. 2017, 95, 117–124.
  325. Oriani, V.B., Alvim, I.D., Consoli, L., Molina, G., Pastore, G.M., Hubinger, M.D. Solid lipid microparticles produced by spray chilling technique to deliver ginger oleoresin: Structure and compound retention. *Food Research International*. 2016, 80, 41–49.
  326. Meunier, J.P., Cardot, J.M., Manzanilla, E.G., Wysshaar, M., Alric, M. Use of spray-cooling technology for development of microencapsulated capsicum oleoresin for the growing pig as an alternative to in-feed antibiotics: A study of release using in vitro models. *Journal of Animal Science*. 2007, 85(10), 2699.
  327. Alvim, I.D., Souza, F. da S. de, Koury, I.P., Jurt, T., Dantas, F.B.H. Use of the spray chilling method to deliver hydrophobic components: physical characterization of microparticles. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*. 2013, 33, 34–39.
  328. Coronel-Aguilera, C.P., San Martín-González, M.F. Encapsulation of spray dried  $\beta$ -carotene emulsion by fluidized bed coating technology. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 62(1), 187–193.
  329. Anandharamakrishnan, C., Ishwarya, S.P. *Spray Drying Techniques for Food Ingredient Encapsulation*. Chichester, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2015,.
  330. Anwar, S.H., Weissbrodt, J., Kunz, B. Microencapsulation of fish oil by spray granulation and fluid bed film coating. *Journal of Food Science*. 2010, 75(6), E359–E371.
  331. Knezevic†, Z., Gosak†, D., Hraste, M., Jalsenjako, I. Fluid-bed microencapsulation of ascorbic acid. *Journal of Microencapsulation*. 1998, 15(2), 237–252.
  332. Schell, D., Beermann, C. Fluidized bed microencapsulation of *Lactobacillus reuteri* with sweet whey and shellac for improved acid resistance and in-vitro gastro-intestinal survival. *Food Research International*. 2014, 62, 308–314.
  333. Semyonov, D., Ramon, O., Kovacs, A., Friedlander, L., Shimoni, E. Air-suspension fluidized-bed microencapsulation of probiotics. *Drying Technology*. 2012, 30(16), 1918–1930.

334. Yilmaz, G., Jongboom, R.O., Feil, H., Hennink, W.. Encapsulation of sunflower oil in starch matrices via extrusion: effect of the interfacial properties and processing conditions on the formation of dispersed phase morphologies. *Carbohydrate Polymers*. 2001, 45(4), 403–410.
335. Krasaekoopt, W., Bhandari, B., Deeth, H. Evaluation of encapsulation techniques of probiotics for yoghurt. *International Dairy Journal*. 2003, 13(1), 3–13.
336. Rodríguez, J., Martín, M.J., Ruiz, M.A., Clares, B. Current encapsulation strategies for bioactive oils: From alimentary to pharmaceutical perspectives. *Food Research International*. 2016, 83, 41–59.
337. Byun, Y., Kim, Y.T., Desai, K.G.H., Park, H.J. Microencapsulation Techniques for Food Flavour. In: *Chemistry and Biology of Volatiles*. Ed.: Hermann A, Chichester, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2010, 307–332.
338. Stojanovic, R., Belcak-Cvitanovic, A., Manojlovic, V., Komes, D., Nedovic, V., Bugarski, B. Encapsulation of thyme (*Thymus serpyllum* L.) aqueous extract in calcium alginate beads. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2012, 92(3), 685–696.
339. Westing, L.L., Reineccius, G.A., Caporaso, F. Shelf Life of Orange Oil. In: *Flavor Encapsulation*. Ed.: Risch Sara J, Gary A Reineccius, Washington, DC, American Chemical Society, 1988, 110–121.
340. Chang, D., Abbas, S., Hayat, K., Xia, S., Zhang, X., Xie, M., *et al.* Encapsulation of ascorbic acid in amorphous maltodextrin employing extrusion as affected by matrix/core ratio and water content. *International Journal of Food Science & Technology*. 2010, 45(9), 1895–1901.
341. Petritz, E., Tritthart, T., Wintersteiger, R. Determination of phylloquinone and cholecalciferol encapsulated in granulates formed by melt extrusion. *Journal of Biochemical and Biophysical Methods*. 2006, 69(1–2), 101–112.
342. Chang, D.W., Zhang, X.M., Kim, J.M. Encapsulation of vitamin E in glassy carbohydrates by extrusion. *Advanced Materials Research*. 2013, 842, 95–99.
343. Suzery, M., Hadiyanto, Sutanto, H., Soetrisnanto, D., Majid, D., Setyawan, D., *et al.* The improvement of phycocyanin stability extracted from *Spirulina* sp using extrusion encapsulation technique. In: *International Conference of Chemical and Material Engineering (ICCME) 2015: Green Technology for Sustainable Chemical Products and Processes*. Ed.: Nur Hadi, Arief Budiman, Ferry Iskandar, Suryadi Ismadji, Semarang, Indonesia, American Institute of Physics, 2015, 030011.
344. Prevost, H., Divies, C., Rousseau, E. Continuous yoghurt production with *Lactobacillus bulgaricus* and *Streptococcus thermophilus* entrapped in Calcium alginate. *Biotechnology Letters*. 1985, 7(4), 247–252.
345. Prevost, H., Divies, C. Fresh fermented cheese production with continuous pre-fermented milk by a mixed culture of mesophilic lactic streptococci entrapped in Calcium alginate. *Biotechnology Letters*. 1987, 9(11), 789–794.

346. Steenson, L.R., Klaenhammer, T.R., Swaisgood, H.E. Calcium alginate-immobilized cultures of lactic streptococci are protected from bacteriophages. *Journal of Dairy Science*. 1987, 70(6), 1121–1127.
347. Krasaekoopt, W., Watcharapoka, S. Effect of addition of inulin and galactooligosaccharide on the survival of microencapsulated probiotics in alginate beads coated with chitosan in simulated digestive system, yogurt and fruit juice. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 57(2), 761–766.
348. Valero-Cases, E., Frutos, M.J. Effect of different types of encapsulation on the survival of *Lactobacillus plantarum* during storage with inulin and in vitro digestion. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 64(2), 824–828.
349. Gandomi, H., Abbaszadeh, S., Misaghi, A., Bokaie, S., Noori, N. Effect of chitosan-alginate encapsulation with inulin on survival of *Lactobacillus rhamnosus* GG during apple juice storage and under simulated gastrointestinal conditions. *LWT - Food Science and Technology*. 2016, 69, 365–371.
350. de Araújo Etchepare, M., Raddatz, G.C., de Moraes Flores, É.M., Zepka, L.Q., Jacob-Lopes, E., Barin, J.S., *et al.* Effect of resistant starch and chitosan on survival of *Lactobacillus acidophilus* microencapsulated with sodium alginate. *LWT - Food Science and Technology*. 2016, 65, 511–517.
351. Tackenberg, M.W., Krauss, R., Schuchmann, H.P., Kleinebudde, P. Encapsulation of orange terpenes investigating a plasticisation extrusion process. *Journal of Microencapsulation*. 2015, 32(4), 408–417.
352. Zasyrkin, D., Porzio, M. Glass encapsulation of flavours with chemically modified starch blends. *Journal of Microencapsulation*. 2004, 21(4), 385–397.
353. Zhu, G.Y., Xiao, Z.B., Zhou, R.J., Yi, F. Fragrance and flavor microencapsulation technology. *Advanced Materials Research*. 2012, 535–537, 440–445.
354. Beristain, C.I., Vazquez, A., Garcia, H.S., Vernon-Carter, E.J. Encapsulation of orange peel oil by co-crystallization. *LWT - Food Science and Technology*. 1996, 29(7), 645–647.
355. Suk-Shin, K., Youn-Jeong, H., Tae-Jeong, H., Hoe-Jin, R., Tae-Shik, H., Myung-Sub, Chung Seong-Gyun, S. Microencapsulation of ascorbic acid in sucrose and lactose by cocrystallization. *Food Science and Biotechnology*. 2001, 10(2), 101–107.
356. Champagne, C.P., Raymond, Y., Mondou, F., Julien, J.P. Studies on the encapsulation of *Bifidobacterium longum* cultures by spray-coating or cocrystallization. *Bifidobacteria and Microflora*. 1995, 14(1), 7–14.
357. Bhandari, B.R., Datta, N., D'Arcy, B.R., Rintoul, G.B. Co-crystallization of honey with sucrose. *LWT - Food Science and Technology*. 1998, 31(2), 138–142.
358. Sardar, B.R., Tarade, K.M., Singhal, R.S. Stability of active components of cardamom oleoresin in co-crystallized sugar cube during storage. *Journal of Food Engineering*. 2013, 117(4), 530–537.

359. López-Córdoba, A., Gallo, L., Bucalá, V., Martino, M., Navarro, A. Co-crystallization of zinc sulfate with sucrose: A promissory strategy to render zinc solid dosage forms more palatable. *Journal of Food Engineering*. 2016, 170, 100–107.
360. Deladino, L., S. Navarro, A., N. Martino, M. Microstructure of minerals and yerba mate extract co-crystallized with sucrose. *Journal of Food Engineering*. 2010, 96(3), 410–415.
361. Sardar, B.R., Singhal, R.S. Characterization of co-crystallized sucrose entrapped with cardamom oleoresin. *Journal of Food Engineering*. 2013, 117(4), 521–529.
362. Khawas, P., Deka, S.C. Encapsulation of natural antioxidant compounds from culinary banana by cocrystallization. *Journal of Food Processing and Preservation*. 2017, 41(1), e13033.
363. López-Córdoba, A., Deladino, L., Agudelo-Mesa, L., Martino, M. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage. *Journal of Food Engineering*. 2014, 124, 158–165.
364. Beristain, C.I., Mendoza, R.E., Garcia, H.S., Vazquez, A. Cocrystallization of Jamaica (*Hibiscus sabdarifa* L.) granules. *LWT - Food Science and Technology*. 1994, 27(4), 347–349.
365. Dormer, N.H., Berkland, C.J., Singh, M. Monodispersed Microencapsulation Technology. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, Niraj Vasisht, Atul Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014, 111–123.
366. Fang, Z., Bhandari, B. Spray drying, freeze drying and related processes for food ingredient and nutraceutical encapsulation. In: *Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals*. Ed.: Garti Nissim, David Julian McClements, Cambridge, UK, Woodhead Publishing Limited, 2012, 73–109.
367. Michailidis, P.A., Krokida, M.K. Drying and Dehydration Processes in Food Preservation and Processing. In: *Conventional and Advanced Food Processing Technologies*. Ed.: Bhattacharya Suvendu, Chichester, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2014, 1–32.
368. Velasco, J., Dobarganes, M.C., Márquez-Ruiz, G. Oxidation of free and encapsulated oil fractions in dried microencapsulated fish oils. *Grasas y Aceites*. 2000, 51(6), 439–446.
369. Heinzelmann, K., Franke, K., Velasco, J., Márquez-Ruiz, G. Microencapsulation of fish oil by freeze-drying techniques and influence of process parameters on oxidative stability during storage. *European Food Research and Technology*. 2000, 211(4), 234–239.
370. Zhang, Y., Tan, C., Abbas, S., Eric, K., Xia, S., Zhang, X. Modified SPI improves the emulsion properties and oxidative stability of fish oil microcapsules. *Food Hydrocolloids*. 2015, 51, 108–117.

371. Heinzelmann, K., Franke, K. Using freezing and drying techniques of emulsions for the microencapsulation of fish oil to improve oxidation stability. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 1999, 12, 223–229.
372. Velasco, J., Marmesat, S., Dobarganes, C., Márquez-Ruiz, G. Heterogeneous aspects of lipid oxidation in dried microencapsulated oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2006, 54(5), 1722–1729.
373. Márquez-Ruiz, G., Velasco, J., Dobarganes, C. Evaluation of oxidation in dried microencapsulated fish oils by a combination of adsorption and size exclusion chromatography. *European Food Research and Technology*. 2000, 211(1), 13–18.
374. Velasco, J., Holgado, F., Dobarganes, C., Márquez-Ruiz, G. Influence of relative humidity on oxidation of the free and encapsulated oil fractions in freeze-dried microencapsulated oils. *Food Research International*. 2009, 42(10), 1492–1500.
375. Velasco, J., Dobarganes, C., Holgado, F., Márquez-Ruiz, G. A follow-up oxidation study in dried microencapsulated oils under the accelerated conditions of the Rancimat test. *Food Research International*. 2009, 42(1), 56–62.
376. Orlie, V., Andersen, A.B., Sinkko, T., Skibsted, L.H. Hydroperoxide formation in rapeseed oil encapsulated in a glassy food model as influenced by hydrophilic and lipophilic radicals. *Food Chemistry*. 2000, 68(2), 191–199.
377. Dzondo-Gadet, M., Nzikou, J.M., Etoumougo, A., Linder, M., Desobry, S. Encapsulation and storage of safou pulp oil in 6DE maltodextrins. *Process Biochemistry*. 2005, 40(1), 265–271.
378. Turasan, H., Sahin, S., Sumnu, G. Encapsulation of rosemary essential oil. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 64(1), 112–119.
379. Najafi, M.N., Kadkhodae, R., Mortazavi, S.A. Effect of drying process and wall material on the properties of encapsulated cardamom oil. *Food Biophysics*. 2011, 6(1), 68–76..
380. Karthik, P., Anandharamakrishnan, C. Microencapsulation of docosahexaenoic acid by spray-freeze-drying method and comparison of its stability with spray-drying and freeze-drying methods. *Food and Bioprocess Technology*. 2013, 6(10), 2780–2790.
381. Dianawati, D., Mishra, V., Shah, N.P. Survival of *Bifidobacterium longum* 1941 microencapsulated with proteins and sugars after freezing and freeze drying. *Food Research International*. 2013, 51(2), 503–509.
382. Basholli-Salihi, M., Mueller, M., Salar-Behzadi, S., Unger, F.M., Viernstein, H. Effect of lyoprotectants on  $\beta$ -glucosidase activity and viability of *Bifidobacterium infantis* after freeze-drying and storage in milk and low pH juices. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 57(1), 276–282.
383. Santos, M.I., Gerbino, E., Araujo-Andrade, C., Tymczyszyn, E.E., Gómez-Zavaglia, A. Stability of freeze-dried *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* in the presence of galacto-oligosaccharides and lactulose as

- determined by near infrared spectroscopy. *Food Research International*. 2014, 59, 53–60.
384. Dimitrellou, D., Kandyli, P., Kourkoutas, Y. Effect of cooling rate, freeze-drying, and storage on survival of free and immobilized *Lactobacillus casei* ATCC 393. *LWT - Food Science and Technology*. 2016, 69, 468–473.
  385. Mahidsanan, T., Gasaluck, P., Eumkeb, G. A novel soybean flour as a cryoprotectant in freeze-dried *Bacillus subtilis* SB-MYP-1. *LWT - Food Science and Technology*. 2017, 77, 152–159.
  386. Spada, J.C., Noreña, C.P.Z., Marczak, L.D.F., Tessaro, I.C. Study on the stability of  $\beta$ -carotene microencapsulated with pinhão (*Araucaria angustifolia* seeds) starch. *Carbohydrate Polymers*. 2012, 89(4), 1166–1173.
  387. Chen, J., Li, F., Li, Z., McClements, D.J., Xiao, H. Encapsulation of carotenoids in emulsion-based delivery systems: Enhancement of  $\beta$ -carotene water-dispersibility and chemical stability. *Food Hydrocolloids*. 2017, 69, 49–55.
  388. Lim, A.S.L., Griffin, C., Roos, Y.H. Stability and loss kinetics of lutein and  $\beta$ -carotene encapsulated in freeze-dried emulsions with layered interface and trehalose as glass former. *Food Research International*. 2014, 62, 403–409.
  389. da Rosa, C.G., Borges, C.D., Zambiasi, R.C., Nunes, M.R., Benvenutti, E.V., Luz, S.R. da, *et al.* Microencapsulation of gallic acid in chitosan,  $\beta$ -cyclodextrin and xanthan. *Industrial Crops and Products*. 2013, 46, 138–146.
  390. Ramírez, M.J., Giraldo, G.I., Orrego, C.E. Modeling and stability of polyphenol in spray-dried and freeze-dried fruit encapsulates. *Powder Technology*. 2015, 277, 89–96.
  391. da Rosa, C.G., Borges, C.D., Zambiasi, R.C., Rutz, J.K., da Luz, S.R., Krumreich, F.D., *et al.* Encapsulation of the phenolic compounds of the blackberry (*Rubus fruticosus*). *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 58(2), 527–533.
  392. Ballesteros, L.F., Ramirez, M.J., Orrego, C.E., Teixeira, J.A., Mussatto, S.I. Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chemistry*. 2017, 237, 623–631. DOI: 10.1016/j.foodchem.2017.05.142.
  393. Saikia, S., Mahnot, N.K., Mahanta, C.L. Optimisation of phenolic extraction from *Averrhoa carambola* pomace by response surface methodology and its microencapsulation by spray and freeze drying. *Food Chemistry*. 2015, 171, 144–152.
  394. Kuck, L.S., Noreña, C.P.Z. Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. *Food Chemistry*. 2016, 194, 569–576.
  395. Rocha-Parra, D.F., Lanari, M.C., Zamora, M.C., Chirife, J. Influence of storage conditions on phenolic compounds stability, antioxidant capacity and colour of freeze-dried encapsulated red wine. *LWT - Food Science and Technology*.

2016, 70, 162–170.

396. Minemoto, Y., Adachi, S., Matsuno, R. Comparison of oxidation of methyl linoleate encapsulated with gum arabic by hot-air-drying and freeze-drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 1997, 45(12), 4530–4534.
397. Ezhilarasi, P.N., Indrani, D., Jena, B.S., Anandharamakrishnan, C. Freeze drying technique for microencapsulation of Garcinia fruit extract and its effect on bread quality. *Journal of Food Engineering*. 2013, 117(4), 513–520.
398. Santos, D.T., Meireles, M.A.A. Carotenoid Pigments Encapsulation: Fundamentals, Techniques and Recent Trends. *The Open Chemical Engineering Journal*. 2010, 4(2), 42–50.
399. Tao, F., Hill, L.E., Peng, Y., Gomes, C.L. Synthesis and characterization of  $\beta$ -cyclodextrin inclusion complexes of thymol and thyme oil for antimicrobial delivery applications. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 59(1), 247–255.
400. Wang, J., Cao, Y., Sun, B., Wang, C. Physicochemical and release characterisation of garlic oil- $\beta$ -cyclodextrin inclusion complexes. *Food Chemistry*. 2011, 127(4), 1680–1685.
401. Răileanu, M., Todan, L., Voicescu, M., Ciuculescu, C., Maganu, M. A way for improving the stability of the essential oils in an environmental friendly formulation. *Materials Science and Engineering: C*. 2013, 33(6), 3281–3288.
402. Bhandari, B.R., D’Arc, B.R., Padukka, I. Encapsulation of lemon oil by paste method using  $\beta$ -cyclodextrin: Encapsulation efficiency and profile of oil volatiles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 1999, 47(12), 5194–5197.
403. Yuan, C., Jin, Z., Xu, X. Inclusion complex of astaxanthin with hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin: UV, FTIR,  $^1\text{H}$  NMR and molecular modeling studies. *Carbohydrate Polymers*. 2012, 89(2), 492–496.
404. Yuan, C., Du, L., Jin, Z., Xu, X. Storage stability and antioxidant activity of complex of astaxanthin with hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin. *Carbohydrate Polymers*. 2013, 91(1), 385–389.
405. López-Tobar, E., Blanch, G.P., Ruiz del Castillo, M.L., Sanchez-Cortes, S. Encapsulation and isomerization of curcumin with cyclodextrins characterized by electronic and vibrational spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*. 2012, 62, 292–298.
406. Mohan, P.R.K., Sreelakshmi, G., Muraleedharan, C.V., Joseph, R. Water soluble complexes of curcumin with cyclodextrins: Characterization by FT-Raman spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*. 2012, 62, 77–84.
407. Mangolim, C.S., Moriwaki, C., Nogueira, A.C., Sato, F., Baesso, M.L., Neto, A.M., *et al.* Curcumin- $\beta$ -cyclodextrin inclusion complex: Stability, solubility, characterisation by FT-IR, FT-Raman, X-ray diffraction and photoacoustic spectroscopy, and food application. *Food Chemistry*. 2014, 153, 361–370.

408. Castillo, M.L.R. del, López-Tobar, E., Sanchez-Cortes, S., Flores, G., Blanch, G.P. Stabilization of curcumin against photodegradation by encapsulation in gamma-cyclodextrin: A study based on chromatographic and spectroscopic (Raman and UV–visible) data. *Vibrational Spectroscopy*. 2015, 81, 106–111.
409. Nunes, I.L., Mercadante, A.Z. Encapsulation of lycopene using spray-drying and molecular inclusion processes. *Brazilian Archives of Biology and Technology*. 2007, 50(5), 893–900.
410. Kayaci, F., Uyar, T. Encapsulation of vanillin/cyclodextrin inclusion complex in electrospun polyvinyl alcohol (PVA) nanowebs: Prolonged shelf-life and high temperature stability of vanillin. *Food Chemistry*. 2012, 133(3), 641–649.
411. Hill, L.E., Gomes, C., Taylor, T.M. Characterization of beta-cyclodextrin inclusion complexes containing essential oils (trans-cinnamaldehyde, eugenol, cinnamon bark, and clove bud extracts) for antimicrobial delivery applications. *LWT - Food Science and Technology*. 2013, 51(1), 86–93.
412. Nuchuchua, O., Saesoo, S., Sramala, I., Puttipipatkachorn, S., Soottitantawat, A., Ruktanonchai, U. Physicochemical investigation and molecular modeling of cyclodextrin complexation mechanism with eugenol. *Food Research International*. 2009, 42(8), 1178–1185.
413. Choi, M.J., Soottitantawat, A., Nuchuchua, O., Min, S.G., Ruktanonchai, U. Physical and light oxidative properties of eugenol encapsulated by molecular inclusion and emulsion–diffusion method. *Food Research International*. 2009, 42(1), 148–156.
414. Gong, L., Li, T., Chen, F., Duan, X., Yuan, Y., Zhang, D., *et al.* An inclusion complex of eugenol into  $\beta$ -cyclodextrin: Preparation, and physicochemical and antifungal characterization. *Food Chemistry*. 2016, 196, 324–330.
415. Seo, E.J., Min, S.G., Choi, M.J. Release characteristics of freeze-dried eugenol encapsulated with  $\beta$ -cyclodextrin by molecular inclusion method. *Journal of Microencapsulation*. 2010, 27(6), 496–505.
416. Ponce Cevallos, P.A., Buera, M.P., Elizalde, B.E. Encapsulation of cinnamon and thyme essential oils components (cinnamaldehyde and thymol) in  $\beta$ -cyclodextrin: Effect of interactions with water on complex stability. *Journal of Food Engineering*. 2010, 99(1), 70–75.
417. Kamimura, J.A., Santos, E.H., Hill, L.E., Gomes, C.L. Antimicrobial and antioxidant activities of carvacrol microencapsulated in hydroxypropyl-beta-cyclodextrin. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 57(2), 701–709.
418. Guimarães, A.G., Oliveira, M.A., Alves, R. dos S., Menezes, P. dos P., Serafini, M.R., de Souza Araújo, A.A., *et al.* Encapsulation of carvacrol, a monoterpene present in the essential oil of oregano, with  $\beta$ -cyclodextrin, improves the pharmacological response on cancer pain experimental protocols. *Chemico-Biological Interactions*. 2015, 227, 69–76.
419. Santos, E.H., Kamimura, J.A., Hill, L.E., Gomes, C.L. Characterization of carvacrol beta-cyclodextrin inclusion complexes as delivery systems for

- antibacterial and antioxidant applications. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 60(1), 583–592..
420. Abarca, R.L., Rodríguez, F.J., Guarda, A., Galotto, M.J., Bruna, J.E. Characterization of beta-cyclodextrin inclusion complexes containing an essential oil component. *Food Chemistry*. 2016, 196, 968–975.
  421. Mourtzinou, I., Kalogeropoulos, N., Papadakis, S.E., Konstantinou, K., Karathanos, V.T. Encapsulation of nutraceutical monoterpenes in  $\beta$ -cyclodextrin and modified starch. *Journal of Food Science*. 2007, 73(1), S89–S94.
  422. Folch-Cano, C., Jullian, C., Speisky, H., Olea-Azar, C. Antioxidant activity of inclusion complexes of tea catechins with  $\beta$ -cyclodextrins by ORAC assays. *Food Research International*. 2010, 43(8), 2039–2044.
  423. Krishnaswamy, K., Orsat, V., Thangavel, K. Synthesis and characterization of nano-encapsulated catechin by molecular inclusion with beta-cyclodextrin. *Journal of Food Engineering*. 2012, 111(2), 255–264.
  424. Nguyen, T.A., Liu, B., Zhao, J., Thomas, D.S., Hook, J.M. An investigation into the supramolecular structure, solubility, stability and antioxidant activity of rutin/cyclodextrin inclusion complex. *Food Chemistry*. 2013, 136(1), 186–192.
  425. Zhang, M., Li, J., Zhang, L., Chao, J. Preparation and spectral investigation of inclusion complex of caffeic acid with hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 2009, 71(5), 1891–1895.
  426. Górnaś, P., Neunert, G., Baczyński, K., Polewski, K. Beta-cyclodextrin complexes with chlorogenic and caffeic acids from coffee brew: Spectroscopic, thermodynamic and molecular modelling study. *Food Chemistry*. 2009, 114(1), 190–196.
  427. Zhao, M., Wang, H., Yang, B., Tao, H. Identification of cyclodextrin inclusion complex of chlorogenic acid and its antimicrobial activity. *Food Chemistry*. 2010, 120(4), 1138–1142.
  428. Chao, J., Wang, H., Zhao, W., Zhang, M., Zhang, L. Investigation of the inclusion behavior of chlorogenic acid with hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2012, 50(1), 277–282.
  429. Shao, P., Zhang, J., Fang, Z., Sun, P. Complexing of chlorogenic acid with  $\beta$ -cyclodextrins: Inclusion effects, antioxidative properties and potential application in grape juice. *Food Hydrocolloids*. 2014, 41, 132–139.
  430. Stražičar, M., Andrenšek, S., Šmidovnik, A. Effect of  $\beta$ -cyclodextrin on antioxidant activity of coumaric acids. *Food Chemistry*. 2008, 110(3), 636–642.
  431. Ferreira, F. da R., Valentim, I.B., Ramones, E.L.C., Trevisan, M.T.S., Olea-Azar, C., Perez-Cruz, F., *et al.* Antioxidant activity of the mangiferin inclusion complex with  $\beta$ -cyclodextrin. *LWT - Food Science and Technology*. 2013, 51(1), 129–134.

432. Yang, X., Zhao, Y., Chen, Y., Liao, X., Gao, C., Xiao, D., *et al.* Host–guest inclusion system of mangiferin with  $\beta$ -cyclodextrin and its derivatives. *Materials Science and Engineering: C*. 2013, 33(4), 2386–2391.
433. Lu, Z., Cheng, B., Hu, Y., Zhang, Y., Zou, G. Complexation of resveratrol with cyclodextrins: Solubility and antioxidant activity. *Food Chemistry*. 2009, 113(1), 17–20.
434. Duarte, A., Martinho, A., Luís, Â., Figueiras, A., Oleastro, M., Domingues, F.C., *et al.* Resveratrol encapsulation with methyl- $\beta$ -cyclodextrin for antibacterial and antioxidant delivery applications. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, 63(2), 1254–1260.
435. Wang, J., Cao, Y., Sun, B., Wang, C. Characterisation of inclusion complex of trans-ferulic acid and hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin. *Food Chemistry*. 2011, 124(3), 1069–1075.
436. Yan, C., Zhang, W. Coacervation Processes. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, Niraj Vasisht, Atul Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014, 125–137.
437. F. Gibbs, Selim Kermasha, Inteaz Al, B. Encapsulation in the food industry: a review. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*. 1999, 50(3), 213–224.
438. Kaushik, P., Dowling, K., McKnight, S., Barrow, C.J., Adhikari, B. Microencapsulation of flaxseed oil in flaxseed protein and flaxseed gum complex coacervates. *Food Research International*. 2016, 86, 1–8.
439. Rutz, J.K., Borges, C.D., Zambiazzi, R.C., Crizel-Cardozo, M.M., Kuck, L.S., Noreña, C.P.Z. Microencapsulation of palm oil by complex coacervation for application in food systems. *Food Chemistry*. 2017, 220, 59–66.
440. Timilsena, Y.P., Adhikari, R., Barrow, C.J., Adhikari, B. Microencapsulation of chia seed oil using chia seed protein isolate-chia seed gum complex coacervates. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2016, 91, 347–357.
441. Wang, B., Adhikari, B., Barrow, C.J. Optimisation of the microencapsulation of tuna oil in gelatin–sodium hexametaphosphate using complex coacervation. *Food Chemistry*. 2014, 158, 358–365.
442. Rabišková, M., Valášková, J. The influence of HLB on the encapsulation of oils by complex coacervation. *Journal of Microencapsulation*. 1998, 15(6), 747–751.
443. Nakagawa, K., Iwamoto, S., Nakajima, M., Shono, A., Satoh, K. Microchannel emulsification using gelatin and surfactant-free coacervate microencapsulation. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2004, 278(1), 198–205.
444. Pérez-Limiñana, M.Á., Payá-Nohales, F.J., Arán-Ais, F., Orgilés-Barceló, C. Effect of the shell-forming polymer ratio on the encapsulation of tea tree oil by complex coacervation as a natural biocide. *Journal of Microencapsulation*.

2014, 31(2), 176–183.

- 445. Siow, L.F., Ong, C.S. Effect of pH on garlic oil encapsulation by complex coacervation. *Journal of Food Processing & Technology*. 2013, 4(01), 1–5.
- 446. Martins, I.M., Rodrigues, S.N., Barreiro, F., Rodrigues, A.E. Microencapsulation of thyme oil by coacervation. *Journal of Microencapsulation*. 2009, 26(8), 667–675.
- 447. Dong, Z., Ma, Y., Hayat, K., Jia, C., Xia, S., Zhang, X. Morphology and release profile of microcapsules encapsulating peppermint oil by complex coacervation. *Journal of Food Engineering*. 2011, 104(3), 455–460.
- 448. Yang, Z., Peng, Z., Li, J., Li, S., Kong, L., Li, P., *et al.* Development and evaluation of novel flavour microcapsules containing vanilla oil using complex coacervation approach. *Food Chemistry*. 2014, 145, 272–277.
- 449. Jun-xia, X., Hai-yan, Y., Jian, Y. Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic. *Food Chemistry*. 2011, 125(4), 1267–1272.
- 450. Vahabzadeh, F., Zivdar, M., Najafi, A. Microencapsulation of orange oil by complex coacervation and its release behaviour. *International Journal of Engineering*. 2004, 17(4), 325–334.
- 451. Lv, Y., Yang, F., Li, X., Zhang, X., Abbas, S. Formation of heat-resistant nanocapsules of jasmine essential oil via gelatin/gum arabic based complex coacervation. *Food Hydrocolloids*. 2014, 35, 305–314.
- 452. Dima, C., Cretu, R., Alexe, P., Dima, Ş. Microencapsulation of coriander oil using complex coacervation method. *Scientific Study and Research: Chemistry and Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry*. 2013, 14(3), 155–162.
- 453. Xiao, Z., Liu, W., Zhu, G., Zhou, R., Niu, Y. Production and characterization of multinuclear microcapsules encapsulating lavender oil by complex coacervation. *Flavour and Fragrance Journal*. 2014, 29(3), 166–172.
- 454. Comunian, T.A., Thomazini, M., Alves, A.J.G., de Matos Junior, F.E., de Carvalho Balieiro, J.C., Favaro-Trindade, C.S. Microencapsulation of ascorbic acid by complex coacervation: Protection and controlled release. *Food Research International*. 2013, 52(1), 373–379.
- 455. Koupantsis, T., Pavlidou, E., Paraskevopoulou, A. Flavour encapsulation in milk proteins–CMC coacervate-type complexes. *Food Hydrocolloids*. 2014, 37, 134–142.
- 456. Koupantsis, T., Pavlidou, E., Paraskevopoulou, A. Glycerol and tannic acid as applied in the preparation of milk proteins–CMC complex coacervates for flavour encapsulation. *Food Hydrocolloids*. 2016, 57, 62–71.
- 457. Koupantsis, T., Paraskevopoulou, A. Flavour retention in sodium caseinate-carboxymethylcellulose complex coacervates as a function of storage conditions. *Food Hydrocolloids*. 2017, 69, 459–465..

458. Calderón-Oliver, M., Pedroza-Islas, R., Escalona-Buendía, H.B., Pedraza-Chaverri, J., Ponce-Alquicira, E. Comparative study of the microencapsulation by complex coacervation of nisin in combination with an avocado antioxidant extract. *Food Hydrocolloids*. 2017, 62, 49–57.
459. Santos, M.G., Bozza, F.T., Thomazini, M., Favaro-Trindade, C.S. Microencapsulation of xylitol by double emulsion followed by complex coacervation. *Food Chemistry*. 2015, 171, 32–39.
460. Rocha-Selmi, G.A., Bozza, F.T., Thomazini, M., Bolini, H.M.A., Favaro-Trindade, C.S. Microencapsulation of aspartame by double emulsion followed by complex coacervation to provide protection and prolong sweetness. *Food Chemistry*. 2013, 139(1–4), 72–78.
461. Rocha-Selmi, G.A., Theodoro, A.C., Thomazini, M., Bolini, H.M.A., Favaro-Trindade, C.S. Double emulsion stage prior to complex coacervation process for microencapsulation of sweetener sucralose. *Journal of Food Engineering*. 2013, 119(1), 28–32.
462. García-Saldaña, J.S., Campas-Baypoli, O.N., López-Cervantes, J., Sánchez-Machado, D.I., Cantú-Soto, E.U., Rodríguez-Ramírez, R. Microencapsulation of sulforaphane from broccoli seed extracts by gelatin/gum arabic and gelatin/pectin complexes. *Food Chemistry*. 2016, 201, 94–100.
463. Mirafzali, Z., Thompson, C.S., Tallua, K. Application of Liposomes in the Food Industry. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar, Niraj Vasisht, Atul Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014, 139–150.
464. Toniazzi, T., Pinho, S.C. Lyophilized liposomes for food applications: Fundamentals, processes, and potential applications. In: *Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems*. 2nd ed. Ed.: Lakkis Jamileh M, Chichester, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2016, 78–96.
465. Ghorbanzade, T., Jafari, S.M., Akhavan, S., Hadavi, R. Nano-encapsulation of fish oil in nano-liposomes and its application in fortification of yogurt. *Food Chemistry*. 2017, 216, 146–152.
466. Cui, H., Zhao, C., Lin, L. The specific antibacterial activity of liposome-encapsulated Clove oil and its application in tofu. *Food Control*. 2015, 56, 128–134.
467. Takahashi, M., Uechi, S., Takara, K., Asikin, Y., Wada, K. Evaluation of an oral carrier system in rats: bioavailability and antioxidant properties of liposome-encapsulated curcumin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2009, 57(19), 9141–9146.
468. Hasan, M., Belhaj, N., Benachour, H., Barberi-Heyob, M., Kahn, C.J.F., Jabbari, E., *et al.* Liposome encapsulation of curcumin: Physico-chemical characterizations and effects on MCF7 cancer cell proliferation. *International Journal of Pharmaceutics*. 2014, 461(1–2), 519–528.
469. Li, L., Braiteh, F.S., Kurzrock, R. Liposome-encapsulated curcumin. *Cancer*.

2005, 104(6), 1322–1331.

470. Tan, C., Zhang, Y., Abbas, S., Feng, B., Zhang, X., Xia, S. Modulation of the carotenoid bioaccessibility through liposomal encapsulation. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2014, 123, 692–700.
471. Kirby, C.J., Whittle, C.J., Rigby, N., Coxon, D.T., Law, B.A. Stabilization of ascorbic acid by microencapsulation in liposomes. *International Journal of Food Science & Technology*. 2007, 26(5), 437–449.
472. Liolios, C.C., Gortzi, O., Lalas, S., Tsaknis, J., Chinou, I. Liposomal incorporation of carvacrol and thymol isolated from the essential oil of *Origanum dictamnus* L. and in vitro antimicrobial activity. *Food Chemistry*. 2009, 112(1), 77–83.
473. Makwana, S., Choudhary, R., Dogra, N., Kohli, P., Haddock, J. Nanoencapsulation and immobilization of cinnamaldehyde for developing antimicrobial food packaging material. *LWT - Food Science and Technology*. 2014, 57(2), 470–476.
474. Picon, A., Gaya, P., Medina, M., Nuñez, M. The effect of liposome encapsulation of chymosin derived by fermentation on Manchego cheese ripening. *Journal of Dairy Science*. 1994, 77(1), 16–23.
475. Kheadr, E.E., Vuillemand, J., El-Deeb, S. Impact of liposome-encapsulated enzyme cocktails on cheddar cheese ripening. *Food Research International*. 2003, 36(3), 241–252.
476. Kheadr, E.E., Vuillemand, J.C., El Deeb, S.A. Accelerated cheddar cheese ripening with encapsulated proteinases. *International Journal of Food Science and Technology*. 2000, 35(5), 483–495.
477. Kheadr, E.E., Vuillemand, J.C., El-Deeb, S.A. Acceleration of cheddar cheese lipolysis by using liposome-entrapped lipases. *Journal of Food Science*. 2002, 67(2), 485–492.
478. Rao, D.R., Chawan, C.B., Veeramachaneni, R. Liposomal encapsulation of B-galactosidase: Comparison of two methods of encapsulation and in vitro lactose digestibility. *Journal of Food Biochemistry*. 1994, 18(4), 239–251.
479. Were, L.M., Bruce, B., Davidson, P.M., Weiss, J. Encapsulation of nisin and lysozyme in liposomes enhances efficacy against *Listeria monocytogenes*. *Journal of Food Protection*. 2004, 67(5), 922–927.
480. Benech, R.O., Kheadr, E.E., Lacroix, C., Fliss, I. Antibacterial activities of nisin Z encapsulated in liposomes or produced in situ by mixed culture during cheddar cheese ripening. *Applied and Environmental Microbiology*. 2002, 68(11), 5607–5619.
481. Benech, R.O., Kheadr, E.E., Lacroix, C., Fliss, I. Impact of nisin producing culture and liposome-encapsulated nisin on ripening of lactobacillus added-cheddar cheese. *Journal of Dairy Science*. 2003, 86(6), 1895–1909.
482. Rashidinejad, A., Birch, E.J., Sun-Waterhouse, D., Everett, D.W. Delivery of

- green tea catechin and epigallocatechin gallate in liposomes incorporated into low-fat hard cheese. *Food Chemistry*. 2014, 156, 176–183.
483. Rashidinejad, A., Birch, E.J., Sun-Waterhouse, D., Everett, D.W. Effect of liposomal encapsulation on the recovery and antioxidant properties of green tea catechins incorporated into a hard low-fat cheese following in vitro simulated gastrointestinal digestion. *Food and Bioprocess Processing*. 2016, 100, 238–245.
  484. Maherani, B., Arab-Tehrany, E., Kheirilomoom, A., Cleymand, F., Linder, M. Influence of lipid composition on physicochemical properties of nanoliposomes encapsulating natural dipeptide antioxidant l-carnosine. *Food Chemistry*. 2012, 134(2), 632–640.
  485. Oetjen, G.W., Haseley, P. *Freeze-Drying*. 2nd, Compl ed. Weinheim, Germany, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004.
  486. Ratti, C. Hot air and freeze-drying of high-value foods: A review. *Journal of Food Engineering*. 2001, 49(4), 311–319.
  487. Laine, P., Kylli, P., Heinonen, M., Jouppila, K. Storage Stability of Microencapsulated Cloudberry (*Rubus chamaemorus*) Phenolics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2008, 56(23), 11251–11261.
  488. Gradinaru, G., Biliaderis, C.G., Kallithraka, S., Kefalas, P., Garcia-Viguera, C. Thermal stability of *Hibiscus sabdariffa* L. anthocyanins in solution and in solid state: effects of copigmentation and glass transition. *Food Chemistry*. 2003, 83(3), 423–436.
  489. Heidebach, T., Först, P., Kulozik, U. Influence of casein-based microencapsulation on freeze-drying and storage of probiotic cells. *Journal of Food Engineering*. 2010, 98(3), 309–316.
  490. Avramenko, N.A., Chang, C., Low, N.H., Nickerson, M.T. Encapsulation of flaxseed oil within native and modified lentil protein-based microcapsules. *Food Research International*. 2016, 81, 17–24.
  491. Zhang, Y., Tan, C., Abbas, S., Eric, K., Zhang, X., Xia, S., *et al.* The effect of soy protein structural modification on emulsion properties and oxidative stability of fish oil microcapsules. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2014, 120, 63–70.
  492. Marefati, A., Sjöö, M., Timgren, A., Dejmek, P., Rayner, M. Fabrication of encapsulated oil powders from starch granule stabilized W/O/W Pickering emulsions by freeze-drying. *Food Hydrocolloids*. 2015, 51, 261–271.
  493. Silva, E.K., Meireles, M.A.A. Influence of the degree of inulin polymerization on the ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil. *Carbohydrate Polymers*. 2015, 133, 578–586.
  494. Borhan, F.P., Abd Gani, S.S., Shamsuddin, R. The use of D-optimal mixture design in optimising okara soap formulation for stratum corneum application. *Scientific World Journal*. 2014, 2014.

495. Mohamad Zen, N.I., Abd Gani, S.S., Shamsudin, R., Fard Masoumi, H.R. The use of D-optimal mixture design in optimizing development of okara tablet formulation as a dietary supplement. *Scientific World Journal*. 2015, 2015.
496. Rajin, M., Bono, A., Mun, H.C. Optimisation of natural ingredient based lipstick formulation by using mixture design. *Journal of Applied Sciences*. 2007, 7(15), 2099–2103.
497. Kuhlmann, W.D. *Buffer solutions*. Heidelberg, Germany, 2006.
498. Mitschka, P. Simple conversion of Brookfield R.V.T. readings into viscosity functions. *Rheologica Acta*. 1982, 21(2), 207–209.
499. Velasco, J., Holgado, F., Dobarganes, C., Márquez-Ruiz, G. Antioxidant activity of added phenolic compounds in freeze-dried microencapsulated sunflower oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2009, 86(5), 445–452.
500. Chinta, D.D., Graves, R.A., Pamujula, S., Praetorius, N., Bostanian, L.A., Mandal, T.K. Spray-dried chitosan as a direct compression tableting excipient. *Drug Development and Industrial Pharmacy*. 2009, 35(1), 43–48.
501. Jinapong, N., Supphantharika, M., Jamnong, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*. 2008, 84(2), 194–205.
502. Eastman, J.E., Moore, C.O. Cold-water-soluble granular starch for gelled food compositions. US4465702, 1984.
503. Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, a. M., Cal-Vidal, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 2005, 6(4), 420–428.
504. AOCS. Official Method Ce 2-66 - Preparation of Methyl Esters of Fatty Acids. In: *Official Methods and Recommended Practices of the AOCS*. 6th Edition. Ed.: Firestone D, Champaign, Illinois, American Oil Chemists Society, 2009.
505. IUPAC. Method 2.432 - Determination of tocopherols and tocotrienols in vegetable oils and fats by high performance liquid chromatography. In: *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives*. 7th ed. Ed.: Oxford, UK, Blackwell Scientific Publications, 1992.
506. Gutfinger, T. Polyphenols in olive oils. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 1981, 58(11), 966–968. DOI: 10.1007/BF02659771.
507. Tontul, I., Topuz, A. Mixture Design Approach in Wall Material Selection and Evaluation of Ultrasonic Emulsification in Flaxseed Oil Microencapsulation. *Drying Technology*. 2013, 31(12), 1362–1373. DOI: 10.1080/07373937.2013.795964.
508. Firestone, D., editor. *Official Methods and Recommended Practices of the AOCS*. 6th ed. Champaign, Illinois, AOCS Press, 2009.

509. Buruk Sahin, Y., Aktar Demirtaş, E., Burnak, N. Mixture design: A review of recent applications in the food industry. *Pamukkale University Journal of Engineering Sciences*. 2016, 22(4), 297–304.
510. Myers, R.H., Montgomery, D.C., Anderson-Cook, C.M. *Response Surface Methodology - Process and Product Optimization Using Designed Experiments (3rd edition)*. 3rd ed. Hoboken, NJ, USA, John Wiley & Sons, Inc., 2009,.
511. *Handbook for Experimenters Ver.11*. Minneapolis, MN, 2017,.
512. Danviriyakul, S., McClements, D.J., Decker, E., Nawar, W.W., Chinachoti, P. Physical Stability of Spray-Dried Milk Fat Emulsion as Affected by Emulsifiers and Processing Conditions. *Journal of Food Science*. 2002, 67(6), 2183–2189.
513. Ye, A. Complexation between milk proteins and polysaccharides via electrostatic interaction: principles and applications – a review. *International Journal of Food Science and Technology*. 2008, 43, 406–415.
514. Dickinson, E. Emulsion Stability. In: *Food Hydrocolloids - Structures, Properties and Functions*. Ed.: Nishinari K, E Doi, Boston, MA, Springer US, 1994, 387–398.
515. Matsumura, Y., Satake, C., Egami, M., Mori, T. Interaction of Gum Arabic, Maltodextrin and Pullulan with Lipids in Emulsions. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*. 2000, 64(9), 1827–1835.
516. Goyal, A., Sharma, V., Upadhyay, N., Singh, A.K., Arora, S., Lal, D., *et al.* Development of stable flaxseed oil emulsions as a potential delivery system of  $\omega$ -3 fatty acids. *Journal of Food Science and Technology*. 2015, 52(7), 4256–4265.
517. Kuhn, K.R., Cunha, R.L. Flaxseed oil - Whey protein isolate emulsions: Effect of high pressure homogenization. *Journal of Food Engineering*. 2012, 111(2), 449–457.
518. Polavarapu, S., Oliver, C.M., Ajlouni, S., Augustin, M.A. Physicochemical characterisation and oxidative stability of fish oil and fish oil–extra virgin olive oil microencapsulated by sugar beet pectin. *Food Chemistry*. 2011, 127(4), 1694–1705.
519. Sun, J., Zhao, R., Zeng, J., Li, G., Li, X. Characterization of Dextrins with Different Dextrose Equivalents. *Molecules*. 2010, 15(8), 5162–5173.
520. Berk, Z. *Food Process Engineering and Technology*. New York, NY, Academic Press, 2009,.
521. İbanoğlu, E. Rheological behaviour of whey protein stabilized emulsions in the presence of gum arabic. *Journal of Food Engineering*. 2002, 52(3), 273–277.
522. Nickerson, M., Yan, C., Cloutier, S., Zhang, W. Protection and Masking of Omega-3 and -6 Oils via Microencapsulation. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, Niraj Vasisht, Atul Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014, 485–500.

523. Fioramonti, S.A., Arzeni, C., Pilosof, A.M.R.R., Rubiolo, A.C., Santiago, L.G. Influence of freezing temperature and maltodextrin concentration on stability of linseed oil-in-water multilayer emulsions. *Journal of Food Engineering*. 2015, 156, 31–38.
524. Jafari, S.M., Beheshti, P., Assadpour, E. Emulsification properties of a novel hydrocolloid (Angum gum) for d-limonene droplets compared with Arabic gum. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2013, 61, 182–188.
525. Kinnarinen, T., Tuunila, R., Huhtanen, M., Häkkinen, A., Kejik, P., Sverak, T. Wet grinding of CaCO<sub>3</sub> with a stirred media mill: Influence of obtained particle size distributions on pressure filtration properties. *Powder Technology*. 2015, 273, 54–61.
526. Tan, C., Nakajima, M.  $\beta$ -Carotene nanodispersions: preparation, characterization and stability evaluation. *Food Chemistry*. 2005, 92(4), 661–671.
527. Contri, R. V., Ribeiro, K.L.F., Fiel, L.A., Pohlmann, A.R., Guterres, S.S. Vegetable oils as core of cationic polymeric nanocapsules: influence on the physicochemical properties. *Journal of Experimental Nanoscience*. 2013, 8(7–8), 913–924.
528. Carvalho, A.G.S., Silva, V.M., Hubinger, M.D. Microencapsulation by spray drying of emulsified green coffee oil with two-layered membranes. *Food Research International*. 2014, 61, 236–245.
529. Premi, M., Sharma, H.K. Effect of different combinations of maltodextrin, gum arabic and whey protein concentrate on the encapsulation behavior and oxidative stability of spray dried drumstick (*Moringa oleifera*) oil. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2017, 105, 1232–1240.
530. Zungur, A., Koç, M., Kaymak-Ertekin, F. Physical properties of olive oil in water model emulsion: Effect of aqueous and oil phase concentration and homogenization Types. *Akademik Gıda*. 2015, 13(1), 22–34.
531. Jafari, S.M., He, Y., Bhandari, B. Optimization of nano-emulsions production by microfluidization. *European Food Research and Technology*. 2007, 225(5–6), 733–741.
532. Tonon, R. V., Pedro, R.B., Grosso, C.R.F., Hubinger, M.D. Microencapsulation of flaxseed oil by spray drying: Effect of oil load and type of wall material. *Drying Technology*. 2012, 30(13), 1491–1501.
533. Koç, M., Güngör, Ö., Zungur, A., Yalçın, B., Selek, İ., Ertekin, F.K., *et al.* Microencapsulation of Extra Virgin Olive Oil by Spray Drying: Effect of Wall Materials Composition, Process Conditions, and Emulsification Method. *Food and Bioprocess Technology*. 2015, 8(2), 301–318.
534. Furuta, T., Soottitantawat, A., Neoh, T., Yoshii, H. Effect of Microencapsulation on Food Flavors and Their Releases. In: *Physicochemical Aspects of Food Engineering and Processing*. Ed.: Devahastin S, Boca Raton, FL, CRC Press, 2011, 3–40.

535. Vasisht, N. Selection of Materials for Microencapsulation. In: *Microencapsulation in the Food Industry - A Practical Implementation Guide*. Ed.: Gaonkar Anilkumar G, Niraj Vasisht, Atul Khare, Robert Sobel, San Diego, CA, USA, Academic Press, 2014,173–180.
536. Ogrodowska, D., Tańska, M., Brandt, W. The Influence of Drying Process Conditions on the Physical Properties, Bioactive Compounds and Stability of Encapsulated Pumpkin Seed Oil. *Food and Bioprocess Technology*. 2017, 10(7), 1265–1280.
537. Araya-Farias, M., Ratti, C. Dehydration of Foods: General Concepts. In: *Advances in Food Dehydration*. Ed.: Ratti Cristina, Boca Raton, FL, CRC Press, 2009,1–36.
538. Bhandari, B.R., Patel, K.C., Chen, X.D. Spray drying of food materials – process and product characteristics. In: *Drying Technologies in Food Processing*. Ed.: Chen Xiao Dong, Arun S Mujumdar, Singapore, Blackwell Publishing Ltd, 2008,113–159.
539. Domian, E., Brynda-Kopytowska, A., Cenkier, J., Świrydow, E. Selected properties of microencapsulated oil powders with commercial preparations of maize OSA starch and trehalose. *Journal of Food Engineering*. 2015, 152, 72–84.
540. Goula, A.M., Adamopoulos, K.G. A method for pomegranate seed application in food industries: Seed oil encapsulation. *Food and Bioproducts Processing*. 2012, 90(4), 639–652.
541. Kim, Y.D., Morr, C. V. Microencapsulation Properties of Gum Arabic and Several Food Proteins: Spray-Dried Orange Oil Emulsion Particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 1996, 44(5), 1314–1320.
542. Tatar, F. Balık (*Engraulis encrasicolus* L.) yağının mikrokapsülasyonunda hemiselülozun kaplayıcı madde olarak kullanımı. Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Samsun, Türkiye, 2012,.
543. Onwulata, C.I., Konstance, R.P., Holsinger, V.H. Flow properties of encapsulated milkfat powders as affected by flow agent. *Journal of Food Science*. 1996, 61(6), 1211–1215.
544. Holgado, F., Márquez-Ruiz, G., Dobarganes, C., Velasco, J. Influence of homogenisation conditions and drying method on physicochemical properties of dehydrated emulsions containing different solid components. *International Journal of Food Science and Technology*. 2013, 48(7), 1498–1508. DOI:
545. Domian, E., Brynda-Kopytowska, A., Marzec, A. Functional Properties and Oxidative Stability of Flaxseed Oil Microencapsulated by Spray Drying Using Legume Proteins in Combination with Soluble Fiber or Trehalose. *Food and Bioprocess Technology*. 2017, 10(7), 1374–1386.
546. Barbosa-Cánovas, G. V., Juliano, P. Physical and Chemical Properties of Food Powders. In: *Encapsulated and Powdered Foods*. Ed.: Onwulata Charles, Boca Raton, FL, CRC Press, 2005,39–71.

547. Peleg, M. Flowability of food powders and methods for its evaluation: A review. *Journal of Food Process Engineering*. 1977, 1(4), 303–328.
548. Fitzpatrick, J. Food Powder Flowability. In: *Encapsulated and Powdered Foods*. Ed.: Onwulata CI, Boca Raton, FL, CRC Press, 2005, 247–260.
549. Fitzpatrick, J., Barringer, S., Iqbal, T. Flow property measurement of food powders and sensitivity of Jenike's hopper design methodology to the measured values. *Journal of Food Engineering*. 2004, 61(3), 399–405.
550. Kim, E.H.J., Xiao, D.C., Pearce, D. Effect of surface composition on the flowability of industrial spray-dried dairy powders. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2005, 46(3), 182–187.
551. Konstance, R.P., Onwulata, C.I., Holsinger, V.H. Flow Properties of Spray-Dried Encapsulated Butteroil. *Journal of Food Science*. 1995, 60(4), 841–844.
552. Turchiuli, C., Fuchs, M., Bohin, M., Cuvelier, M.E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.N., *et al.* Oil encapsulation by spray drying and fluidised bed agglomeration. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 2005, 6(1), 29–35.
553. Annamalai, J., Dushyant C, K., Gudipati, V. Oxidative Stability of Microencapsulated Fish Oil during Refrigerated Storage. *Journal of Food Processing and Preservation*. 2015, 39(6), 1944–1955.
554. Drusch, S. Sugar beet pectin: A novel emulsifying wall component for microencapsulation of lipophilic food ingredients by spray-drying. *Food Hydrocolloids*. 2007, 21(7), 1223–1228.
555. Ortega-Rivas, E. Handling and Processing of Food Powders and Particulates. In: *Encapsulated and Powdered Foods*. Ed.: Onwulata CI, Boca Raton, FL, CRC Press, 2005, 75–144.
556. Fäldt, P., Bergenståhl, B. Spray-dried whey protein/lactose/soybean oil emulsions. 2. Redispersability, wettability and particle structure. *Food Hydrocolloids*. 1996, 10(4), 431–439.
557. Botrel, D.A., Borges, S.V., Fernandes, R.V.D.B., Lourenço Do Carmo, E. Optimization of fish oil spray drying using a protein:inulin system. *Drying Technology*. 2014, 32(3), 279–290.
558. Porras-Saavedra, J., Palacios-González, E., Lartundo-Rojas, L., Garibay-Febles, V., Yáñez-Fernández, J., Hernández-Sánchez, H., *et al.* Microstructural properties and distribution of components in microparticles obtained by spray-drying. *Journal of Food Engineering*. 2015, 152, 105–112.
559. Sahin-Nadeem, H., Özen, M.A. Physical properties and fatty acid composition of pomegranate seed oil microcapsules prepared by using starch derivatives/whey protein blends. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2014, 116(7), 847–856.
560. Bajaj, P.R., Tang, J., Sablani, S.S. Pea Protein Isolates: Novel Wall Materials for Microencapsulating Flaxseed Oil. *Food and Bioprocess Technology*. 2015,

8(12), 2418–2428.

561. Kha, T.C., Nguyen, M.H., Roach, P.D., Stathopoulos, C.E. Microencapsulation of gac oil by spray drying: Optimization of wall material concentration and oil load using response surface methodology. *Drying Technology*. 2014, 32(4), 385–397.
562. Younis, Y.M., Ghirmay, S., Al-Shihry, S.. African *Cucurbita pepo* L.: properties of seed and variability in fatty acid composition of seed oil. *Phytochemistry*. 2000, 54(1), 71–75.
563. Kim, M.Y., Kim, E.J., Kim, Y.N., Choi, C., Lee, B.H. Comparison of the chemical compositions and nutritive values of various pumpkin (*Cucurbitaceae*) species and parts. *Nutrition Research and Practice*. 2012, 6(1), 21–27.
564. Srbinoska, M., Hrabovski, N., Rafajlovska, V., Sinadinović-Fišer, S. Characterization of the seed and seed extracts of the pumpkins *Cucurbita maxima* D. and *Cucurbita pepo* L. from Macedonia. *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*. 2012, 31(1), 65–78.
565. Nawirska-Olszańska, A., Kita, A., Biesiada, A., Sokół-Łętowska, A., Kucharska, A.Z. Characteristics of antioxidant activity and composition of pumpkin seed oils in 12 cultivars. *Food Chemistry*. 2013, 139, 155–161.
566. Bardaa, S., Ben Halima, N., Aloui, F., Ben Mansour, R., Jabeur, H., Bouaziz, M., *et al.* Oil from pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) seeds: Evaluation of its functional properties on wound healing in rats. *Lipids in Health and Disease*. 2016, 15(1), 1–12.
567. Kulaitienė, J., Černiauskienė, J., Jarienė, E., Danilčenko, H., Levickienė, D. Antioxidant Activity and other Quality Parameters of Cold Pressing Pumpkin Seed Oil. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*. 2018, 46(1), 161–166.
568. Barroso, A.K.M., Pierucci, A.P.T.R., Freitas, S.P., Torres, A.G., Rocha-Leão, M.H.M. Da. Oxidative stability and sensory evaluation of microencapsulated flaxseed oil. *Journal of Microencapsulation*. 2014, 31(2), 193–201.
569. Sun-Waterhouse, D., Zhou, J., Miskelly, G.M., Wibisono, R., Wadhwa, S.S. Stability of encapsulated olive oil in the presence of caffeic acid. *Food Chemistry*. 2011, 126(3), 1049–1056.
570. Belitz, H.D., Grosch, W., Schieberle, P. *Food Chemistry (4th revised and extended edition)*. Berlin, Heidelberg, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009.
571. Walker, T.H., Drapcho, C.M., Chen, F. Bioprocessing Technology for Production of Nutraceutical Compounds. In: *Functional Food Ingredients and Nutraceuticals Processing Technologies*. Ed.: Shi John, Boca Raton, FL, CRC Press, 2007, 211–236.
572. Jeznach, M., Danilčenko, H., Jariene, E., Kulaitiene, J., Černiauskiene, J. Accumulation of antioxidative vitamins and minerals in seeds of oil pumpkin (*Cucurbita pepo* L. var. *styriaca*) cultivars. *Journal of Food, Agriculture and*

Environment. 2012, 10(1), 245–247.

573. Rezig, L., Chouaibi, M., Msaada, K., Hamdi, S. Chemical composition and profile characterisation of pumpkin (*Cucurbita maxima*) seed oil. *Industrial Crops and Products*. 2012, 37(1), 82–87.
574. Broznić, D., Čanadi Jurešić, G., Milin, Č. Involvement of  $\alpha$ -,  $\gamma$ -, and  $\delta$ -Tocopherol Isomers in the Biphaseic DPPH $\cdot$  Disappearance Kinetics of Pumpkin (*Cucurbita pepo* L.) Seed Oil or Oil Mixtures. *Food Technology and Biotechnology*. 2016, 54(2), 200–210.
575. Tsaknis, J., Lalas, S., Lazos, E.S. Characterization of crude and purified pumpkin seed oil. *Grasas y Aceites*. 1997, 48(5), 267–272.
576. Butinar, B., Bučar-Miklavčič, M., Mariani, C., Raspor, P. New vitamin E isomers (gamma-tocomonoenol and alpha-tocomonoenol) in seeds, roasted seeds and roasted seed oil from the Slovenian pumpkin variety 'Slovenska golica'. *Food Chemistry*. 2011, 128(2), 505–512.
577. Farias, M.C., Moura, M.L., Andrade, L., Leão, M.H.M.R. Encapsulation of the alpha-tocopherol in a glassy food model matrix. *Materials Research*. 2007, 10(1), 57–62.
578. Calvo, P., Lozano, M., Espinosa-Mansilla, A., González-Gómez, D. In-vitro evaluation of the availability of  $\omega$ -3 and  $\omega$ -6 fatty acids and tocopherols from microencapsulated walnut oil. *Food Research International*. 2012, 48(1), 316–321.
579. Shahidi, F., Naczk, M. *Phenolics in food and nutraceuticals*. Boca Raton, FL, CRC Press, 2004.
580. Murkovic, M. Phenolic Compounds. In: *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition*. Ed.: Callabero Benjamin, Luiz C Trugo, Paul M Finglas, Amsterdam, Netherlands, Academic Press, 2003, 4507–4514.
581. Andjelkovic, M., Van Camp, J., Trawka, A., Verhé, R. Phenolic compounds and some quality parameters of pumpkin seed oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2010, 112(2), 208–217.
582. Chew, S.C., Nyam, K.L. Oxidative Stability of Microencapsulated Kenaf Seed Oil Using Co-extrusion Technology. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2016, 93(4), 607–615.
583. Mohammed, N.K., Meor Hussin, A.S., Tan, C.P., Abdul Manap, M.Y., Alhelli, A.M. Quality changes of microencapsulated *Nigella sativa* oil upon accelerated storage. *International Journal of Food Properties*. 2017, 20(3), S2395–S2408.
584. Zungur, A., Koç, M., Yalçın, B., Kaymak-Ertekin, F., Ötleş, S. Storage stability of microencapsulated extra virgin olive oil powder. In: *9th Baltic Conference on Food Science and Technology 'Food for Consumer Well-Being'*. Ed.:, 2014, 257–261.
585. Cetin Babaoglu, H., Bayrak, A., Ozdemir, N., Ozgun, N. Encapsulation of clove essential oil in hydroxypropyl beta-cyclodextrin for characterization, controlled

- release, and antioxidant activity. In: *Journal of Food Processing and Preservation*. Ed.:, 2017,1–8.
586. Klinkesorn, U., Sophanodora, P., Chinachoti, P., Decker, E.A., McClements, D.J. Characterization of spray-dried tuna oil emulsified in two-layered interfacial membranes prepared using electrostatic layer-by-layer deposition. *Food Research International*. 2006, 39(4), 449–457.
  587. Bell, L.N., Bell, H.M., Glass, T.E. Water mobility in glassy and rubbery solids as determined by oxygen-17 nuclear magnetic resonance: Impact on chemical stability. *LWT - Food Science and Technology*. 2002, 35(2), 108–113.
  588. Bell, L.N. Moisture Effects on Food's Chemical Stability. In: *Water Activity in Foods - Fundamentals and Applications*. Ed.: Barbosa-Cánovas Gustavo V., Anthony J Jr Fontana, Shelly J Schmidt, TP Labuza, Oxford, UK, Blackwell Publishing Ltd, 2007,173–198.
  589. Koç, M., Met, A., Sakin, M., Kaymak-Ertekin, F. Balık yağının dondurarak kurutma yöntemiyle mikroenkapsüle edilmesi. In: *Türkiye 10. Gıda Kongresi*. Ed.:, Erzurum, 2008,643–646.
  590. Yu, H., Zheng, Y., Li, Y. Water Adsorption Isotherms and Storage Stability of Freeze-Dried Bovine Colostrum Powder. *International Journal of Food Properties*. 2013, 16(8), 1764–1775.
  591. Rahman, M.S., Labuza, T.P. Water Activity and Food Preservation. In: *Hanbook of Food Preservation*. 2nd ed. Ed.: Rahman Mohammad Shafiur, Boca Raton, FL, CRC Press, 2007,447–476.
  592. Chou, H.E., Acott, K.M., Labuza, T.P. Sorption hysteresis and chemical reactivity: Lipid oxidation. *Journal of Food Science*. 1973, 38(2), 316–319.
  593. Poulsen, K.P., Lindeløv, F. Acceleration of Chemical Reactions due to Freezing. In: *Water Activity: Influences on Food Quality*. Ed.: Rockland Louis B, George F Stewart, New York, NY, Academic Press, 1981,651–678.
  594. Taoukis, P.S., Richardson, M. Principles of Intermediate-Moisture Foods and Related Technology. In: *Water Activity in Foods - Fundamentals and Applications*. Ed.: Barbosa-Cánovas Gustavo V., Anthony J Jr Fontana, Shelly J Schmidt, TP Labuza, Oxford, UK, Blackwell Publishing Ltd, 2007,273–312.
  595. Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M.K., Tomar, S.K., Arora, S., Sabikhi, L., *et al.* Development and physico-chemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. *Powder Technology*. 2015, 286, 527–537.
  596. Dirim, S.N., Talih, M. Kurutma yardımcı maddelerinin dondurarak kurutulmuş taflan tozlarının özellikleri üzerine etkisi. *Gıda*. 2018, 43, 461–475. DOI: 10.15237/gida.GD17109.
  597. Schiraldi, A., Piazza, L., Riva, M. Bread staling: A calorimetric approach. *Cereal Chemistry*. 1996, 73(1), 32–39.
  598. Ahn, J.H., Kim, Y.P., Seo, E.M., Choi, Y.K., Kim, H.S. Antioxidant effect of

- natural plant extracts on the microencapsulated high oleic sunflower oil. *Journal of Food Engineering*. 2008, 84(2), 327–334.
599. Başığit, B., Çam, M. Püskürtmeli Kurutucu ile Nane (*Mentha piperita* ve *Mentha spicata*) Esansiyel Yağı Mikroenkapsülasyonu. *Harran Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi*. 2017, 21(1), 24–34.
  600. Appelqvist, I.A.M., Golding, M., Vreeker, R., Zuidam, N.J. Emulsions as delivery systems in foods. In: *Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems*. 2nd ed. Ed.: Lakkis Jamileh M, West Sussex, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2016, 129–172.
  601. McClements, D.J., Decker, E.A. Lipid Oxidation in Oil-in-Water Emulsions: Impact of Molecular Environment on Chemical Reactions in Heterogeneous Food Systems. *Journal of Food Science*. 2000, 65(8), 1270–1282.
  602. Maloney, J.F., Labuza, T.P., Wallace, D.H., Karel, M. Autoxidation of Methyl Linoleate in Freeze-Dried Model Systems. I. Effect of Water on the Autocatalyzed Oxidation. *Journal of Food Science*. 1966, 31(6), 878–884.
  603. Escalona-García, L.A., Pedroza-Islas, R., Natividad, R., Rodríguez-Huezo, M.E., Carrillo-Navas, H., Pérez-Alonso, C. Oxidation kinetics and thermodynamic analysis of chia oil microencapsulated in a whey protein concentrate-polysaccharide matrix. *Journal of Food Engineering*. 2016, 175, 93–103.
  604. Serfert, Y., Drusch, S., Schwarz, K. Chemical stabilisation of oils rich in long-chain polyunsaturated fatty acids during homogenisation, microencapsulation and storage. *Food Chemistry*. 2009, 113(4), 1106–1112.
  605. Let, M.B., Jacobsen, C., Sørensen, A.D.M., Meyer, A.S. Homogenization conditions affect the oxidative stability of fish oil enriched milk emulsions: Lipid oxidation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2007, 55(5), 1773–1780.
  606. Baik, M.Y., Suhendro, E.L., Nawar, W.W., McClements, D.J., Decker, E. a., Chinachoti, P. Effects of antioxidants and humidity on the oxidative stability of microencapsulated fish oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2004, 81(4), 355–360.
  607. Le, T.H., Tran, T.M.V., Ton, N.M.N., Tran, T.T.T., Huynh, T. V., Nguyen, T.N., *et al.* Combination of whey protein and carbohydrate for microencapsulation of pumpkin (*Cucurbita* spp.) seed oil by spray-drying. *International Food Research Journal*. 2017, 24(3), 1227–1232.
  608. Zhou, D., Pan, Y., Ye, J., Jia, J., Ma, J., Ge, F. Preparation of walnut oil microcapsules employing soybean protein isolate and maltodextrin with enhanced oxidation stability of walnut oil. *LWT - Food Science and Technology*. 2017, 83, 292–297.
  609. Ahn, J.H., Kim, Y.P., Lee, Y.M., Seo, E.M., Lee, K.W., Kim, H.S. Optimization of microencapsulation of seed oil by response surface methodology. *Food Chemistry*. 2008, 107(1), 98–105.

610. Drusch, S., Serfert, Y., Van Den Heuvel, A., Schwarz, K. Physicochemical characterization and oxidative stability of fish oil encapsulated in an amorphous matrix containing trehalose. *Food Research International*. 2006, 39(7), 807–815.
611. Türk Gıda Kodeksi. *Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği*. Ankara, Türkiye, 2012,.
612. Shahidi, F., Wanasundara, U.N. Methods for Measuring Oxidative Rancidity in Fats and Oils. In: *Food Lipids - Chemistry, Nutrition, and Biotechnology*. 3rd ed. Ed.: Akoh Casimir C, David B Min, Boca Raton, FL, CRC Press, 2008, 387–407.
613. Pokorny, J., Schmidt, S., Parkányiová, J. Ultraviolet-Visible Spectrophotometry in the Analysis of Lipid Oxidation. In: *Analysis of Lipid Oxidation*. Ed.: Kamal-Eldin Afaf, Jan Pokorny, Champaign, Illinois, AOCS Publishing, 2005, 17–39.
614. Semb, T.N. Analytical Methods for Determination of the Oxidative Status in Oils. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norveç, 2012.
615. White, P. Conjugated Diene, Anisidine Value, and Carbonyl Value Analyses. In: *Methods to Access Quality and Stability of Oils and Fat-Containing Foods*. Ed.: Warner Kathleen, NA Michael Eskin, Champaign, Illinois, AOCS Press, 1995, 159–178.
616. Gunstone, F.D. *Oils and Fats in the Food Industry*. West Sussex, UK, John Wiley & Sons, Ltd, 2008.
617. Codex Alimentarius Commission. *Draft Standard for Fish Oils*. 2017.
618. Hogan, S.A., O’Riordan, E.D., O’Sullivan, M. Microencapsulation and oxidative stability of spray-dried fish oil emulsions. *Journal of Microencapsulation*. 2003, 20(5), 675–688.
619. Waterhouse, G.I.N., Wang, W., Sun-Waterhouse, D. Stability of canola oil encapsulated by co-extrusion technology: Effect of quercetin addition to alginate shell or oil core. *Food Chemistry*. 2014, 142, 27–38.
620. Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M.K., Arora, S., Singh, A.K., Sabikhi, L. Effect of microencapsulation and spray drying on oxidative stability of flaxseed oil and its release behavior under simulated gastrointestinal conditions. *Drying Technology*. 2016, 34(7), 810–821..
621. Drusch, S., Berg, S. Extractable oil in microcapsules prepared by spray-drying: Localisation, determination and impact on oxidative stability. *Food Chemistry*. 2008, 109(1), 17–24.
622. Holm, U. Abstracts. In: *International Society for Fat Research Congress*. Ed.:, Goteborg, İsveç, 1972,.
623. Tontul, İ. Keten Tohumu Yağının Püskürterek Kurutmayla Mikroenkapsülasyonu Üzerine Farklı Taşıyıcı Madde ve Emülsiyon Uygulamalarının Etkilerinin Araştırılması. Akdeniz Üniversitesi, Antalya, Türkiye, 2011,.

624. Velasco, J., Dobarganes, C., Márquez-Ruiz, G. Variables affecting lipid oxidation in dried microencapsulated oils. *Grasas y Aceites*. 2003, 54(3), 304–314.
625. Lazić, Ž.R. *Design of Experiments in Chemical Engineering*. Weinheim, FRG, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004.
626. Montgomery, D.C. *Design and Analysis of Experiments*. 8th ed. Hoboken, NJ, USA, John Wiley & Sons, Inc., 2013.
627. Chopra, S., Motwani, S.K., Iqbal, Z., Talegaonkar, S., Ahmad, F.J., Khar, R.K. Optimisation of polyherbal gels for vaginal drug delivery by Box-Behnken statistical design. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*. 2007, 67(1), 120–131.
628. Young, S.L., Sarda, X., Rosenberg, M. Microencapsulating Properties of Whey Proteins. 1. Microencapsulation of Anhydrous Milk Fat. *Journal of Dairy Science*. 1993, 76(10), 2868–2877.
629. Ghosh, S., Cramp, G.L., Coupland, J.N. Effect of aqueous composition on the freeze-thaw stability of emulsions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2006, 272(1–2), 82–88.
630. O'Regan, J., Mulvihill, D.M. Heat stability and freeze–thaw stability of oil-in-water emulsions stabilised by sodium caseinate–maltodextrin conjugates. *Food Chemistry*. 2010, 119(1), 182–190.
631. Lazić, Ž.R. *Design of Experiments in Chemical Engineering*. Weinheim, FRG, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004.

## EKLER

### EK.A. Korelasyon tabloları

**Tablo EK A.1** Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve fiziksel özellikleri arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve *p* değerleri

|               | PAS                | MD                 | GA                 | E. V.              | d3,2               | d4,3               | Dv90               | Dv10               | Dv50               | Span               | Yiğn. yağ.         | Sıkıştırılmış Yoğunluk | Carr's İndeks      | Hausner Oranı      | Çözünür.           | İslanabi.          | Yüzey yağı         |
|---------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| PAS           | 1.000              | -0.78522<br><0.001 | -0.74188<br><0.001 | -0.29430<br>0.0815 | -0.26232<br>0.1222 | 0.51359<br>0.0014  | 0.23111<br>0.1750  | -0.11021<br>0.5223 | -0.07687<br>0.6559 | 0.25042<br>0.1407  | -0.34756<br>0.0378 | -0.29958<br>0.0759     | 0.22701<br>0.1830  | 0.20199<br>0.2374  | -0.98890<br><0.001 | 0.96591<br><0.001  | 0.27530<br>0.1041  |
| MD            | -0.78522<br><0.001 | 1.000              | 0.16733<br>0.3293  | 0.25080<br>0.1401  | 0.12493<br>0.4678  | -0.58569<br>0.0002 | -0.37645<br>0.0236 | 0.21643<br>0.2049  | 0.10208<br>0.5536  | -0.27663<br>0.1024 | 0.34508<br>0.0393  | 0.29231<br>0.0836      | -0.20206<br>0.2373 | -0.19266<br>0.2603 | 0.75881<br><0.001  | -0.73398<br><0.001 | -0.20933<br>0.2205 |
| GA            | -0.74188<br><0.001 | 0.16733<br>0.3293  | 1.000              | 0.19700<br>0.2495  | 0.28246<br>0.0951  | -0.18350<br>0.2840 | 0.03966<br>0.8184  | -0.05887<br>0.7331 | 0.01188<br>0.9452  | -0.09918<br>0.5649 | 0.17968<br>0.2944  | 0.16044<br>0.3499      | -0.14261<br>0.4067 | -0.11296<br>0.5119 | 0.75280<br><0.001  | -0.74311<br><0.001 | -0.21166<br>0.2153 |
| E. V.         | -0.29430<br>0.0815 | 0.25080<br>0.1401  | 0.19700<br>0.2495  | 1.000              | 0.06493<br>0.7068  | -0.32861<br>0.0504 | -0.21694<br>0.2038 | 0.12204<br>0.4783  | 0.04275<br>0.8045  | -0.16073<br>0.3490 | 0.27163<br>0.1090  | 0.28548<br>0.0915      | -0.08310<br>0.6299 | -0.03313<br>0.8479 | 0.19510<br>0.2542  | -0.40298<br>0.0148 | -0.94946<br><0.001 |
| d3,2          | -0.26232<br>0.1222 | 0.12493<br>0.4678  | 0.28246<br>0.0951  | 0.06493<br>0.7068  | 1.000              | -0.2009<br>0.2401  | -0.15087<br>0.3798 | 0.33421<br>0.0464  | 0.60634<br><0.001  | -0.45053<br>0.0058 | 0.23455<br>0.1685  | 0.13583<br>0.4296      | -0.19871<br>0.2453 | -0.19912<br>0.2443 | 0.24465<br>0.1504  | -0.29773<br>0.0778 | -0.08109<br>0.6382 |
| d4,3          | 0.51359<br>0.0014  | -0.58569<br>0.0002 | -0.37645<br>0.0236 | -0.32861<br>0.0504 | 0.06493<br>0.7068  | 1.000              | 0.82170<br><0.001  | -0.02850<br>0.8690 | -0.08140<br>0.6370 | 0.37745<br>0.0232  | -0.54865<br>0.0005 | -0.42213<br>0.0103     | 0.35733<br>0.0324  | 0.34552<br>0.0390  | -0.50940<br>0.0390 | 0.45198<br>0.0057  | 0.31590<br>0.0605  |
| Dv90          | 0.23111<br>0.1750  | -0.37645<br>0.0236 | 0.03966<br>0.8184  | -0.21694<br>0.2038 | -0.15087<br>0.3798 | 0.82170<br><0.001  | 1.000              | -0.05399<br>0.7545 | -0.22755<br>0.1820 | 0.60999<br><0.001  | -0.55652<br>0.0004 | -0.27647<br>0.1026     | 0.47672<br>0.0033  | 0.48446<br>0.0028  | -0.22520<br>0.1867 | 0.20370<br>0.2334  | 0.19265<br>0.2603  |
| Dv10          | -0.11021<br>0.5223 | 0.21643<br>0.2049  | -0.05887<br>0.7331 | 0.12204<br>0.4783  | 0.33421<br>0.0464  | -0.02850<br>0.8690 | -0.05399<br>0.7545 | 1.000              | 0.66259<br><0.001  | -0.31067<br>0.0652 | 0.01729<br>0.9203  | 0.11857<br>0.4910      | 0.09001<br>0.6016  | 0.08814<br>0.6092  | 0.07489<br>0.6642  | -0.16834<br>0.3264 | -0.16714<br>0.3299 |
| Dv50          | -0.07687<br>0.6559 | 0.10208<br>0.5536  | 0.01188<br>0.9452  | 0.04275<br>0.8045  | 0.60634<br><0.001  | -0.08140<br>0.6370 | -0.22755<br>0.1820 | 0.66259<br><0.001  | 1.000              | -0.79394<br><0.001 | 0.16173<br>0.3460  | -0.00076<br>0.9965     | -0.21946<br>0.1984 | -0.22678<br>0.1835 | 0.05076<br>0.7688  | -0.11226<br>0.5145 | -0.04041<br>0.8150 |
| Span          | 0.25042<br>0.1407  | -0.27663<br>0.1024 | -0.09918<br>0.5649 | -0.16073<br>0.3490 | -0.45053<br>0.0058 | 0.23455<br>0.1685  | 0.60999<br><0.001  | -0.31067<br>0.0652 | -0.79394<br><0.001 | 1.000              | -0.37831<br>0.0229 | -0.05309<br>0.7584     | 0.45093<br>0.0058  | 0.45520<br>0.0053  | -0.22587<br>0.1853 | 0.25773<br>0.1291  | 0.11192<br>0.5158  |
| Y.Y. Yağı.    | -0.34756<br>0.0378 | 0.34508<br>0.0393  | 0.17968<br>0.2944  | 0.27163<br>0.1090  | 0.23455<br>0.1685  | -0.54865<br>0.0005 | -0.55652<br>0.0004 | 0.01729<br>0.9203  | 0.16173<br>0.3460  | -0.37831<br>0.0229 | 1.000              | 0.68436<br><0.001      | -0.73222<br><0.001 | -0.67731<br><0.001 | 0.32737<br>0.0513  | -0.30424<br>0.0712 | -0.27740<br>0.1014 |
| Sık. Y.       | -0.29958<br>0.0759 | 0.29231<br>0.0836  | 0.16044<br>0.3499  | 0.28548<br>0.0915  | 0.13583<br>0.4296  | -0.42213<br>0.0103 | -0.27647<br>0.1026 | 0.11857<br>0.4910  | -0.00076<br>0.9965 | -0.05309<br>0.7584 | 0.68436<br><0.001  | 1.000                  | -0.02213<br>0.8980 | 0.05252<br>0.7610  | 0.29577<br>0.0799  | -0.29471<br>0.0810 | -0.33742<br>0.0442 |
| Carr's İ.     | 0.22701<br>0.1830  | -0.20206<br>0.2373 | -0.14261<br>0.4067 | -0.08310<br>0.6299 | -0.19871<br>0.2453 | 0.35733<br>0.0324  | 0.47672<br>0.0033  | 0.09001<br>0.6016  | -0.21946<br>0.1984 | 0.45093<br>0.0058  | -0.73222<br><0.001 | -0.02213<br>0.8980     | 1.000              | 0.99148<br><0.001  | -0.20706<br>0.2256 | 0.16413<br>0.3388  | 0.03758<br>0.8277  |
| Hausner Oranı | 0.20199<br>0.2374  | -0.19266<br>0.2603 | -0.11296<br>0.5119 | -0.03313<br>0.8479 | -0.19912<br>0.2443 | 0.34552<br>0.0390  | 0.48446<br>0.0028  | 0.08814<br>0.6092  | -0.22678<br>0.1835 | 0.45520<br>0.0053  | -0.67731<br><0.001 | 0.05252<br>0.7610      | 0.99148<br><0.001  | 1.000              | -0.18700<br>0.2748 | 0.13514<br>0.4320  | -0.00893<br>0.9588 |
| Çözün.        | -0.98890<br><0.001 | 0.75881<br><0.001  | 0.75280<br><0.001  | 0.19510<br>0.2542  | 0.24465<br>0.1504  | -0.50940<br>0.0015 | -0.22520<br>0.1867 | 0.07489<br>0.6642  | 0.05076<br>0.7688  | -0.22587<br>0.1853 | 0.32737<br>0.0513  | 0.29577<br>0.0799      | -0.20706<br>0.2256 | -0.18700<br>0.2748 | 1.000              | -0.93489<br><0.001 | -0.17566<br>0.3055 |
| İslanabi.     | 0.96591<br><0.001  | -0.73398<br><0.001 | -0.74311<br><0.001 | -0.40298<br>0.0148 | -0.29773<br>0.0778 | 0.45198<br>0.0057  | 0.20370<br>0.2334  | -0.16834<br>0.3264 | -0.11226<br>0.5145 | 0.25773<br>0.1291  | -0.30424<br>0.0712 | -0.29471<br>0.0810     | 0.16413<br>0.3388  | 0.13514<br>0.4320  | -0.93489<br><0.001 | 1.000              | 0.41179<br>0.0126  |
| Yüzey yağı    | 0.27530<br>0.1041  | -0.20933<br>0.2205 | -0.21166<br>0.2153 | -0.94946<br><0.001 | -0.08109<br>0.6382 | 0.31590<br>0.0605  | 0.19265<br>0.2603  | -0.16714<br>0.3299 | -0.04041<br>0.8150 | 0.11192<br>0.5158  | -0.27740<br>0.1014 | -0.33742<br>0.0442     | 0.03758<br>0.8277  | -0.00893<br>0.9588 | -0.17566<br>0.3055 | 0.41179<br>0.0126  | 1.000              |

**Tablo EK A.2** Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, toplam karbonhidratlı duvar materyalleri miktarları ile her bir yağ asidinin oransal miktarı arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve *p* değerleri

|                            | PAS                | MD                 | GA                 | Toplam karbonhidrat (MD+GA) |
|----------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-----------------------------|
| Kaproik asit (C6:0)        | -0.31570<br>0.0607 | -0.11206<br>0.5153 | 0.62399<br><.0001  | 0.24966<br>0.1420           |
| Kaprilik asit (C8:0)       | 0.06244<br>0.7175  | -0.08415<br>0.6256 | -0.0832<br>0.9616  | -0.06670<br>0.6991          |
| Kaprik asit (C10:0)        | -.035023<br>0.0363 | -0.08204<br>0.6343 | 0.64646<br><.0001  | 0.30967<br>0.0661           |
| Laurik asit (C12:0)        | -0.35614<br>0.0330 | -0.09809<br>0.5692 | 0.67326<br><.0001  | 0.31205<br>0.0639           |
| Palmitik asit (C16:0)      | -0.29513<br>0.0806 | -0.01213<br>0.9440 | 0.48302<br>0.0028  | 0.25242<br>0.1375           |
| Heptadekanoik asit (C17:0) | -0.45316<br>0.0055 | 0.07059<br>0.6824  | 0.64503<br><.0001  | 0.40198<br>0.0151           |
| Stearik asit (C18:0)       | -0.01603<br>0.9261 | -0.13938<br>0.4175 | 0.17642<br>0.3034  | 0.01128<br>0.9480           |
| Heneikosanoik asit (C21:0) | -0.00366<br>0.9831 | 0.11625<br>0.4996  | -0.12004<br>0.4856 | -0.05793<br>0.7372          |
| Lignoserik asit (C24:0)    | 0.00929<br>0.9571  | -0.14496<br>0.3989 | 0.14219<br>0.4081  | 0.17907<br>0.2960           |
| Miristoleik asit (C14:1)   | -0.03456<br>0.8414 | 0.04769<br>0.7824  | 0.00338<br>0.9844  | -0.26511<br>0.1181          |
| Palmitoleik asit (C16:1)   | -0.25646<br>0.1311 | 0.01777<br>0.9180  | 0.38911<br>0.0190  | 0.43763<br>0.0076           |
| Heptadesenoik asit (C17:1) | 0.00496<br>0.9771  | 0.07567<br>0.6609  | -0.08984<br>0.6023 | -0.30823<br>0.0674          |
| Oleik asit (C18:1)         | -0.00605<br>0.9720 | -0.08335<br>0.6289 | 0.09990<br>0.5621  | 0.30989<br>0.0659           |
| Eikosenoik asit (C20:1)    | 0.01077<br>0.9503  | 0.08454<br>0.6240  | -0.10870<br>0.5280 | -0.31449<br>0.0618          |
| Nervonik asit (C24:1)      | 0.00786<br>0.9637  | 0.07885<br>0.6476  | -0.09790<br>0.5700 | -0.30415<br>0.0713          |
| Linoleik asit (C18:2)      | 0.00550<br>0.9746  | -0.08024<br>0.6418 | 0.07814<br>0.6505  | 0.29844<br>0.0771           |
| Linolenik asit (C18:3)     | 0.01032<br>0.9524  | 0.08561<br>0.6196  | -0.10914<br>0.5263 | -0.31406<br>0.0621          |

**Tablo EK A.3** Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteinini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve toplam doymuş, toplam tekli doymamış, toplam çoklu doymamış yağ asitleri, toplam fenolik madde,  $\alpha$ -tokoferol,  $\gamma$ -tokoferol ve toplam tokoferol miktarları arasındaki ilişkilere ait Pearson korelasyon katsayıları ve  $p$  değerleri

|                            | PAS                | MD                 | GA                 | E. V.              | $\Sigma$ Doymuş<br>y.a. | $\Sigma$ Tekli<br>doymamış<br>y.a. | $\Sigma$ Çoklu<br>doymamış<br>y.a. | $\Sigma$ Fenolik<br>madde | $\alpha$ -tokoferol | $\gamma$ -tokoferol | $\Sigma$ Tokoferol |
|----------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------------------------|------------------------------------|------------------------------------|---------------------------|---------------------|---------------------|--------------------|
| PAS                        | 1.000              | -0.78522<br><.0001 | -0.74188<br><.0001 | 0.29430<br>0.0815  | -0.25984<br>0.1259      | 0.0980<br>0.5696                   | 0.23737<br>0.1633                  | -0.04341<br>0.8015        | -0.08030<br>0.6415  | 0.17305<br>0.3128   | 0.04433<br>0.7974  |
| MD                         | -0.78522<br><.0001 | 1.000              | 0.16733<br>0.3293  | 0.25080<br>0.1401  | -0.08683<br>0.6146      | 0.06418<br>0.7100                  | 0.06876<br>0.6903                  | 0.15284<br>0.3735         | -0.05560<br>0.7474  | -0.24742<br>0.1457  | .014562<br>0.3968  |
| GA                         | -0.74188<br><.0001 | 0.16733<br>0.3293  | 1.000              | 0.19700<br>0.2495  | 0.50772<br>0.0016       | -0.22552<br>0.1860                 | -0.45237<br>0.0056                 | -0.09639<br>0.5760        | 0.18803<br>0.2721   | -0.00760<br>0.9649  | 0.08710<br>0.6135  |
| E. V.                      | -0.29430<br>0.0815 | 0.25080<br>0.1401  | 0.19700<br>0.2495  | 1.000              | 0.38847<br>0.0192       | -0.07979<br>0.6436                 | -0.38449<br>0.0206                 | 0.04694<br>0.7857         | 0.07753<br>0.6531   | -0.13232<br>0.4417  | -0.15715<br>0.3600 |
| $\Sigma$ Doymuş<br>y.a.    | -0.25984<br>0.1259 | -0.08683<br>0.6146 | 0.50772<br>0.0016  | 0.38847<br>0.0192  | 1.000                   | -0.32366<br>0.0542                 | -0.94824<br><.0001                 | -0.2676<br>0.1146         | 0.23927<br>0.1599   | 0.0880<br>0.6098    | 0.20498<br>0.2304  |
| $\Sigma$ Tekli<br>doymamış | 0.0980<br>0.5696   | 0.06418<br>0.7100  | -0.22553<br>0.1860 | -0.07979<br>0.6436 | -0.32366<br>0.0542      | 1.000                              | 0.01009<br>0.9534                  | -0.16490<br>0.3365        | -0.27695<br>0.1020  | -0.14938<br>0.3846  | -0.30738<br>0.0682 |
| $\Sigma$ Çoklu<br>doymamış | 0.23737<br>0.1633  | 0.06876<br>0.6903  | -0.45237<br>0.0056 | -0.38449<br>0.0206 | -0.94824<br><.0001      | 0.01009<br>0.9534                  | 1.000                              | 0.33181<br>0.0480         | -0.17267<br>0.3139  | -0.04159<br>0.8097  | -0.12671<br>0.4615 |
| $\Sigma$ Fenolik<br>madde  | -0.04341<br>0.8015 | -0.09639<br>0.5760 | -0.45237<br>0.0056 | -0.38449<br>0.0206 | -0.94824<br><.0001      | 0.01009<br>0.9534                  | 1.000                              | 1.000                     | -0.12934<br>0.4522  | -0.21483<br>0.2083  | -0.21543<br>0.2070 |
| $\alpha$ -tokoferol        | -0.08030<br>0.6415 | -0.05560<br>0.7474 | 0.18803<br>0.2721  | 0.07753<br>0.6531  | 0.23927<br>0.1599       | -0.27695<br>0.1020                 | -0.17267<br>0.3139                 | -0.12934<br>0.4522        | 1.000               | 0.04518<br>0.7936   | 0.74602<br><.0001  |
| $\gamma$ -tokoferol        | 0.17305<br>0.3128  | -0.24742<br>0.1457 | -0.00760<br>0.9649 | -0.13232<br>0.4417 | 0.0880<br>0.6098        | -0.14938<br>0.3846                 | -0.04159<br>0.8097                 | -0.21483<br>0.2083        | 0.04518<br>0.7936   | 1.000               | 0.21033<br>0.2182  |
| $\Sigma$ Tokoferol         | 0.04433<br>0.7974  | -0.14562<br>0.3968 | 0.08710<br>0.6135  | -0.15715<br>0.3600 | 0.20498<br>0.2304       | -0.30738<br>0.0682                 | -0.12671<br>0.4615                 | -0.21543<br>0.2070        | 0.74602<br><.0001   | 0.21033<br>0.2182   | 1.000              |

**Tablo EK A.4.** Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve yüzey yağlarının depolama indisleri arasındaki ilişkileri ait Pearson korelasyon katsayıları ve *p* değerleri

|                 | PAS                | MD                 | GA                 | E. V.              | Nem                | $a_w$              | Peroksit değeri    | Konjuge dien       | P-anisidin         | Totoks değeri      | Yüzey yağı         |
|-----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| PAS             | 1.000              | -0.78522<br><.0001 | -0.74188<br><.0001 | -0.29362<br>0.0004 | 0.27443<br>0.0009  | 0.22527<br>0.0066  | 0.03185<br>0.7047  | 0.12647<br>0.1309  | 0.00104<br>0.9901  | 0.02982<br>0.7227  | 0.27511<br>0.0008  |
| MD              | -0.78522<br><.0001 | 1.000              | 0.16733<br>0.0450  | 0.24997<br>0.0025  | -0.12925<br>0.1226 | -0.13625<br>0.1035 | -0.02395<br>0.7757 | -0.11500<br>0.1699 | 0.01700<br>0.8398  | -0.02059<br>0.8065 | -0.20933<br>0.0118 |
| GA              | -0.74188<br><.0001 | 0.16733<br>0.0450  | 1.000              | 0.19681<br>0.0181  | -0.29698<br>0.0003 | -0.21114<br>0.0111 | -0.02477<br>0.7682 | -0.07683<br>0.3601 | -0.02005<br>0.8114 | -0.02519<br>0.7644 | -0.21135<br>0.0110 |
| E. V.           | -0.29362<br>0.0004 | 0.24997<br>0.0025  | 0.16733<br>0.0450  | 1.000              | -0.20464<br>0.0139 | -0.07533<br>0.3695 | -0.17098<br>0.0405 | -0.33275<br><.0001 | -0.01694<br>0.8403 | -0.16119<br>0.0536 | -0.94945<br><.0001 |
| Nem             | 0.27443<br>0.0009  | -0.12925<br>0.1226 | -0.29698<br>0.0003 | -0.20464<br>0.0139 | 1.000              | 0.85155<br><.0001  | 0.35571<br><.0001  | 0.28173<br>0.0006  | 0.42080<br><.0001  | 0.37502<br><.0001  | 0.19883<br>0.0169  |
| $a_w$           | 0.22527<br>0.0066  | -0.13625<br>0.1035 | -0.21114<br>0.0111 | -0.07533<br>0.3695 | 0.85155<br><.0001  | 1.000              | 0.29003<br>0.0004  | 0.21990<br>0.0081  | 0.34015<br><.0001  | 0.30554<br>0.0002  | 0.08676<br>0.3011  |
| Peroksit değeri | 0.03185<br>0.7047  | 0.02395<br>0.7757  | -0.02477<br>0.7682 | -0.17098<br>0.0405 | 0.35571<br><.0001  | 0.29003<br>0.0004  | 1.000              | 0.77947<br><.0001  | 0.62149<br><.0001  | 0.99679<br><.0001  | 0.17027<br>0.0413  |
| Konjuge dien    | 0.12647<br>0.1309  | -0.11500<br>0.1699 | -0.07683<br>0.3601 | -0.33275<br><.0001 | 0.28173<br>0.0006  | 0.21990<br>0.0081  | 0.77947<br><.0001  | 1.000              | 0.37146<br><.0001  | 0.76541<br><.0001  | 0.34984<br><.0001  |
| P-anisidin      | 0.00104<br>0.9901  | 0.01700<br>0.8398  | 0.02005<br>0.8114  | -0.02519<br>0.7644 | -0.21135<br>0.0110 | 0.34015<br><.0001  | 0.62149<br><.0001  | 0.37146<br><.0001  | 1.000              | 0.68225<br><.0001  | 0.01763<br>0.8339  |
| Totoks değeri   | 0.02982<br>0.7227  | -0.02059<br>0.8065 | -0.02519<br>0.7644 | -0.16119<br>0.0536 | 0.37502<br><.0001  | 0.30554<br>0.0002  | 0.99679<br><.0001  | 0.76541<br><.0001  | 0.68225<br><.0001  | 1.000              | 0.16062<br>0.0545  |
| Yüzey yağı      | 0.27511<br>0.0008  | -0.20933<br>0.0118 | -0.21135<br>0.0110 | -0.94945<br><.0001 | 0.19883<br>0.0169  | 0.08676<br>0.3011  | 0.17027<br>0.0413  | 0.34984<br><.0001  | 0.01763<br>0.8339  | 0.16062<br>0.0545  | 1.000              |

**Tablo EK A.5.** Mikrokapsüllerin peyniraltı suyu proteini miktarı, maltodekstrin miktarı, gam arabik miktarı, enkapsülasyon verimi (E.V.) ve enkapsüle yağların depolama indisleri arasındaki ilişkilerle ait Pearson korelasyon katsayıları ve *p* değerleri

|                 | PAS                | MD                 | GA                  | E. V.              | Nem                | a <sub>w</sub>     | Peroksit değeri    | Konjuge dien       | P-anisidin         | Totoks değeri      | Yüzey yağı         |
|-----------------|--------------------|--------------------|---------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| PAS             | 1.000              | -0.78522<br><.0001 | -0.741888<br><.0001 | -0.29362<br>0.0004 | 0.27443<br>0.0009  | 0.22527<br>0.0066  | 0.08269<br>0.3245  | 0.14592<br>0.0810  | -0.04292<br>0.6095 | 0.07972<br>0.3422  | 0.27530<br>0.0008  |
| MD              | -0.78522<br><.0001 | 1.000              | 0.16733<br>0.0450   | 0.24997<br>0.0025  | -0.12925<br>0.1226 | -0.13625<br>0.1035 | -0.08485<br>0.3120 | -0.15650<br>0.0610 | -0.02156<br>0.7975 | -0.08368<br>0.3187 | -0.20933<br>0.0118 |
| GA              | -0.74188<br><.0001 | 0.16733<br>0.0450  | 1.000               | 0.19681<br>0.0181  | -0.29698<br>0.0003 | -0.21114<br>0.0111 | -0.03978<br>0.6360 | -0.06286<br>0.4542 | 0.09170<br>0.2743  | -0.03632<br>0.6656 | -0.21166<br>0.0109 |
| E. V.           | -0.29362<br>0.0004 | 0.24997<br>0.0025  | 0.19681<br>0.0181   | 1.000              | -0.20464<br>0.0139 | -0.07533<br>0.3695 | -0.25871<br>0.0017 | -0.41487<br><.0001 | -0.03640<br>0.6649 | -0.25410<br>0.0021 | -0.94938<br><.0001 |
| Nem             | 0.27443<br>0.0009  | -0.12925<br>0.1226 | 0.29698<br>0.0003   | -0.20464<br>0.0139 | 1.000              | 0.85155<br><.0001  | 0.42760<br><.0001  | 0.28363<br>0.0006  | 0.35188<br><.0001  | 0.42829<br><.0001  | 0.19858<br>0.0170  |
| a <sub>w</sub>  | 0.22527<br>0.0066  | -0.13625<br>0.1035 | -0.21114<br>0.0111  | -0.07533<br>0.3695 | 0.85155<br><.0001  | 1.000              | 0.31940<br><.0001  | 0.20237<br>0.0150  | 0.25416<br>0.0021  | 0.31967<br><.0001  | 0.08691<br>0.3003  |
| Peroksit değeri | 0.08269<br>0.3245  | -0.08485<br>0.3120 | -0.03978<br>0.6360  | -0.25871<br>0.0017 | 0.42760<br><.0001  | 0.31940<br><.0001  | 1.000              | 0.83588<br><.0001  | 0.76389<br><.0001  | 0.99983<br><.0001  | 0.26774<br>0.0012  |
| Konjuge dien    | 0.14592<br>0.0810  | -0.15650<br>0.0610 | -0.06286<br>0.4542  | -0.41487<br><.0001 | 0.28363<br>0.0006  | 0.20237<br>0.0150  | 0.83588<br><.0001  | 1.000              | 0.65205<br><.0001  | 0.83613<br><.0001  | 0.42285<br><.0001  |
| P-anisidin      | -0.04292<br>0.6095 | -0.02156<br>0.7975 | 0.09170<br>0.2743   | -0.03640<br>0.6649 | 0.66389<br><.0001  | 0.25416<br>0.0021  | 0.31967<br><.0001  | 0.65205<br><.0001  | 1.000              | 0.77564<br><.0001  | 0.04221<br>0.6154  |
| Totoks değeri   | 0.07972<br>0.3422  | -0.08368<br>0.3187 | -0.03632<br>0.6656  | -0.25410<br>0.0021 | 0.42829<br><.0001  | 0.31967<br><.0001  | 0.99983<br><.0001  | 0.83613<br><.0001  | 0.77564<br><.0001  | 1.000              | 0.26309<br>0.0014  |
| Yüzey yağı      | 0.27530<br>0.0008  | -0.20933<br>0.0118 | -0.21166<br>0.0109  | -0.94938<br><.0001 | 0.19858<br>0.0170  | 0.08691<br>0.3003  | 0.26774<br>0.0012  | 0.42285<br><.0001  | 0.04221<br>0.6154  | 0.26309<br>0.0014  | 1.000              |

**EK.B.** Analiz sonuçlarına ait ANOVA tabloları

**Tablo EK B.1.** Emülsiyon stabilitesine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 1250.0584       | 73.532847     | 7.34     | <.0001 |
| Hata   | 18                  | 180.2439        | 10.013550     |          |        |
| Toplam | 35                  | 1430.3023       |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.873982 | 14.26592            | 3.164419 | 22.18167 |

**Tablo EK B.2.** Emülsiyon damlacık büyüklüğü – d<sub>3,2</sub> değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 1.59985625      | 0.09410919    | 2.25     | 0.0484 |
| Hata   | 18                  | 0.75286250      | 0.04182569    |          |        |
| Toplam | 35                  | 2.35271875      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.680003 | 14.36441            | 0.204513 | 1.423750 |

**Tablo EK B.3.** Emülsiyon damlacık büyüklüğü – d<sub>4,3</sub> değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 45.80955556     | 2.69467974    | 1.82     | 0.1090 |
| Hata   | 18                  | 26.66820000     | 1.48156667    |          |        |
| Toplam | 35                  | 72.47775556     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.632050 | 21.24664            | 1.217196 | 5.728889 |

**Tablo EK B.4.** Emülsiyon damlacık büyüklüğü –  $D_{v(10)}$  değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 0.06187481      | 0.00363969    | 1.84     | 0.1051 |
| Hata   | 18                  | 0.03565350      | 0.00198075    |          |        |
| Toplam | 35                  | 0.09752831      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.634429 | 8.694862            | 0.044506 | 0.511861 |

**Tablo EK B.5.** Emülsiyon damlacık büyüklüğü –  $D_{v(50)}$  değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 7.62662222      | 0.44862484    | 1.67     | 0.1443 |
| Hata   | 18                  | 4.82920000      | 0.26828889    |          |        |
| Toplam | 35                  | 12.45582222     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.612294 | 20.17177            | 0.517966 | 2.567778 |

**Tablo EK B.6.** Emülsiyon damlacık büyüklüğü –  $D_{v(90)}$  değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 61.0812472      | 3.5930145     | 1.63     | 0.1568 |
| Hata   | 18                  | 39.7048500      | 2.2058250     |          |        |
| Toplam | 35                  | 100.7860972     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.606048 | 13.33249            | 1.485202 | 11.13972 |

**Tablo EK B.7.** Emülsiyon damlacık büyüklüğü – Span değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 11.34905556     | 0.66759150    | 2.10     | 0.0634 |
| Hata   | 18                  | 5.7097          | 0.31720556    |          |        |
| Toplam | 35                  | 17.05875556     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.665292 | 13.25547            | 0.563210 | 4.248889 |

**Tablo EK B.8.** Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – d<sub>3,2</sub> değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 0.23120725      | 0.01360043    | 1.26     | 0.3126 |
| Hata   | 18                  | 0.19357750      | 0.1075431     |          |        |
| Toplam | 35                  |                 |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.544293 | 34.78992            | 0.103703 | 0.298083 |

**Tablo EK B.9.** Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – d<sub>4,3</sub> değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 8667.9325       | 509.878382    | 9.88     | <.0001 |
| Hata   | 18                  | 928.635         | 51.590833     |          |        |
| Toplam | 35                  | 9596.5675       |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.903233 | 17.43721            | 7.182676 | 41.19167 |

**Tablo EK B.10.** Rekonstitüe parçacık büyüklüğü –  $D_{v(10)}$  değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 24.02561641     | 1.41327155    | 0.95     | 0.5372 |
| Hata   | 18                  | 26.67642483     | 1.48202360    |          |        |
| Toplam | 35                  | 50.70204125     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.473859 | 325.7287            | 1.217384 | 0.373742 |

**Tablo EK B.11.** Rekonstitüe parçacık büyüklüğü –  $D_{v(50)}$  değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 260.765825      | 15.3391662    | 0.63     | 0.8279 |
| Hata   | 18                  | 439.20365       | 24.4002028    |          |        |
| Toplam | 35                  | 699.969475      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.372539 | 53.83332            | 4.939656 | 9.175833 |

**Tablo EK B.12.** Rekonstitüe parçacık büyüklüğü –  $D_{v(90)}$  değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 2317.0525       | 136.297206    | 2.97     | 0.0135 |
| Hata   | 18                  | 824.795         | 45.821944     |          |        |
| Toplam | 35                  | 3141.8475       |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.737481 | 7.363819            | 6.769191 | 91.925   |

**Tablo EK B.13** Rekonstitüe parçacık büyüklüğü – Span değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 390.0238        | 22.942576     | 0.59     | 0.8624 |
| Hata   | 18                  | 705.874         | 39.215222     |          |        |
| Toplam | 35                  | 1095.8978       |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.355894 | 51.12005            | 6.262206 | 12.25    |

**Tablo EK B.14.** Mikrokapüllerin yığın yoğunluğuna ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 0.0365          | 0.00214706    | 1.56     | 0.1795 |
| Hata   | 18                  | 0.0248          | 0.00137778    |          |        |
| Toplam | 35                  | 0.0613          |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.595432 | 14.00695            | 0.037118 | 0.265    |

**Tablo EK B.15.** Mikrokapüllerin sıkıştırılmış yoğunluğuna ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 0.05272222      | 0.00310131    | 1.14     | 0.3939 |
| Hata   | 18                  | 0.0491          | 0.00272778    |          |        |
| Toplam | 35                  | 0.10182222      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.517787 | 10.00113            | 0.052228 | 0.522222 |

**Tablo EK B.16.** Mikrokapsüllerin Carr's İndeks değerlerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 383.451189      | 22.555952     | 0.58     | 0.8633 |
| Hata   | 18                  | 695.338         | 38.629889     |          |        |
| Toplam | 35                  | 1078.789189     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.355446 | 12.63799            | 6.215295 | 49.17944 |

**Tablo EK B.17.** Mikrokapsüllerin Hausner oranı değerlerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 0.52068056      | 0.03062827    | 0.55     | 0.8876 |
| Hata   | 18                  | 1.00155         | 0.05564167    |          |        |
| Toplam | 35                  | 1.52223056      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.342051 | 11.84524            | 0.235885 | 1.991389 |

**Tablo EK B.18.** Mikrokapsüllerin ıslanabilirliğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 75052.8125      | 4414.87132    | 448.02   | <.0001 |
| Hata   | 18                  | 177.375         | 9.85417       |          |        |
| Toplam | 35                  | 75230.1875      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.997642 | 1.624741            | 3.139135 | 193.2083 |

**Tablo EK B.19** Mikrokapsüllerin çözünürlüğüne ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 17                  | 308.0325889     | 18.1195641    | 76.26    | <.0001 |
| Hata   | 18                  | 4.2767          | 0.2375944     |          |        |
| Toplam | 35                  | 312.3092889     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.986306 | 1.623406            | 0.487437 | 30.02556 |

**Tablo EK B.20.** Mikrokapsüllerin kaproik asit (C6:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.03678947      | 0.00204386    | 15.23    | <.0001 |
| Hata   | 19                  | 0.00255         | 0.00013421    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.03933947      |               |          |        |

| R-kare  | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|---------|---------------------|----------|----------|
| 0.93518 | 10.12017            | 0.011585 | 0.114474 |

**Tablo EK B.21.** Mikrokapsüllerin kaprilik asit (C8:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.00632632      | 0.00035146    | 1.76     | 0.1160 |
| Hata   | 19                  | 0.0038          | 0.0002        |          |        |
| Toplam | 37                  |                 |               |          |        |

| R-kare  | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|---------|---------------------|----------|----------|
| 0.62474 | 30.88512            | 0.014142 | 0.045789 |

**Tablo EK B.22.** Mikrokapsüllerin kaprik asit (C10:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.05788421      | 0.00321579    | 15.47    | <.0001 |
| Hata   | 19                  | 0.00395         | 0.00020789    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.06183421      |               |          |        |

| R-kare  | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|---------|---------------------|----------|----------|
| 0.93612 | 9.528784            | 0.014419 | 0.151316 |

**Tablo EK B.23.** Mikrokapsüllerin laurik asit (C12:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.58880526      | 0.0327114     | 16.08    | <.0001 |
| Hata   | 19                  | 0.03865         | 0.00203421    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.62745526      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.938402 | 8.616815            | 0.045102 | 0.523421 |

**Tablo EK B.24.** Mikrokapsüllerin laurik asit (C16:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 3.12393158      | 0.17355175    | 2.13     | 0.0553 |
| Hata   | 19                  | 1.5477          | 0.08145789    |          |        |
| Toplam | 37                  | 4.67163158      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.668702 | 2.366157            | 0.285408 | 12.06211 |

**Tablo EK B.25.** Mikrokapsüllerin heptadekanoik asit (C17:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.00165789      | 0.00009211    | 7.00     | <.0001 |
| Hata   | 19                  | 0.00025         | 0.00001316    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00190789      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.868966 | 3.420359            | 0.003627 | 0.106053 |

**Tablo EK B.26.** Mikrokapsüllerin stearik asit (C18:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.56602105      | 0.03144561    | 1.30     | 0.2882 |
| Hata   | 19                  | 0.46            | 0.02421053    |          |        |
| Toplam | 37                  | 1.02602105      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.551666 | 2.231375            | 0.155597 | 6.973158 |

**Tablo EK B.27.** Mikrokapsüllerin heneikosanoik asit (C21:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.00080526      | 0.00004474    | 3.40     | 0.0056 |
| Hata   | 19                  | 0.00025         | 0.00001316    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00105526      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.763092 | 3.882831            | 0.003627 | 0.093421 |

**Tablo EK B.28.** Mikro kapsüllerin lignoserik asit (C24:0) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.1003158       | 0.00055731    | 0.38     | 0.9786 |
| Hata   | 19                  | 0.0282          | 0.00142421    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.03823158      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.262390 | 15.54105            | 0.038525 | 0.247895 |

**Tablo EK B.29.** Mikro kapsüllerin toplam doymuş yağ asidi içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 13.26283158     | 0.73682398    | 3.41     | 0.0054 |
| Hata   | 19                  | 4.09975         | 0.21577632    |          |        |
| Toplam | 37                  | 17.36258158     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.763874 | 2.286336            | 0.464517 | 20.31711 |

**Tablo EK B.30.** Mikro kapsüllerin miristoleik asit (C14:1) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.00535789      | 0.00029766    | 14.14    | <.0001 |
| Hata   | 19                  | 0.0004          | 0.00002105    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00575789      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.930530 | 8.987421            | 0.004588 | 0.051053 |

**Tablo EK B.31.** Mikro kapsüllerin palmitoleik asit (C16:1) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.0329          | 0.00182778    | 3.20     | 0.0078 |
| Hata   | 19                  | 0.01085         | 0.00057105    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.04375         |               |          |        |

| R-kare | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|--------|---------------------|----------|----------|
| 0.752  | 11.11475            | 0.023897 | 0.215    |

**Tablo EK B.32.** Mikro kapsüllerin margoleik asit (C17:1) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.00034737      | 0.0000193     | 2.44     | 0.0302 |
| Hata   | 19                  | 0.00015         | 0.00000789    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00049737      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE    | Ortalama |
|----------|---------------------|---------|----------|
| 0.698413 | 6.978483            | 0.00281 | 0.040263 |

**Tablo EK B.33.** Mikro kapsüllerin oleik asit (C18:1) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 1.82578947      | 0.10143275    | 2.59     | 0.0232 |
| Hata   | 19                  | 0.7454          | 0.03923158    |          |        |
| Toplam | 37                  | 2.57118947      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.710095 | 0.547615            | 0.198070 | 36.16947 |

**Tablo EK B.34.** Mikro kapsüllerin eikosenoik asit (C20:1) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.0017821       | 0.00009912    | 0.77     | 0.7096 |
| Hata   | 19                  | 0.00245         | 0.00012895    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00423421      |               |          |        |

| R-kare  | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|---------|---------------------|----------|----------|
| 0.42138 | 2.760774            | 0.011355 | 0.411316 |

**Tablo EK B.35.** Mikro kapsüllerin nervonik asit (C24:1) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.0027          | 0.00015       | 1.39     | 0.2412 |
| Hata   | 19                  | 0.00205         | 0.00010789    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00475         |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.568421 | 9.892609            | 0.010387 | 0.105    |

**Tablo EK B.36.** Mikro kapsüllerin toplam tekli doymamış yağ asidi içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 1.341235789     | 0.07451988    | 2.08     | 0.0616 |
| Hata   | 19                  | 0.68215         | 0.03590263    |          |        |
| Toplam | 37                  | 2.02350789      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE    | Ortalama |
|----------|---------------------|---------|----------|
| 0.662887 | 0.512192            | 0.18948 | 36.99395 |

**Tablo EK B.37.** Mikrokapsüllerin linoleik asit (C18:2) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 7.32053684      | 0.40669649    | 2.13     | 0.0559 |
| Hata   | 19                  | 3.63595         | 0.19136579    |          |        |
| Toplam | 37                  | 10.95648684     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.668146 | 1.032403            | 0.437454 | 42.37237 |

**Tablo EK B.38.** Mikrokapsüllerin linolenik asit (C18:3) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.03993158      | 0.00221842    | 1.01     | 0.4933 |
| Hata   | 19                  | 0.0419          | 0.00220526    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.08183158      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE    | Ortalama |
|----------|---------------------|---------|----------|
| 0.487973 | 23.7299             | 0.04696 | 0.197895 |

**Tablo EK B.39.** Mikrokapsüllerin araşidonik asit (C20:4) içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 0.0026          | 0.00014444    | 1.41     | 0.2332 |
| Hata   | 19                  | 0.00195         | 0.00010263    |          |        |
| Toplam | 37                  | 0.00455         |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.571429 | 8.809326            | 0.010131 | 0.115    |

**Tablo EK B.40.** Mikro kapsüllerin toplam çoklu doymamış yağ asidi içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 7.39882632      | 0.41104591    | 2.03     | 0.0670 |
| Hata   | 19                  | 3.8409          | 0.20215263    |          |        |
| Toplam | 37                  | 11.23972632     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.658275 | 1.053310            | 0.449614 | 42.68579 |

**Tablo EK B.41.** Mikro kapsüllerin  $\alpha$ - tokoferol içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 346.4998263     | 19.2499904    | 1.09     | 0.4296 |
| Hata   | 19                  | 337.07305       | 17.7406868    |          |        |
| Toplam | 37                  | 683.5728763     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.506895 | 4.899303            | 4.211969 | 85.97079 |

**Tablo EK B.42.** Mikro kapsüllerin  $\gamma$ - tokoferol içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F  |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|-------|
| Model  | 18                  | 5175.17744      | 287.50986     | 1.09     | 0.425 |
| Hata   | 19                  | 5006.59705      | 263.50511     |          |       |
| Toplam | 37                  | 10181.77449     |               |          |       |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.508279 | 11.05421            | 16.23284 | 146.8476 |

**Tablo EK B.43.** Mikrokapsüllerin toplam tokoferol içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 6655.87592      | 369.77088     | 0.97     | 0.5263 |
| Hata   | 19                  | 7261.96285      | 382.20857     |          |        |
| Toplam | 37                  | 13917.83877     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.478226 | 8.401869            | 19.55016 | 232.6882 |

**Tablo EK B.44.** Mikrokapsüllerin toplam fenolik madde içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 18                  | 19.93303158     | 1.10739064    | 1.70     | 0.1305 |
| Hata   | 19                  | 12.3874         | 0.65196842    |          |        |
| Toplam | 37                  | 32.32043158     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.616732 | 7.615899            | 0.807446 | 10.60211 |

**Tablo EK B.45.** Mikrokapsüllerin nem içeriğine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 71                  | 29.02119375     | 0.40874921    | 0.63     | 0.9716 |
| Hata   | 72                  | 46.36275        | 0.64392708    |          |        |
| Toplam | 143                 | 75.38394375     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.384978 | 23.60872            | 0.802451 | 3.398958 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 17                  | 13.59435625             | 0.79966801    | 1.24     | 0.2561 |
| Süre       | 3                   | 13.68679097             | 4.56226366    | 7.09     | 0.0003 |
| Çeşit*Süre | 51                  | 1.74004653              | 0.03411856    | 0.05     | 1.000  |

**Tablo EK B.46.** Mikrokapsüllerin  $a_w$  değerlerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 71                  | 0.02190633      | 0.00030854    | 0.40     | 0.9999 |
| Hata   | 72                  | 0.0555635       | 0.00077172    |          |        |
| Toplam | 143                 | 0.07746983      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.282772 | 52.50408            | 0.027780 | 0.052910 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 17                  | 0.0102497               | 0.00060292    | 0.78     | 0.7079 |
| Süre       | 3                   | 0.01012941              | 0.00337647    | 4.38     | 0.0069 |
| Çeşit*Süre | 51                  | 0.00152722              | 0.00002995    | 0.04     | 1.000  |

**Tablo EK B.47.** Yüzey yağlarının peroksit değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 236992.5859     | 3159.9011     | 281.22   | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 853.9622        | 11.2363       |          |        |
| Toplam | 151                 | 237846.5481     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.996410 | 5.100858            | 3.352066 | 65.71572 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 16919.713               | 939.9841      | 83.66    | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 207901.8072             | 69300.6024    | 6167.54  | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 12171.0657              | 225.3901      | 20.06    | <.0001 |

**Tablo EK B.48.** Enkapsüle yağların peroksit değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 28742.42807     | 383.23237     | 184.15   | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 158.1654        | 2.08112       |          |        |
| Toplam | 151                 | 28900.59347     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.994527 | 7.815179            | 1.442610 | 18.45908 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 3049.49702              | 169.41650     | 81.41    | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 22263.81923             | 7421.27308    | 3565.99  | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 3429.11182              | 63.50207      | 30.51    | <.0001 |

**Tablo EK B.49.** Yüzey yağlarının konjuge dien değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 0.31648158      | 0.00421975    | 16.70    | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 0.0192          | 0.00025263    |          |        |
| Toplam | 151                 | 0.33568158      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.942803 | 2.990774            | 0.015894 | 0.531447 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 0.11785658              | 0.00654759    | 25.92    | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 0.16190789              | 0.05396930    | 213.63   | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 0.03671711              | 0.00067995    | 2.69     | <.0001 |

**Tablo EK B.50.** Enkapsüle yağların konjuge dien değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 0.14198421      | 0.00189312    | 5.92     | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 0.0243          | 0.00031974    |          |        |
| Toplam | 151                 | 0.16628421      |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.853865 | 4.046963            | 0.017881 | 0.441842 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 0.03220921              | 0.0017894     | 5.60     | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 0.09644211              | 0.03214737    | 100.54   | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 0.01333289              | 0.00024691    | 0.77     | 0.8414 |

**Tablo EK B.51.** Yüzey yağlarının *p*-anisidin değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 10923.23398     | 145.64312     | 81.40    | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 135.98790       | 1.78931       |          |        |
| Toplam | 151                 | 11059.22188     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.987704 | 12.35917            | 1.337653 | 10.82316 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 459.66218               | 25.53679      | 14.27    | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 10100.18857             | 3366.72952    | 1881.58  | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 363.38323               | 6.72932       | 3.76     | <.0001 |

**Tablo EK B.52.** Enkapsüle yağların *p*-anisidin değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 152.0435974     | 2.0272480     | 12.96    | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 11.8918         | 0.1564711     |          |        |
| Toplam | 151                 | 163.9353974     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.927460 | 13.90448            | 0.395564 | 2.844868 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 22.10394737             | 1.22779708    | 7.85     | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 77.51301842             | 25.83767281   | 165.13   | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 52.42663158             | 0.97086355    | 6.20     | <.0001 |

**Tablo EK B.53.** Yüzey yağlarının totoks değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 1089689.785     | 14529.197     | 306.23   | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 3605.839        | 47.445        |          |        |
| Toplam | 151                 | 1093295.624     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.996702 | 4.842007            | 6.888051 | 142.2561 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 76673.6913              | 4259.6495     | 89.78    | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 962965.8498             | 320988.6166   | 6765.45  | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 50050.2444              | 926.8564      | 19.54    | <.0001 |

**Tablo EK B.54.** Enkapsüle yağların totoks değerine ait ANOVA tablosu

| Kaynak | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|--------|---------------------|-----------------|---------------|----------|--------|
| Model  | 75                  | 122166.1093     | 1628.8815     | 187.59   | <.0001 |
| Hata   | 76                  | 659.9142        | 8.6831        |          |        |
| Toplam | 151                 | 122826.0235     |               |          |        |

| R-kare   | Varyasyon Katsayısı | RMSE     | Ortalama |
|----------|---------------------|----------|----------|
| 0.994627 | 7.411320            | 2.946707 | 39.75954 |

| Kaynak     | Serbestlik Derecesi | Tip III Kareler Toplamı | Ortalama Kare | F Değeri | Pr>F   |
|------------|---------------------|-------------------------|---------------|----------|--------|
| Çeşit      | 18                  | 12947.76768             | 719.32043     | 82.84    | <.0001 |
| Süre       | 3                   | 94247.60298             | 31415.86766   | 3618.06  | <.0001 |
| Çeşit*Süre | 54                  | 14970.73866             | 277.23590     | 31.93    | <.0001 |

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Zeynep AKSOYLU ÖZBEK

Doğum Yeri ve Yılı : Adapazarı, 1986

Medeni Hali : Evli

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : [zeynep.aksoylu@cbu.edu.tr](mailto:zeynep.aksoylu@cbu.edu.tr)

## Eğitim Durumu

Lise : Alanya Ayşe Melahat Erkin Anadolu Lisesi, 1997–2004

Lisans : Selçuk Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 2004–2008

Yüksek Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 2009–2012

## Mesleki Deneyim

Yüksel Tezcan Gıda San. Ve Tic. A.Ş. 2009–2009

Manisa Celal Bayar Üniversitesi 2010–Halen

## Yayınları

### SCI – Expanded Dergilerde Yayımlanan Makaleler

Aksoylu, Z., Cagindi, Ö., Köse, E. Effects of blueberry, grape seed powder and poppy seed incorporation on physicochemical and sensory properties of biscuit. Journal of Food Quality, 2015, 38(3), 164-174.

Günç Ergönül, P., Aksoylu Özbek, Z. Identification of bioactive compounds and total phenol contents of cold pressed oils from safflower and camelina seeds. Journal of Food Measurement and Characterization, 2018, doi: 10.1007/s11694-018-9848-7

### Diğer İndekslerde Taranan Hakemli Dergilerde Yayımlanan Makaleler

Aksoylu, Z., Çağındı, Ö., Köse, E. Bisküvinin fonksiyonel bileşenlerce zenginleştirilmesi. Akademik Gıda, 2012, 10(3), 70-78.

Aksoylu, Z., Karakaya, S. Effect of Food Processing on Flavanols. Akademik Gıda, 2013, 11(2), 70-79.

Aksoylu, Z., Yeyinli Savlak, N., Yangıç, Ç., Çağındı, Ö., Köse, E. Manisa il merkezinde bireylerin ekmek çeşitlerini tüketim alışkanlıklarının belirlenmesi. Gıda, 2014, 39(3), 147-154.

Cagindi, O., Aksoylu, Z., Savlak, N., Kose, E. Comparison of physicochemical and functional properties of domestic and commercial tarhana in Turkey. Bulgarian Journal of Agricultural Science, 2016, 22(2), 324-330.

Aksoylu Özbek, Z., Günc Ergönül, P. A review on encapsulation of oils. Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2017, 13(2), 293-309.

### **Uluslararası Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitabında Basılan Bildiriler**

Yeyinli, N., Aksoylu, Z., Çatal, A., Kasım, S. Farklı Un Çeşitlerinin Geleneksel Erişte Kalitesi Üzerine Etkilerinin İncelenmesi. Traditional Foods From Adriatic to Caucasus, 15-17 Nisan, 2010, Tekirdağ (Bildiri Kitabı, 533-536)

Aksoylu, Z., Köse, E., Kayaardı, S. Yenilebilir Nişasta Filmleri ve Gıda Endüstrisindeki Önemi. 7. Uluslararası Ambalaj Kongre ve Sergisi, 9-11 Mayıs, 2013, İzmir (Bildiri Özetleri Kitabı, 149)

Uyarcan, M., Sobeli, C., Aksoylu, Z., Kayaardı, S. Effects of Pomegranate (*Punica granatum* L.) Byproducts Addition on Quality Characteristics of Chicken Meatball. FSD 2016 2nd Congress on Food Structure and Design, 26-28 Ekim, 2016, Antalya (Abstracts Book, 101)

Aksoylu, Z., Günc Ergönül, P. Some Physical and Chemical Properties of Cold Pressed Oils From Different Poppy Seed Varieties in Turkey. 14.Euro FedLipid Congress, 18-21 Eylül, 2016, Ghent, Belçika (Abstracts Book, 63)

Aksoylu, Z., Günc Ergönül, P. Soğuk Pres Kabak Çekirdeği Yağının Liyofilizasyonla Enkapsülasyonu. 5.Uluslararası Gıda Ar-Ge Proje Pazarı, 25 Mayıs, 2017, İzmir (Bildiri Kitabı, 83)

Aksoylu Özbek, Z., Günc Ergönül, P., Kayapunar, Y., Evirgen, S. Physicochemical Characterization of Cold-Pressed Flaxseed Oils from Different Varieties. 15.EuroFedLipid Congress, 27-30 Ağustos, 2017, Uppsala, İsveç.

### **Ulusal Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitabında Basılan Bildiriler**

Çağındı, Ö., Aksoylu, Z., Yeyinli, N., Köse, E. Ege ve Marmara Bölgesi Tarhanalarının Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi. 3.Geleneksel Gıdalar Sempozyumu, 10-12 Mayıs, 2012, Konya (Bildiriler Kitabı, 50-53)

Çağındı, Ö., Özdeveci, Ş., Kasap, D., Aksoylu, Z. Kanatlı Eti Ürünlerinde Fonksiyonel Bileşenlerin Kullanımı. 2.Et Ürünleri Çalıştayı, 6-7 Aralık, 2012, Manisa (Bildiri Kitabı, 131-133)

Aksoylu, Z., Uak, C., ağındı, ., Kse, E. Kanatlı Eti rnlerinde Kullanılan Hububat Bazlı Kaplama Materyalleri. 2.Et rnleri alıřtayı, 6-7 Aralık, 2012, Manisa (Bildiri Kitabı, 224-225)

ağındı, ., Aksoylu, Z., Kasap, D., zdeveci, ř., Zortař, H. Geleneksel Gıdalarda Gıda Gvenliğı. 4.Gıda Gvenliğı Kongresi, 14-15 Mayıs, 2013, İstanbul (Bildiri zetleri Kitabı, 154-155)

Aksoylu, Z., Kasap, D., zdeveci, ř., Zortař, H., ağındı, . Gıda İřleme Tekniklerinde Gıda Gvenliğı. 4.Gıda Gvenliğı Kongresi, 14-15 Mayıs, 2013, İstanbul (Bildiri zetleri Kitabı, 155-156)

Aksoylu, Z., Gn Ergnl, P. Yağların Liyofilizasyon Tekniğı ile Enkapslasyonuna Genel Bir Yaklaşım. YABİTED 3.Bitkisel Yağ Kongresi, 13-15 Nisan, 2017, İzmir (Bildiri zetleri Kitabı, )

