

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**MUZ LİFİNDEN MİKROKRİSTALİN SELÜLOZ ELDE EDİLMESİ VE GIDA
KATKI MADDESİ OLARAK EKMEKTE VE KEKTE KULLANIM
OLANAKLARININ İNCELENMESİ**

Nisa DURAK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

AĞUSTOS 2023

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**MUZ LİFİNDEN MİKROKRİSTALİN SELÜLOZ ELDE EDİLMESİ VE GIDA
KATKI MADDESİ OLARAK EKMEKTE VE KEKTE KULLANIM
OLANAKLARININ İNCELENMESİ**

Nisa DURAK

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

AĞUSTOS 2023

ANTALYA

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MUZ LİFİNDEN MİKROKRİSTALİN SELÜLOZ ELDE EDİLMESİ VE GIDA
KATKI MADDESİ OLARAK EKMEKTE VE KEKTE KULLANIM
OLANAKLARININ İNCELENMESİ**

Nisa DURAK
GIDA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

**Bu tez Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi
tarafından FDK-2019-4962 no.lu ve TÜBİTAK tarafından 120O063 no.lu proje ile
desteklenmiştir.**

AĞUSTOS 2023

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MUZ LİFİNDEN MİKROKRİSTALİN SELÜLOZ ELDE EDİLMESİ VE GIDA
KATKI MADDESİ OLARAK EKMEKTE VE KEKTE KULLANIM
OLANAKLARININ İNCELENMESİ**

Nisa DURAK
GIDA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Bu tez 03/08/2023 tarihinde jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Muharrem CERTEL (Danışman)
Prof. Dr. Sebahattin NAS
Prof. Dr. Mehmet İNAN
Prof. Dr. Hülya GÜL
Prof. Dr. Mehmet Fatih CENGİZ

ÖZET

MUZ LİFİNDEN MİKROKRİSTALİN SELÜLOZ ELDE EDİLMESİ VE GIDA KATKI MADDESİ OLARAK EKMEKTE VE KEKTE KULLANIM OLANAKLARININ İNCELENMESİ

Nisa DURAK

Doktora Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Muharrem CERTEL

Ağustos 2023; 120 sayfa

Bu tez çalışmasında, yerel bir kaynak olan muz lifinden gıda katkı maddesi olarak kullanıma uygun, mikrokristalin selüloz (MKS) üretimi için asit hidroliz aşaması optimize edilmiştir. Muz lifinden üretilen MKS'nin (M-MKS) Türk Gıda Kodeksi'ne (TGK) uygun olduğu belirlenmiştir. M-MKS'nin karakteristik özellikleri belirlenmiş ve Türkiye piyasasındaki MKS (T-MKS) ile karşılaştırılmıştır. Ayrıca, MKS'nin kek ve ekmeklerin kalite özellikleri üzerine etkisi analiz edilmiştir.

Asit hidrolizi optimizasyon çalışmasında, asit konsantrasyonu (0,5-2,5 M HCl), asit çözeltisi (ml)/materyal (g) oranı (10-30), sıcaklık (60-100 °C) ve işlem süresi (40-180 dk) parametrelerinin optimizasyonu; randıman, polimerizasyon derecesi (PD) ve partikül çapı 5 µm altı olan tanecik oranı (%) değerleri dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon çalışmasında, yanıt yüzey yöntemi (RSM) olan merkez kompozit dizaynı (CCD) deneme deseni analiz modellemesini oluşturmak için kullanılmıştır. Asit hidrolizi için optimum koşullar, öğütülmüş muz lifine 1/25 (muz lifi (g)/ asit çözeltisi (ml)) oranında 2,06M HCl çözeltisi eklenmesi, 80 °C'de su banyosunda 75 dk muamele edilmesi olarak belirlenmiştir.

TGK'de belirtilen analizlerin gerçekleştirilmesi ile, optimizasyon sonucu elde edilen yöntemle üretilen M-MKS'nin TGK'de uygun özelliklere sahip olduğu belirlenmiştir. Karakteristik özellikleri incelendiğinde; T-MKS ve M-MKS'nin, polimerizasyon derecelerinin (PD) sırasıyla 390,90 ve 197,30 olduğu, örneklerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinde M-MKS örneğinin T-MKS'ye göre daha fazla lifli yapıya sahip olduğu gözlenmiştir. Kristallik indeksi (CrI) değerlerinin sırasıyla %76,28 ve 74,39 olduğu, M-MKS'nin kristallik değerinin daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) spektrumları incelendiğinde özelliklerin benzer özellikler gösterdiği gözlemlenmiştir. Isıl davranış özellikleri incelendiğinde ise MKS örneklerinde selüloz ayrışmasının 315 °C'de başladığı ve 400 °C'ye kadar devam ettiği, maksimum ağırlık kaybı hızına 355 °C'de ulaşıldığı gözlemlenmiştir.

M-MKS'nin yönetmelikte belirtilen şartlara uygunluğunun belirlenmesi sonrasında ise kekta yağ ikamesi olarak kullanımının kekin kalite özellikleri ve raf ömrü üzerine etkisi incelenmiştir, kekta yapılan çalışmalar iki aşamadan oluşmaktadır. Öncelikle Ticari kek formülasyonu yağ içeriğine %15, 20, 25, 30 ve 50 oranlarında MKS'nin yağ ikamesi olarak kullanımının kek üzerine etkileri incelenmiştir. Keklerde raf

ömrü çalışmaları için M25 kek formülasyonunun kullanımına karar verilmiştir. M25 kek formülasyonu kullanılarak üretilen T-MKS ve M-MKS içeren kekler ve kontrol kek örneği arasındaki fark incelenmiştir. Ekmekte yapılan çalışmalarda ise, una %0,5, 1, 2 ve 4 oranla T-MKS içeren ekmeklerin kalite özellikleri MKS içermeyen kontrol ekmeği ile karşılaştırılarak incelenmiştir.

Çalışma sonucunda, tarımsal bir atık olan muz lifi kullanılarak, yasal olarak gıda katkı maddesi olarak kullanıma uygun MKS üretimi için optimize edilmiş bir hidroliz yöntemi elde edilmiştir. Ek olarak MKS'nin ekmekte ve keklerde kullanımının ürünlerin kalite ve raf ömrü üzerine etkileri incelenmiştir. Ekmekte MKS kullanımının raf ömrüne etkisi incelenmesi sonucu önemli bir etkisi tespit edilmemiştir. Keklerde MKS yağ ikamesi olarak kullanılması ile kek sertliğini arttırması haricinde büyük bir olumsuz etkisi gözlemlenmemiş ve yağ miktarının azaltılması ile depolamaya olumlu etkisi olduğu belirlenmiş ve sindirilemez lif oranının artırılması sağlanmıştır.

ANAHTAR KELİMELEER: Gıda Katkı Maddeleri, Mikrokristalin Selüloz, Selüloz, Suda çözünmeyen lifler

JÜRİ: Prof. Dr. Muharrem CERTEL
Prof. Dr. Sebahattin NAS
Prof. Dr. Mehmet INAN
Prof. Dr. Hülya GÜL
Prof. Dr. Mehmet Fatih CENGİZ

ABSTRACT

EXTRACTING MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM BANANA FIBER AND DETERMINING CONFORMITY FOR USE IN BREAD AND CAKE AS A FOOD ADDITIVE

Nisa DURAK

PhD Thesis in Food Engineering Department

Supervisor: Prof. Dr. Muharrem CERTEL

August 2023; 120 pages

In this thesis, the acid hydrolysis step was optimized for the production of microcrystalline cellulose (MCC) suitable for use as a food additive from banana fiber, a local resource. For this purpose, it was determined that MCC produced from banana fiber (M-MCC) complies with the Turkish Food Codex (TGK). The characteristic properties of M-MCC were determined and compared with MCC from the Turkish market (T-MCC). In addition, the effect of MCC on the quality characteristics of cakes and breads was analyzed.

In the optimization study for the acid hydrolysis method, optimization of acid concentration (0.5-2.5 M HCl), acid solution (ml)/material (g) ratio (10-30), temperature (60-100 °C), and process time (40-180 min) parameters were carried out by considering yield, degree of polymerization (DP) and particle diameter less than 5 µm (%) values. In the optimization study, a response surface method, the central composite design was used to create the analysis modeling. The optimum conditions for acid hydrolysis were determined as adding 2.06 M HCl solution to the ground banana fiber at a ratio of 1/25 (banana fiber (g)/acid solution (ml)) and treating at 80 °C in a water bath for 75 min.

By performing the analyses specified in TGK, it was determined that the M-MCC produced by the method obtained as a result of optimization had the appropriate properties in TGK. When the characteristic properties were examined, it was observed that the degree of polymerization (DP) of T-MCC and M-MCC were 390.90 and 197.30, respectively, and the scanning electron microscope images of the samples showed that the M-MCC sample had a more fibrous structure than T-MCC. It was observed that the crystallinity index (CrI) values were 76.28% and 74.39%, respectively, and the crystallinity value of M-MCC was lower. When Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) spectra were examined, it was observed that the properties were similar. When the thermal behavior properties were examined, it was observed that cellulose decomposition in MCC samples started at 315 °C and continued until 400 °C, reaching the maximum weight loss rate at 355 °C.

After determining the compliance of the produced MCC with the conditions specified in the regulation, the effect of its use as a fat replacement in the cakes on the quality characteristics and shelf life of the cake were examined. Firstly, the effects of the use of MCC as an oil replacement at the ratios of 15, 20, 25, 30, and 50 % to the fat content in the control cake were examined. In the shelf-life studies, it was decided to use

M25 cake formulation for shelf-life studies. The difference between the cakes containing T-MCC and M-MCC produced using M25 cake formulation and the control cake sample was determined. In the studies conducted on bread, the quality characteristics of breads containing T-MCC at 0.5, 1, 2, and 4% ratios were investigated by comparing with the control bread without MCC.

As a result of the study, an optimized hydrolysis method was determined to produce MCC, legally suitable for use as a food additive, using banana fiber, an agricultural waste. In addition, the effects of using MCC as an additive to the quality and shelf life of bread and cake were investigated. Using MCC in bread on shelf life, no significant effect was found. The use of MCC as an oil replacement in cakes did not have a significant adverse effect except for increasing the hardness of the cake and it was determined that it had a positive effect on storage by reducing the amount of oil and increasing the rate of indigestible fiber.

KEYWORDS: Cellulose, Food Additives, Microcrystalline Cellulose, Water-insoluble fibers

COMMITTEE: Prof. Dr. Muharrem CERTEL
Prof. Dr. Sebahattin NAS
Prof. Dr. Mehmet INAN
Prof. Dr. Hülya GÜL
Prof. Dr. Mehmet Fatih CENGİZ

ÖNSÖZ

Besleyici ve fonksiyonel özellikleri bulunan gıda sanayi yan ürünlerinin ve tarımsal atıklarının gıda üretiminde kullanıma kazandırılması büyük önem taşımaktadır. Gıda üretimine kazandırılma potansiyeline sahip kaynaklardan birisi de muz tarımsal atığından elde edilen muz lifidir. Türkiye’de muz üretiminin yaklaşık %98’i Akdeniz Bölgesinde bulunan Mersin ve Antalya illerinde yoğunlaşmıştır. Muz üretiminde yalancı gövde kesimi nedeniyle üretim sırasında ortaya çıkan atık, ülkemiz için ciddi bir potansiyel oluşturmaktadır. Mikrokristalin Selüloz (MKS) gibi yüksek katma değere sahip bir ürün, muz lifinin hammadde olarak kullanılmasıyla elde edilebilmektedir. Gerçekleştirilen tez çalışması sonucunda ithal edilen yüksek katma değere sahip bir ürün olan MKS’nin ülkemizde mevcut bulunan kaynaklar (muz lifi) kullanılarak üretimi için metot geliştirilerek elde edilen ürünün gerekli yasal düzenlemelere uygunluğu belirlenmiştir. Gerçekleştirilen bu çalışmada muz lifinden asit hidroliz yöntemiyle MKS elde edilmesi ve MKS’nin ekmek ve kekta gıda katkı maddesi olarak kullanımının bu ürünler üzerine etkisi araştırılmıştır.

Bu çalışmanın gerçekleşmesinin her aşamasında destek olan ve yol gösteren danışman hocam Prof. Dr. Muharrem CERTEL’e teşekkürlerimi sunarım.

Tezin gelişiminde değerli görüşleri ile bu çalışmaya katkı sağlayan tez izleme komitesi üyeleri Prof. Dr. Mehmet İNAN’a ve Prof Dr. Mehmet Fatih Cengiz’e, muz lifi teminindeki destekleri nedeniyle Baumann Güvenlik Sistemleri Alarm Elektronik Bilişim İletişim Hizmetleri G.İ.T.T. San.ve Tic. Ltd. Şti’ne, kek raf ömrü çalışmasında keklerin modifiye atmosferde paketlenmesinde destekleri nedeniyle Hastel Gıda San. Tic. Ltd. Şti.’ne, ekmeklerin üretimi aşamasında destekleri nedeniyle Nar Un Halim Kırtız Gıda Sanayi A.Ş.’ne ve çalışma sürecindeki yardımları için Gıda Güvenliği ve Tarımsal Araştırmalar Merkezi personeline, Akdeniz Üniversitesi Gıda Mühendisliği bölümü personeli ve öğrencilerine teşekkür ederim.

Tez çalışmasının gerçekleştirilmesi aşamasında desteklerinden dolayı Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi ve Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)’na teşekkür ederim.

Hayatımın her aşamasında olduğu gibi tez çalışmam boyunca da maddi manevi desteklerini esirgemeyen; ihtiyaç duyduğum her zaman her konuda destek ve yardımcı olan babam Metin DURAK, annem Fatma DURAK, abim Akif DURAK, kardeşlerim Atike Nur DURAK ve Ayşe DURAK’a sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
ÖNSÖZ	v
AKADEMİK BEYAN	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	x
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	4
2.1. Mikrokristalin Selüloz.....	4
2.2. Mikrokristalin Selülozun Üretim Kaynakları ve Yöntemleri.....	5
2.3. Mikrokristalin Selülozun Karakteristik Özellikleri ve Yasal Düzenlemeler	8
2.4. Mikrokristalin Selülozun Kullanım Alanları	12
3. MATERYAL VE METOT	14
3.1. Materyal	14
3.2. Metot	15
3.2.1. Tez çalışma planı ve istatistiksel yöntemler	15
3.2.2. Muz (hevenk ve gövde) lifine yapılan analizler	20
3.2.2.1. Kuru madde analizi	20
3.2.2.2. Partikül boyutu analizi.....	20
3.2.2.3. Renk analizi	20
3.2.2.4. Lignin analizi.....	20
3.2.2.5. Holoselüloz analizi	20
3.2.2.6. α -selüloz ve hemiselüloz analizi.....	21
3.2.3. Muz gövde lifinden α -selüloz eldesi.....	21
3.2.4. Muz lifinden asit hidroliz yöntemiyle MKS elde edilmesi için optimizasyon çalışmalarının gerçekleştirilmesi.....	24
3.2.5. Mikrokristalin selülozun gıda katkı maddesi olarak mevzuatta belirtilen özelliklerinin belirlenmesi	25
3.2.5.1. Polimerizasyon derecesi	25
3.2.5.2. Partikül boyutu	26
3.2.5.3. Çözünürlük	26
3.2.5.4. Renk reaksiyonu	26

3.2.5.5. Süspansiyon.....	26
3.2.5.6. pH	27
3.2.5.7. Kurutma kaybı	27
3.2.5.8. Suda çözünen madde	27
3.2.5.9. Sülfatlandırılmış kül	27
3.2.5.10. Nişasta	27
3.2.5.11. Element İçeriği	27
3.2.6. Mikrokristalin selülozun karakteristik özelliklerinin belirlenmesi	27
3.2.6.1. Polimerizasyon derecesi	27
3.2.6.2. Partikül görünümü	27
3.2.6.3. Kristallik indeksi	28
3.2.6.4. Kızılötesi spektroskopisi	28
3.2.6.5. Isıl davranış özellikleri	28
3.2.7. Keklerde gerçekleştirilen analizler	28
3.2.7.1. Keklerin üretilmesi	28
3.2.7.2. Keklerde fiziksel analizler	29
3.2.7.3. Keklerde yapısal analizler	30
3.2.7.4. Keklerde duyuşal analiz	30
3.2.7.5. Keklerde raf ömrü analizleri.....	31
3.2.8. Ekmekte gerçekleştirilen analizler.....	32
3.2.8.1. Ekmeklerin üretilmesi	32
3.2.8.2. Ekmeklerde fiziksel analizler	32
3.2.8.3. Ekmeklerde tekstür analizi	33
3.2.8.4. Ekmeklerde duyuşal analiz.....	33
3.2.8.5. Ekmekte bayatlama analizleri	33
3.2.8.6. Retrogradasyon indeksi	33
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	34
4.1. Muz (Hevenk ve Gövde) Lifi Genel Özellikleri	34
4.2. Muz Lifinden α -selüloz Eldesi	36
4.3. MKS Eldesi için Asit Hidroliz Yöntemi Optimizasyonu.....	40
4.3.1. Optimizasyon çalışmaları elde edilen randıman (%) sonuçları	45
4.3.2. Optimizasyon çalışmalarında elde edilen polimerizasyon derecesi sonuçları.....	46

4.3.3. Optimizasyon çalışmaları ile elde edilen 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) sonuçları	48
4.3.4. Asit hidrolizi ile mikrokristalin selüloz üretimi için optimum parametreler	50
4.3.5. Asit hidrolizi ile mikrokristalin üretimi optimizasyon modelinin doğrulanması.....	51
4.4. MKS'nin Gıda Katkı Maddesi Olarak Mevzuatta Belirtilen Özelliklerinin Belirlenmesi	52
4.5. MKS'nin Karakteristik Özelliklerinin Belirlenmesi	54
4.5.1. Polimerizasyon derecesi	54
4.5.2. Partikül görünümü (SEM analizi).....	54
4.5.3. Kristallik indeksi (XRD analizi).....	56
4.5.4. Kızıl ötesi spektroskopisi (FT-IR analizi)	59
4.5.5. Isıl davranış özellikleri (DSC analizi)	61
4.6. Kekte MKS'nin Yağ İkamesi Olarak Kullanımının İncelenmesi	63
4.6.1. Kekte MKS'nin yağ ikamesi için optimum reçete belirlenmesi.....	63
4.6.2. Keklerde raf ömrü analizleri	67
4.7. MKS Kullanımının Ekmek Özelliklerine Etkisi	81
5. SONUÇLAR	96
6. KAYNAKLAR	99
7. EKLER.....	108
EK-1. Kek Duyusal Değerlendirme Formu	108
EK-2. Kek Raf Ömrü TBA Analizi Kalibrasyon Grafiği	109
EK-3. Ekmek Duyusal Değerlendirme Formu	110
EK-4. Optimizasyon Çalışmaları Randıman (%) ANOVA Testi Sonuç Tablosu	111
EK-5. Optimizasyon Çalışmaları Polimerizasyon derecesi ANOVA Testi Sonuç Tablosu.....	112
EK-6. Optimizasyon Çalışmaları 5 µm Altı Partikül Çapına Sahip Tanecik Oranı (%) ANOVA Testi Sonuç Tablosu	113
EK-7. Asit Hidrolizi Optimizasyon Çalışmaları Katsayılar Tablosu.....	114
EK-8. Ekmek Üretiminde kullanılan unların Farinograf Grafikleri.....	115
EK-9. Ekmek Üretiminde kullanılan unların Ekstensograf Grafikleri.....	118
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Doktora Tezi olarak sunduğum “**Muz lifinden mikrokristalin selüloz elde edilmesi ve gıda katkı maddesi olarak ekmekte ve kekta kullanım olanaklarının incelenmesi**” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

03/08/2023

Nisa Durak

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

%	: yüzde
°C	: santigrat derece
a_w	: su aktivitesi
d	: öz kütle (g/ml)
dk	: dakika
g	: gram
L	: litre
M	: molarite (mol/dm ³)
mg	: miligram
ml	: mililitre
N	: normalite (mol/dm ³ x tesir değeri)
No	: numara
rpm	: devir sayısı / dakika
sn	: saniye
µm	: mikrometre
,	: ondalık ayırıcı

Kısaltmalar

ANOVA	: Varyans analizi (Analysis of variance)
As	: Arsenik
Cd	: Kadmiyum
CrI	: Kristallik
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (Differential Scanning Calorimeter)
FeCl ₃	: Demir klorür

FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (Fourier-transform infrared spectroscopy)
GRAS	: Genel olarak güvenli (Generally Recognized as Safe)
H ₂ SO ₄	: Sülfirik asit
HCl	: Hidroklorik asit
Hg	: Cıva
KM	: Kuru madde
MKS	: Mikrokristalin selüloz (Microcrystalline cellulose (MCC))
M-MKS	: Optimizasyon sonucu belirlenen koşullar kullanılarak, muz lifinden üretilen mikrokristalin selüloz
M-selüloz	: Muz lifinden üretilen α -selüloz
NaO ₂ Cl	: Sodyum klorit
Pb	: Kurşun
PD	: Polimerizasyon derecesi
SEC	: Boyut eleme kromatografisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope)
SS	: Standart sapma
TBA	: Tiyobarbitürik asit
TGK	: Türk Gıda Kodeksi
T-MKS	: Türkiye piyasasından temin edilen mikrokristalin selüloz
TPA	: Tekstür profil analizi
T-selüloz	: Tedarik edilen α -selüloz
XRD	: X-Işını Kırınımı (X-ray Diffraction)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. MKS'nin moleküler yapısı (n=200-300)	4
Şekil 2.2. Lignoselülozik materyallerin şematik diyagramı ve yapıları	6
Şekil 2.3. Hidroliz sırasında MKS ayırımının şematik gösterimi.....	7
Şekil 2.4. MKS'nin gıda sanayiinde kullanım alanları	13
Şekil 3.1. Muz lifinden asit hidroliz yöntemiyle MKS elde edilmesi için optimizasyon çalışmaları (Çalışma 1. aşama).....	15
Şekil 3.2. T-MKS ile M-MKS'nin TKG'ye uygunluğunun incelenmesi ve karakteristik özelliklerinin belirlenerek karşılaştırılması (Çalışma 2. aşama).....	16
Şekil 3.3. MKS'nin kekte yağ ikamesi olarak kullanımının kek kalite özelliklerine ve raf ömrü üzerine etkilerinin araştırılması (Çalışma 3. aşama)	17
Şekil 3.4. MKS'nin ekmekte katkı maddesi olarak kullanımının ekmek kalite ve bayatlama özelliklerine etkilerinin araştırılması (Çalışma 4. aşama)	19
Şekil 3.5. 80 °C'de 5 saat %2'lik NaOH çözeltisi ile muamele ardından süzme ve yıkama işlemleri, işlemler sonucunda elde edilen süzüntüler.....	22
Şekil 3.6. 75 °C'de 15 dk NaO ₂ Cl çözeltisi (5 g NaO ₂ Cl ve 4 g amino asit /100 ml deiyonize su) ile muamele ardından süzme ve yıkama işlemleri, işlemler sonucunda elde edilen süzüntüler.....	23
Şekil 3.7. 80 °C'de 1 saat %12'lik NaOH çözeltisi ile muamele ardından süzme ve yıkama işlemleri, işlemler sonucunda elde edilen süzüntüler.....	24
Şekil 3.8. Hacim indeksi ölçüm şablonu ve A, B, C, D değerleri.....	30
Şekil 4.1. a) Muz gövde lifi, b) Muz hevenk lifi	34
Şekil 4.2. Öğütülmüş a) Muz gövde lifi, b) Muz hevenk lifi	34
Şekil 4.3. Muz gövde lifi boyutu dağılım grafiği	35
Şekil 4.4. Muz hevenk lifi partikül boyutu dağılım grafiği	36
Şekil 4.5. Süzme denemelerinde kullanılan filtreler ve gözenek çapları.....	37
Şekil 4.6. Çeşitli konsantrasyonlarda NaO ₂ Cl çözeltisi kullanılarak MKS üretimi yapılması	38
Şekil 4.7. Elde edilen M-selüloz a) ağartma işlemi sonrası kurutma öncesi, b) kurutma sonrası M-selüloz.....	39
Şekil 4.8. Optimizasyon çalışmalarında elde edilen örnekler (Std 1-15)	43

Şekil 4.9. Optimizasyon çalışmalarında elde edilen örnekler (Std 16-30)	44
Şekil 4.10. Randıman tahmin edilen değerler ve elde edilen değerler dağılım grafiği...	45
Şekil 4.11. Randıman (%) bağımlı değişkeni üzerine optimizasyon faktörlerinin etkisi	46
Şekil 4.12. Randıman tahmin edilen değerler ve elde edilen değerler dağılım grafiği...	47
Şekil 4.13. PD bağımlı değişkeni üzerine optimizasyon faktörlerinin etkisi.....	47
Şekil 4.14. PD optimizasyon modeli 3 boyutlu grafiği (HCL konsantrasyonu 1,5 mol ve Asit çözeltisi Materyal oranı 20 değerleri sabit olduğu koşullarda)	48
Şekil 4.15. 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) tahmin edilen değerler ve elde edilen değerler dağılım grafiği.....	49
Şekil 4.16. 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) bağımlı değişkeni üzerine optimizasyon faktörlerinin etkisi.....	49
Şekil 4.17. Optimizasyon çalışmaları sonucunda elde edilen optimum parametreler ve elde edilen MKS için tahmin edilen ortalama değerler	51
Şekil 4.18. a) T-MKS ve b) M-MKS.....	52
Şekil 4.19. T-MKS partikül boyut dağılımı	53
Şekil 4.20. M-MKS partikül boyut dağılımı.....	54
Şekil 4.21. a) M-selüloz ve b) T-selüloz örneklerine ait SEM görüntüleri	55
Şekil 4.22. a) M-MKS ve b) T-MKS örneklerine ait SEM görüntüleri	56
Şekil 4.23. M-selüloz ve T-Selüloz örneklerine ait XRD grafiği	57
Şekil 4.24. M-MKS ve T-MKS örneklerine ait XRD grafiği	58
Şekil 4.25. M-MKS ve T-MKS örneklerine ait FT-IR spektrum grafiği.....	60
Şekil 4.26. T-MKS ve M-MKS örneklerine ait DSC termogramı	62
Şekil 4.27. a) Kontrol b) M15, c) M20, d) M25, e) M30 ve f) M50 formülasyonları kullanılarak üretilen kekler	63
Şekil 4.28. Kek depolama sıcaklık koşulları.....	67
Şekil 4.29. Üretilen kek örnekleri; a) Kontrol, b) M-M25, c) T-M25.....	68
Şekil 4.30. Modifiye atmosferde paketlenmiş kek örnekleri; a) Kontrol, b) M-M25, c) T-M25	68

Şekil 4.31. Farinograf analizi sonucu kontrol unu ve MKS içeren (una oranla ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren) unlara ait farinogramlar.....	81
Şekil 4.32. Ekstensograf analizi sonucu kontrol unu ve MKS içeren (una oranla ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren) unlara ait ekstensogramlar	82
Şekil 4.33. Ekmeklerin a) Genel görüntüleri ve b) kesit görüntüleri	83
Şekil 4.34. Ekmek depolama sıcaklık değişimi (gün içinde ölçülen minimum ve maksimum sıcaklıklar).....	85
Şekil 4.35. Depolama süresince ekmeklerin a_w değişim grafiği.....	86



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Farklı kaynaklardan elde edilen MKS'nin polimerizasyon derecesi, kristallik değerleri ve termal ayrışma sıcaklıkları	10
Çizelge 2.2. FT-IR MKS pik analizi	11
Çizelge 2.3. TGK Gıda Katkı Maddelerinin Spesifikasyonları Hakkında Yönetmelik kapsamında MKS'nin sahip olması gerekli özellikler	12
Çizelge 3.1. Optimizasyon çalışması deneme deseni	25
Çizelge 3.2. Kek formülasyonları (Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50)	29
Çizelge 4.1. Gövde ve Hevenk lifi renk ve KM (%) değerleri	35
Çizelge 4.2. Muz gövde ve hevenk lifi ve farklı konsantrasyonlarda NaO ₂ Cl kullanılarak ağartma işlemi uygulanan örnekler için lignin, holoselüloz, α-selüloz ve hemiselüloz oranları (%)	38
Çizelge 4.3. Asit hidrolizi optimizasyonu için belirlenen çalışma aralıkları	40
Çizelge 4.4. Asit hidroliz yöntemi optimizasyon çalışması sonucu elde edilen veriler	41
Çizelge 4.5. Optimizasyon çalışması sonucunda elde edilen değerlere ait özet bilgiler	41
Çizelge 4.6. Asit hidrolizi optimizasyonu için seçilen parametrelerin sahip olması gereken değerler	50
Çizelge 4.7. (MKS) üretimi optimizasyon modelinin doğrulama analiz sonuçları	51
Çizelge 4.8. MKS'nin TGK'de belirtilen özelliklere ait analiz sonuçları	53
Çizelge 4.9. T-Selüloz, M-selüloz, T-MKS ve M-MKS örneklerine ait XRD değerleri	59
Çizelge 4.10. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin hamur viskozitesi (cm/120 sn), pişirme sonrası ağırlık kaybı (g), hacim İndeksi (mm), spesifik hacim, nem içeriği (%) ve a _w (su aktivitesi) değerleri	63
Çizelge 4.11. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin dış ve iç renk (L*, a*, b*) değerleri	65
Çizelge 4.12. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin duyusal değerlendirme (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı, tekstür, koku, tat, ağızda bıraktığı his ve beğeni durumu) değerleri	65

Çizelge 4.13. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin duysal analiz (sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet) değerleri	66
Çizelge 4.14. Keklerin (kontrol, M-M25 ve T-M25) hamur akışkanlığı, hacim indeksi, spesifik hacim, pişirme sonrası ağırlık kaybı sonuçları.....	69
Çizelge 4.15. Depolama süresince keklerin nem içeriği (%) ve a_w analiz sonuçları	70
Çizelge 4.16. Depolama süresince keklerin dış renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE) analiz sonuçları	71
Çizelge 4.17. Depolama süresince keklerin iç renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE) analiz sonuçları	72
Çizelge 4.18. Depolama süresince keklerin tekstür (sertlik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık ve çiğnenebilirlik) analiz sonuçları.....	74
Çizelge 4.19. Depolama süresince keklerin tekstür (elastikiyet ve esneklik) analiz sonuçları	75
Çizelge 4.20. Depolama süresince keklerin duysal (Dış görünüş, İç renk, Gözenek yapısı, Tekstür) analiz sonuçları	77
Çizelge 4.21. Depolama süresince keklerin duysal (Koku, Tat, Ağızda bıraktığı his, Genel beğeni) analiz sonuçları	78
Çizelge 4.22. Depolama süresince keklerin serbest yağ asitliği (%) ve TBA reaktifleri, peroksit sayısı analiz sonuçları.....	80
Çizelge 4.23. Ekmek üretiminde kullanılan kontrol unu ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren unlara ait farinograf analiz sonuçları.....	82
Çizelge 4.24. Ekmek üretiminde kullanılan kontrol unu ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren unlara ait ektensograf analiz sonuçları	83
Çizelge 4.25. Ekmeklerin pişirme sonrası ağırlık kaybı, hacim, nem içeriği, a_w ve renk analiz sonuçları	84
Çizelge 4.26. Depolama süresince ekmeklerin nem içeriği (%) analiz sonuçları.....	85
Çizelge 4.27. Depolama süresince ekmeklerin a_w analiz sonuçları	86
Çizelge 4.28. Depolama süresince ekmeklerin dış renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE^*) analiz sonuçları	88
Çizelge 4.29. Depolama süresince ekmeklerin iç renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE^*) analiz sonuçları	89

Çizelge 4.30. Depolama süresince ekmeklerin TPA (sertlik, esneklik ve kohezif yapışkanlık) analiz sonuçları.....	90
Çizelge 4.31. Depolama süresince ekmeklerin TPA (sakızımsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet) analiz sonuçları.....	91
Çizelge 4.32. Ekmeklerin duyusal (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı) özellik değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi	92
Çizelge 4.33. Ekmeklerin duyusal (tadı, aroması, çiğnenebilirliği ve beğeni durumu) özellik değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi	93
Çizelge 4.34. DSC analizi sonucu elde edilen Tg (°C) ve ΔH (j/g) değerleri.....	95



1. GİRİŞ

Artan dünya nüfusu ve kısıtlı kaynaklar nedeniyle gıda güvencesi, sağlıklı beslenme ve gıdanın sürdürülebilirliği gibi konular dünya genelinde gıda endüstrisinin en temel gündemini oluşturmaktadır. Ayrıca günümüzde gıda endüstrisinin, tüketicinin daha besleyici, kişiselleştirilmiş ve izlenebilir gıda talebine karşı cevap verme ihtiyacı giderek artmaktadır. Bu hususlar göz önünde bulundurulduğunda, mevcut kaynakların mümkün olan en verimli şekilde değerlendirilmesi bir seçim değil, zorunluluktur. Bu nedenle besleyici ve fonksiyonel özellikleri bulunan gıda sanayi yan ürünlerinin ve tarımsal atıklarının gıda üretiminde kullanıma kazandırılması büyük önem taşımaktadır.

Gıda üretimine kazandırılma potansiyeline sahip kaynaklardan birisi de muz tarımsal atığı olarak elde edilen muz lifidir. Türkiye’de muz üretimine ait istatistikler incelendiğinde 1999 yılında 15.995 ton olan muz meyvesi üretiminin günümüze kadar artarak 2023 yılında 866.366 tona ulaştığı bildirilmektedir (TÜİK 2023). Muz bitkisi gövdesi iki kısımdan oluşur. Toprak altında olan kısım gerçek gövde olarak adlandırılır ve çok yıllık bir bitkidir, diğer kısım ise yalancı ya da toprak üstü gövde olarak adlandırılır. Yalancı gövde yapraklarını tamamladıktan sonra hevenk olarak da adlandırılan meyve salkımı oluşur. Yalancı gövde bir kez meyve vermekte olup meyvesi hasat edildikten sonra kesilerek atılmaktadır. Muz üretiminde ortaya çıkan atık da bu yalancı gövde ve hevenkten oluşmaktadır (Sözer ve Yıldız 2011).

Muz tarımından elde edilen meyve miktarı, ağırlıkça bitkinin sadece %12’sini oluşturmaktadır (Elanthikkal vd. 2010) ve geriye kalan bitkisel materyal tarımsal atığı oluşturmaktadır. Bu atığın yaklaşık %65’nin su olduğu ve diğer polisakaritleri de içerdiği düşünüldüğünde bu kısımdan elde edilebilecek ham lif miktarı bitkinin yaklaşık %12’sine yani meyve miktarı ile aynı yüzdeye karşılık gelmektedir. Bu da 2023 yılı verileri göz önüne alındığında yıllık yaklaşık kuru bazda yaklaşık 800 bin ton lif kaynağına sahip olduğumuzu göstermektedir. Bu atıklar Türkiye’de aktif olarak faaliyet göstermekte olan bazı firmalar tarafından işlenerek muz lifi haline getirilmekte ve çeşitli hediyeelik eşya yapımında kullanılmak üzere çok düşük katma değere sahip bir ürün olarak pazarlanmakta ya da biyogübre üretiminde kullanılmaktadır. Ancak yüksek selüloz içeriğine sahip bu atıklar genellikle yakılarak imha edilmekte ya da hiçbir işlem uygulanmadan çöpe atılmaktadır (Sözer ve Yıldız 2011).

Bitkiler, deniz canlıları ve bakterilerde bulunabilen selüloz, yeryüzünde en çok sentezlenen biyopolimerler arasındadır (Klemm vd. 2005). Selüloz içeren kaynakların, kimyasal içerikleri incelendiğinde en düşük selüloz içeriğine sahip olan pirinç kabuğu ve en yüksek selüloz içeriğine sahip olan pamuk olmak üzere selüloz içeriğinin ağırlıkça %30,98-93 aralığında olduğu belirtilmektedir. Bu kaynaklar içerisinde ise muz bitkisinde selüloz içeriğinin %63-64 gibi yüksek bir değerde bulunduğu belirtilmektedir (Trache vd. 2016). Selüloz, etkileyici yapı ve özelliklere sahip olan, bol miktarda ve ekonomik olarak temin edilebilen bir hammadDEDİR ve dünya çapında büyük miktarda mevcut, yenilenebilir bir polimer kaynağıdır. Selüloz, odunsu bitkilerde, örneğin pamuk bitkisinin tohum kollarında, oldukça saf bir şekilde sentezlenmekte ancak lignoselülozik materyal içerisinde, hücre duvarındaki lignin ve diğer polisakaritlerle (hemiselülozlar) birlikte bulunmaktadır. Selüloz lifleri milyonlarca mikro iplikçikten oluşmaktadır. Bu mikro iplikçikler kristalimsi ve amorf zincir parçalarına sahiptir (Klemm vd. 2005; Wüstenberg 2015). Tüm molekül boyunca kristalimsi bölgelerde erişilemeyen aside ve alkaliye

duyarlı bağlar vardır. Bu kararsız bağların amorf bölgelerden hidrolitik olarak uzaklaştırılmasıyla çok yüksek kristalimsi yapıya sahip olan mikrokristalin selüloz (MKS) elde edilebilmektedir (Wüstenberg 2015; Trache 2017)

MKS gibi yüksek katma değere sahip bir ürün, muz lifinin hammadde olarak kullanılmasıyla elde edilebilmektedir (Adel vd 2010; Suchaiya ve Aht-Ong 2011; Ibrahim vd. 2013; Sainorudin vd. 2018). MKS ilaç sanayiinde bağlayıcı, adsorbe edici, akışkanlık sağlayıcı ajan olarak; gıda sanayinde stabilizatör, topaklanma önleyici, yağ ikamesi, emülgatör olarak ve kozmetik endüstrisinde yağ ikamesi, kıvam arttırıcı, bağlayıcı ajan olarak kullanılan önemli bir katkı maddesidir (Leppänen vd. 2009; Trache vd. 2016).

Türk Gıda Kodeksinde (TGK) MKS “lifli bitki materyallerinden bir pulp olarak elde edilen alfa-selülozun mineral asitlerle işlem görmesiyle hazırlanmış, saflaştırılmış ve kısmen depolimerize edilmiş selülozdur” şeklinde tanımlanmaktadır. TGK’de gıda katkı maddelerinin spesifikasyonları hakkında yönetmelik” kapsamında MKS’nin sahip olması gereken özellikler belirtilmiştir. Bu yönetmeliğe göre; MKS’nin, polimerizasyon derecesi (PD) 400’den küçük olmalı, partikül boyutu 5 µm’den az olmamalı (5 µm’den küçük partiküller %10’dan fazla olmayacak şekilde), sodyum hidroksit çözeltisinde esas olarak çözünmemeli veya tamamen çözünmemeli, renk reaksiyonu analizi sonucunda kırmızı renk oluşumu gözlenmeli, yüksek hızlarda su ile karıştırıldığında oluşan karışım; kolay akan bir süspansiyon ya da ağır, topaklı, çok akışkan olmayan; akması hâlinde yavaş hareket eden ve pek çok sıkışmış hava kabarcığı içeren bir süspansiyon olmalıdır, elde edilen süspansiyon pH değeri 5,0- 7,5 arasında olmalı, kurutma kaybı %7’den fazla olmamalı, suda çözünen madde oranı %0,24’ten fazla olmamalı, sülfatlandırılmış kül oranı %0,5’ten fazla olmamalı, nişasta içermemeli, içeriğinde arsenik (As) 3 mg/kg’dan, kurşun (Pb) 2 mg/kg’dan, cıva (Hg) 1 mg/kg’dan ve kadmiyum (Cd) 1 mg/kg’dan fazla olmamalıdır (TGK 2017).

Selüloz jeli olarak da bilinen MKS, fibröz selülozun yeniden dağılabilir bir jele veya kristalin selüloz agregasına dönüştürülmesiyle üretilmektedir. Bu malzemenin toz haline getirilmiş, ince tanecikli bir formda kurutulmasıyla MKS (toz) veya MKS’nin bir bariyer dağıtıcı ile birlikte işlenmesi ardından kurutulmasıyla kolloidal MKS elde edilebilir (Tuason vd. 2010). Ticari olarak temin edilebilen MKS odun hamurundan elde edilmektedir (Kale vd. 2018). Ancak MKS’nin 1951’de ilk kez elde edilmesinden (Rånby 1951) sonra birçok bitki ve tarımsal atığın örneğin; su sümbülü (Gaonkar ve Kulkarni 1986), şeker kamışı küspesi (Parakilar ve Bhatawdekar 1988), pirinç sapı (Jianan vd. 1996; Agblevor vd. 2007), soya kabuğu (Uesu vd. 2000; Merci vd. 2015), mısır sapı (Ohwoavworhwa ve Okhamafe 2004; Azubuike vd. 2012b), mısır koçanı, pamuk çırçır atıkları, pamuk sapları,(Audu-Peter vd. 2005; Agblevor vd. 2007) muz yetiştiricilik atığı (Zuluaga vd. 2007; Elanthikkal vd. 2010), yer fıstığı kabuğu (F. O. Ohwoavworhwa vd. 2009; Azubuike vd. 2012a), pamuk şeridi (Das vd. 2009), bambu (Okorie ve Ibezim 2010), sorgum (Ohwoavworhwa ve Adelakun 2010), kenaf lifi (Wang vd. 2010), fasulye kabuğu (Adel vd. 2010) pamuk, hintkeneviri, gazete kâğıdı, filtre kâğıdı (Das vd. 2010; Jahan vd. 2011), muz gövde lifi (Suchaiya ve Aht-Ong 2011), talaş (Oyeniye ve Itiola 2012), pirinç kabuğu (Virtanen vd. 2012), halfa otu (Trache vd. 2013), palmye yağı biyokütle kalıntıları (Mohamad Haafiz vd. 2013), yem otu (Kalita vd. 2013), mango çekirdeği (Nwadiogb vd. 2015), mısır kabuğu (Vora ve Shah 2015), kakao kabuğu (Zailani ve Jimad 2016), buğday samanı (Jinbao vd. 2016), portakal kabuğu (Akhavue ve Osubor 2017), greyluft kabuğu (Liu vd. 2018) vb. kaynakların MKS üretiminde

hammadde olarak kullanım olanakları incelenmiştir. Ayrıca gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda Muz tarımsal atıklarından MKS elde edilebildiği (Suchaiya ve Aht-Ong 2011; Ibrahim vd. 2013). Bu bilgiler, Türkiye’de tarımı yapılan muz bitkisinin tarımsal atıklarının MKS elde edilmesi için uygun bir kaynak olduğu sonucuna ulaşmamızı sağlamaktadır. Ancak gerçekleştirilen bu çalışmalarda elde edilen MKS’nin gıda katkı maddesi olarak kullanımının uygunluğu değerlendirilmemiştir.

Farklı kaynakların kullanılmasıyla birlikte, MKS üretim aşamalarında farklı yöntemler kullanılmıştır; bunlar asit hidrolizi (HCl, H₂SO₄), alkali hidrolizi (delignifikasyon/ağartma aşaması), buhar patlaması (asit kullanımına alternatif), ekstrüzyon (hidroliz metodu) ve enzim ile hidrolizdir. Kullanılan hidroliz yönteminin MKS özelliklerine etkisi olduğu, enzim hidrolizi ile elde edilen MKS’nin kristalizasyon derecesinin daha düşük olduğu ve asit hidrolizi yöntemleri ile kıyaslandığında ortalama boyut büyüklüğü değişim aralığının daha düşük olduğu gözlenmiştir (Ibrahim vd. 2013). Farklı yöntemlerle elde edilen MKS’nin farklı özelliklerinin kompozit film ya da tablet yapısını nasıl etkilediğini araştıran çalışmalar mevcut olsa da yapılan literatür incelemesinde farklı hammaddeler kullanılarak elde edilen MKS’nin gıdalarda kullanılmasını ve gıda özellikleri üzerine etkisini araştıran bir çalışmaya rastlanmamıştır. Muz gövde lifinden MKS elde edilmesi için yapılan çalışmalar incelendiğinde polilaktik asit ile hidroliz (Suchaiya ve Aht-Ong 2011), enzim ile hidroliz (Ibrahim vd. 2013), biyokimyasal ön işlem (Shanmugam vd. 2015) gibi uygulamalar kullanıldığı belirtilmektedir.

Bu tez çalışmasının amacı, yerel kaynaklarımız kullanılarak gıda katkı maddesi olarak kullanıma uygun, yasal düzenlemelerde belirlenmiş kalite özelliklerine sahip MKS elde edilmesi için gerekli metot geliştirilmesidir. Ayrıca optimize edilen asitle yöntemiyle elde edilen MKS’nin (M-MKS) karakteristik özelliklerinin belirlenerek, özelliklerinin Türkiye piyasasından temin edilen mikrokristalin selüloz (T-MKS) ile kıyaslanması ve gıda katkı maddesi olarak gerekli yasal düzenlemelere uygunluğunun belirlenmesi amaçlanmıştır. Bunlara ek olarak elde edilen MKS’nin kekta yağ ikamesi (enerji içeriğinin düşürülmesi ve lif içeriğinin artırılması için) olarak kullanımının ve ekmekte kullanımının ürünlerin kalite özellikleri ve bayatlama üzerine etkisinin belirlenmesidir.

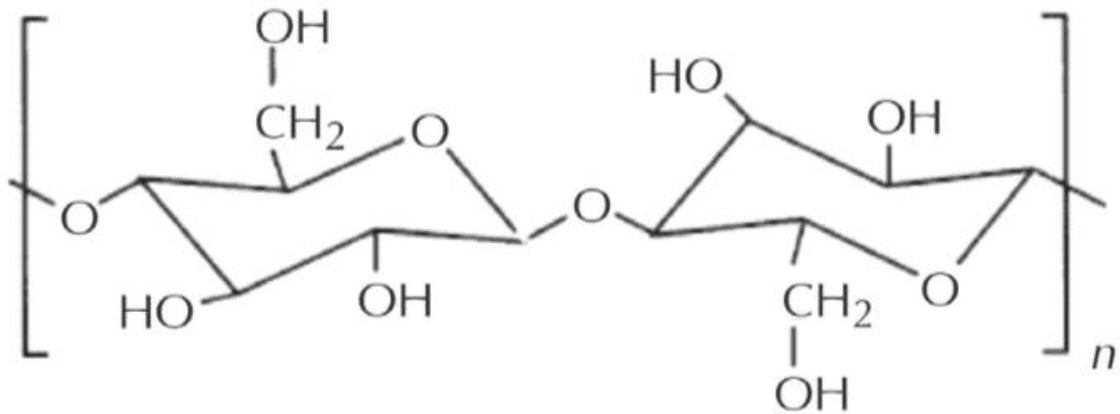
2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Mikrokristalin Selüloz

Bitkiler, deniz canlıları ve bakterilerde bulunabilen selüloz, yeryüzünde en çok sentezlenen biyopolimerler arasındadır (Klemm vd. 2005). Biyobozunurluk, yenilenebilirlik, yüksek termal kararlılık, yüksek mukavemet, sertlik vb. özellikler açısından üstün bir biyopolimer olan selülozun hidroksil gruplarının kimyasal modifikasyonu ile de endüstriyel uygulamalarının genişlemesi kolaylaşmaktadır. Modifikasyon işlemi selülozun işlenebilirlik özelliklerinin gelişmesini sağlamakta ve çeşitli polariteye sahip başka birçok malzeme ile etkileşime girme yeteneğini arttırmaktadır. Son yıllarda özellikle kâğıt, ambalaj filmleri, ilaç, tekstil ve gıda endüstrisi gibi alanlarda çeşitli uygulamalarda modifiye selüloz kullanımı yaygınlaşmaktadır.

Yapısal olarak, selüloz hem amorf hem de kristal yapıda bölgelere sahiptir. Kristal bölgelerin izolasyonu, değişken şekil ve boyuta sahip selüloz kristalleri (mikro kristalin, mikro fibril, nano kristalin, nano fibril ve bakteriyel selüloz) formunda bir dizi fonksiyonel bileşen üretmek için kimyasal, mekanik ve biyolojik yöntemler kullanılmaktadır (Habibi vd. 2010). Bitkiler içinde saf olarak bulunan selüloz α , β ve γ selüloz olmak üzere 3 gruba ayrılır; α -selüloz, ağırlıkça %17,5 ve %9,45 NaOH çözeltileri ile sıralı ekstraksiyona dirençli, yüksek derecede polimerizasyona sahip, bozulmamış yapıdadır, β -selüloz, asitlendirme ile yeniden çöktilebilen, düşük derecede polimerizasyona sahip çözünür özelliktedir. γ -selüloz, esas olarak hemiselülozlardan oluşan çözeltilde kalan malzemedir (Vallejos vd. 2022).

MKS α -selülozun saflaştırılmış, kısmen depolimerize edilmiş bir fraksiyonudur, β -(1-4) glikozidik bağ ile birbirine bağlanmış glikoz birimlerinden oluşur (Imeson ve Humphreys 1997). β bağlantısı, aynı zamanda, tekli polimerlerden oluşan moleküler zincirlerin, aralarında sıkı doğrusal düzende bağlanmasına olanak sağlar (Phillips ve Williams 2009). Şekil 2.1’de MKS’nin moleküler yapısı görülmektedir.



Şekil 2.1. MKS’nin moleküler yapısı ($n=200-300$) (Sarkar vd. 2017)

MKS gözenekli, agrega, beyaz, kokusuz, safsızlık içermeyen kristal bir tozudur. (Leppänen vd. 2009). MKS organik ve inorganik kirletici maddelerden neredeyse tamamen arındırılmış yapıya sahiptir (Imeson ve Humphreys 1997; Leppänen vd. 2009).

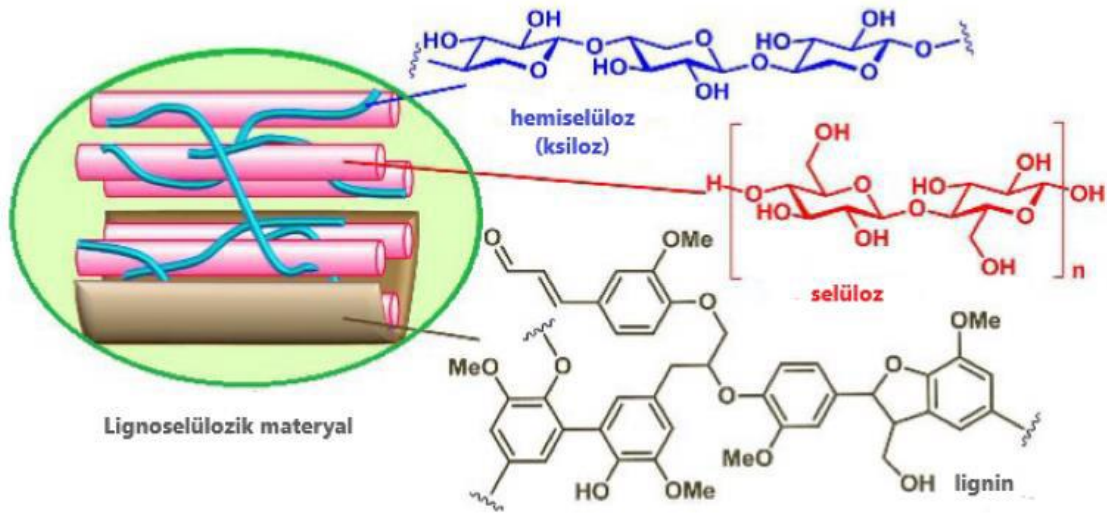
Toz halindeki MKS çözünmez ve kimyasal olarak inerttir; doğada kristaldirler ve çok gözenekli bir yapıya sahiptir (Imeson ve Humphreys 1997).

2.2. Mikrokristalin Selülozun Üretim Kaynakları ve Yöntemleri

MKS, bitkiler ve bakteri kökenli olarak geniş bir şekilde kategorize edilen çeşitli kaynaklardan ekstrakte edilebilir. Bu iki ana kaynağın geniş bir yelpazesinden üretilen selüloz mikro kristal türleri, sayısız ticari uygulama için araştırılmıştır. MKS üretiminde kullanılan hammaddeler odun ve odun olmayan kaynaklar olarak ikiye ayrılmaktadır.

Odun kaynakları arasında sert ağaç, yumuşak ağaç ve pamuk elyafı bulunurken, odun dışı kaynaklar ağırlıklı olarak lignoselülozik malzemeler ve özellikle tarımsal atıklardır. Hammadde, kaynağı ne olursa olsun yüksek molekül ağırlığı ile karakterize edilir (Habibi vd. 2010). Hammaddenin kimyasal bileşeni (selülozlar, hemiselülozlar ve lignin), kimyasal oranlar ve yapısal organizasyon açısından önemli ölçüde farklılık gösterir (iki amorf bölge tarafından sıkıştırılmış kristal bölgeler). Ayrıca, yüzey alanı, moleküler ağırlık, kristallik, nem içeriği ve gözenekli yapı gibi hammadde özellikleri malzeme kaynağından etkilenir (İbrahim ve El-Zawawy 2007). Bitki materyalleri (odunsu kaynaklar ve pamuk elyafı) genellikle mikro ölçekli kristalli malzemenin üretimi için hammadde olarak kullanılır. Odunun yanı sıra, diğer bitki kaynakları, özellikle tarımsal atıklar (selüloz bakımından zengin lignoselülozik biyokütleler) alternatif kaynaklar olarak araştırılmaktadır. Bakteriyel kristalli selülozun fizikokimyasal özellikleri de incelenmiştir. Yeşil bitki kaynaklarının aksine, bakteri selülozu saftır ve lignin, pektin ve hemiselüloz gibi safsızlıkların giderilmesi için kapsamlı işlemler gerektirmez (Lin vd. 2013). Bu nedenle, farklı kaynaklardan elde edilen MKS, farklı fizikokimyasal özellikler ve performans sergilemektedir.

Selüloz içeren kaynakların, kimyasal içerikleri incelendiğinde en yüksek içeriğe sahip olan pamuk ve en düşük içeriğe sahip olan pirinç kabuğu olmak üzere selüloz içeriğinin ağırlıkça %93 ile %30,98 aralığında olduğu; bu kaynaklar içerisinde ise muz bitkisinde selüloz içeriğinin %63-64 gibi yüksek bir değerde bulunduğu belirtilmektedir (Trache vd. 2016). Selüloz, etkileyici yapı ve özelliklere sahip olan, bol miktarda ve ekonomik olarak temin edilebilen bir hammaddedir ve dünya çapında büyük miktarda mevcut, yenilenebilir bir polimer kaynağıdır. Selüloz odunsu bitkilerde, örneğin pamuk bitkisinin tohum kılıklarında, oldukça saf bir şekilde sentezlenmekte, ancak Şekil 2.2’de de görüldüğü üzere bu lignoselülozik materyal içerisinde, selüloz hücre duvarındaki lignin ve diğer polisakkaritlerle (hemiselülozlar) birlikte bulunmaktadır (Wüstenberg 2015; Trache 2017) Şekil 2.2’de Lignoselülozik materyallerin şematik diyagramı ve yapıları verilmiştir (Afifah vd. 2016).



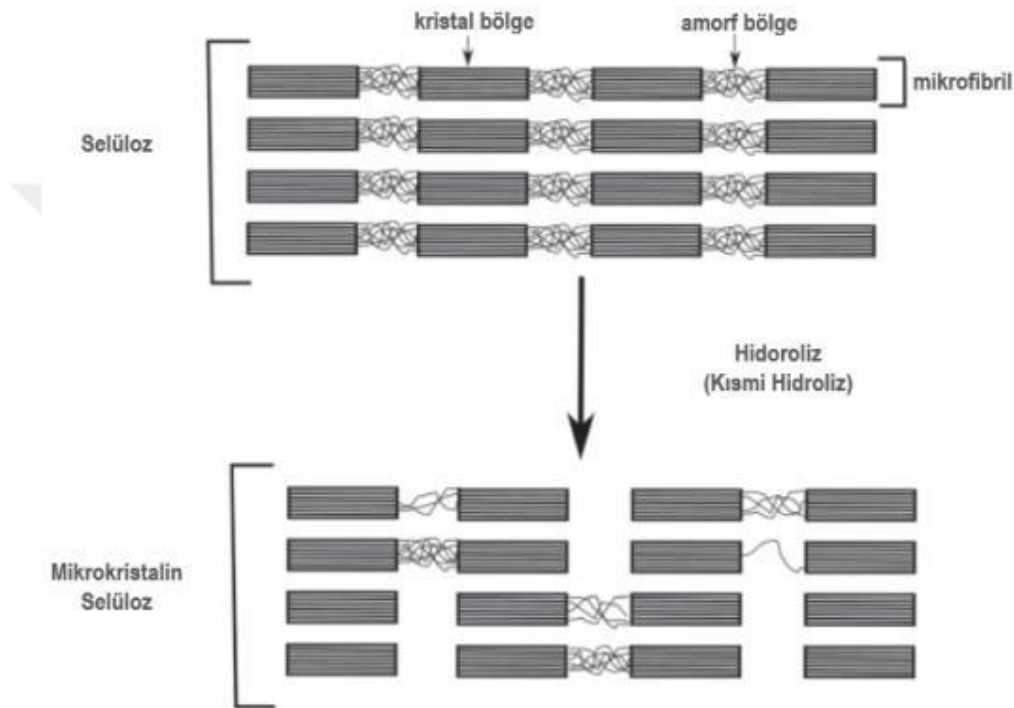
Şekil 2.2. Lignoselülozik materyallerin şematik diyagramı ve yapıları (Afifah vd. 2016)

Bir hammadde kaynağından MKS'nin hazırlanması saflaştırılmış selüloz elde etmek için saflaştırma ön işlemi ve MKS elde etmek için saflaştırılmış selülozun işlenmesi olmak üzere iki aşamadan oluşur. Saflaştırma adımı büyük ölçüde selülozun ham madde kaynağının türüne bağlıdır. Örneğin, odun gibi bitki kaynakları için ön işlem, saf selüloz lifi elde etmek için hemiselüloz, lignin ve diğer safsızlıkları kısmen veya tamamen giderir. Alg ve bakteriyel selülozlar söz konusu olduğunda, başlangıç materyalini elde etmek için genellikle duvar matrisini, bakterileri ve diğer ortamları ortadan kaldırmak için kültürleme yöntemleri ve müteakip saflaştırma adımları kullanılır. İkinci adım temel olarak saflaştırılmış α -selülozun MKS elde etmek için işlenmesini içerir. MKS'nin üretimi için geleneksel asit hidrolizi (Kalita vd. 2013), enzimatik teknoloji (Anderson vd. 2014), mekanik teknikler, iyonik yöntem (Oluwasina vd. 2014) veya bu tekniklerin iki veya daha fazlasının kombinasyonu mevcut olsa da asit ekstraksiyon yöntemi nispeten daha düşük maliyeti ve daha kısa üretim süresi nedeniyle MKS'nin ticari üretimi için en yaygın yöntemdir. Asit hidroliz tekniğinde asit; selülozun (genellikle saflaştırılmış/ağartılmış hamur) mikrokristalin oluşturmak üzere kısmi depolimerizasyona uğramasına neden olur. İstenilen seviye düşük PD'ye ulaşıldığında hidroliz işlemi durdurulur. PD, hammaddeye özgüdür ve tipik olarak 180–400 aralığında bulunur. Asit işleminden sonra, kalıntı kütle nötralize edilir ve safsızlıkları gidermek için iyice yıkanır. Islak kütle daha sonra kurutularak MKS tozu elde edilir veya mekanik olarak ıslak öğütülür ve bir dağıtıcı madde ile işlenir. Sprey kurutma, ıslak maddeyi kurutmak için yaygın bir teknolojidir, ancak alternatif yöntemler de kullanılabilir (Vanhatalo ve Dahl 2014).

Tipik olarak, nihai ürünün %10'undan azı 5 nm'den küçük partikül boyutuna sahiptir (Vanhatalo ve Dahl 2014). Asit hidrolizinde hidroklorik asit (HCl), nitrik asit, fosforik asit, sülfürik asit ve amonyum per-sülfat dahil olmak üzere farklı güçlü mineral asitler kullanılmaktadır. Sülfürik asit kullanımı içeren hidroliz, genellikle yüklü bir sülfat ester yüzeyi ile yüksek oranda çözünür parçacıklarla sonuçlanmaktadır (Veerson vd. 2014). Asit hidrolizinin yoğunluğu da nihai ürün parçacık boyutunu etkiler. Hafif asit işlemi daha geniş parçacık boyutu dağılımına neden olurken, yoğun asit işlemi altında ise daha dar parçacık boyutu dağılımına sahip küçük parçacıklar elde edilmektedir (Vanhatalo ve Dahl 2014). Bakteriyel selüloz, MKS üretimi için yeşil bir teknoloji olarak

ortaya çıkmıştır. Odun lifi ve diğer bitki parçaları liflerinin aksine, bakterilerden elde edilen selüloz diğer kirlenici polisakkaritlerden aridir ve onu izole etmek için enerji ve kimyasallara ihtiyaç duyulmaz, böylece odun hamurundan kaynaklanan çevresel sorunlar ortadan kalkmaktadır (Oliveira vd. 2011).

Selüloz lifleri milyonlarca mikro-iplikçikten oluşmaktadır. Bu mikro-iplikçikler kristalimsi ve amorf zincir parçalarına sahiptir. Tüm molekül boyunca kristalimsi bölgelerde erişilemeyen aside ve alkaliye duyarlı bağlar vardır. Bu kararsız bağların amorf bölgelerden hidrolitik olarak uzaklaştırılmasıyla çok yüksek kristalimsi yapıya sahip olan MKS elde edilebilmektedir (Bkz. Şekil 2.3) (Wüstenberg 2015; Trache 2017).



Şekil 2.3. Hidroliz sırasında MKS ayırımının şematik gösterimi (Trache 2017)

MKS'nin hazırlanması sırasında kullanılan proses aşamalarına bağlı olarak toz MKS, koloidal MKS ve MKS hamuru (cream paste MKS) olmak üzere üç farklı MKS türü elde edilebilir. Toz haline getirilmiş MKS, asit hidrolizi sonrası nötrleştirme, süzme ve püskürterek kurutma yoluyla elde edilir. Toz haline getirilmiş MKS parçacıkları, hidrojen bağıyla sıkıca bir arada tutulan birçok birincil parçacığın agregatları olduklarından, serbest akışlı ve gözeneklidirler. Agregat yapıları nedeniyle, toz haline getirilmiş MKS parçacıkları, sıkıştırma sırasında kırılabilen ve yeniden hizalanabilen birçok dislokasyona ve kayma düzlemine sahiptir. Koloidal MKS, MKS ve hidrokolloidin birlikte işlenmiş bir karışımıdır. Yaygın olarak kullanılan hidrokolloidler, sodyum karboksimetil selüloz ve ksantan sakızı gibi suda çözünür selüloz türevleri veya polisakkaritlerdir. Hidrokolloidler, kurutma sırasında MKS parçacıklarının topaklanmasını önleyen bir bariyer görevi gören MKS parçacıkları üzerinde bir kaplama oluşturur. Koloidal MKS'nin stabilitesi, ısı ve basıncın neden olduğu sinerezi önleyen suda üç boyutlu bir ağ yapısının oluşumu yoluyla geliştirilmiştir. MKS'nin konsantrasyonunun ayarlanması yoluyla ise MKS hamuru elde edilir (Sarkar vd. 2017).

2.3. Mikrokristalin Selülozun Karakteristik Özellikleri ve Yasal Düzenlemeler

MKS'nin ham maddesi olan selüloz, lineer bir polimer oluşturmak için β -1,4-glikozidik bağlarla birbirine bağlanan on binlerce glikoz ünitesinden oluşan bir polisakkarittir (Gökalp vd. 2002). Saflaştırılmış selülozun bir ürünü olan MKS partikülleri, daha kısa uzunlukta doğrusal bir polimer zinciri oluşturmak üzere β -1,4-glikozidik bağlarla birbirine bağlanan glikoz birimlerinden oluşur. PD selüloz zincirindeki glikoz birimlerinin ($C_6H_{10}O_5$) sayısıdır. Canlı yapısında doğal olarak oluşan selüloz yaklaşık 10.000 polimerizasyon derecesine sahiptir. Selülozun ekstraksiyonu için kullanılan yöntemle bağlı olarak da yaklaşık 300-3000 polimerizasyon derecesine sahip olabilmektedir. Hidroliz işlemi sırasında MKS'nin moleküler ağırlığı orijinal selülozunkine göre azalır ve polimerizasyon derecesinin 400'den az olması gerektiği bildirilmektedir. Polimerizasyon derecesi için verilen limit değer MKS'yi ($PD < 400$) toz selülozdan ($PD > 400$) ayırmak için kullanılan bir değerdir (Thoorens vd. 2014; Trache 2017).

Literatürde hammadde kaynağının ve üretim prosedürünün MKS özelliklerine PD'den daha fazla etkisi olduğu bildirilmektedir (Thoorens vd. 2014; Trache 2017). Ancak PD'nin MKS'nin diğer fizikokimyasal özelliklerini de etkilediği belirtilmektedir. Örneğin, selülozun daha yüksek PD'lerinin, daha düşük PD'lere sahip olanlarla karşılaştırıldığında daha yüksek su tutma kapasitesi gösterdiği rapor edilmiştir (Zeug vd. 2002). Daha yüksek PD'nin nispeten daha çok sayıda hidroksil grubu nedeniyle daha higroskopik olduğu düşünülmektedir. PD'leri ile MKS tozlarının depolama özellikleri (hacimli ve sıkıştırılmış yoğunluklar) arasında pozitif korelasyonların var olduğu bilinmektedir. Toplu ve sıkıştırılmış yoğunluklar, gıda tozlarının akışkanlığını ölçmek için kullanılan Hausner oranını etkiler. PD'nin etkisi nedeniyle tozların sergilediği bu özellikler, gıda sistemlerinde topaklanmayı önleyici maddeler veya higroskopik maddeler olarak kullanım seçimleri sırasında önemlidir. Yapılan çalışmalar PD'nin fizikokimyasal özelliklerle ilişkisinin, yalnızca malzemenin aynı kaynaktan temin edilmesi ve aynı işleme koşullarında üretilmesi koşuluyla doğru olacağını göstermiştir. Farklı PD'lere sahip aynı malzemeden üretilen MKS tozlarının mekanik ve fiziksel özellikleri incelendiğinde, PD ile sıkıştırılabilirlik ve partikül boyutu arasında önemli bir ilişki olduğu görülmüştür (Kleinebudde vd. 2000). Bununla birlikte, farklı kaynaklardan üretilen değişken PD'li MKS tozlarının mekanik özellikleri üzerine bir çalışma incelendiğinde, PD ile mekanik özellikler arasında belirgin bir ilişki gözlenmemiştir (El-Sakhawy ve Hassan 2007).

Selülozun PD değerinin belirlenmesi pratikte, viskometri ve boyut eleme kromatografisi (SEC) olmak üzere iki yöntemle sınırlıdır. Viskometrik yöntem, DP'yi ölçmek için nispeten en basit ve en yaygın olarak uygulanan tekniktir ve içsel viskozitenin belirlenmesine dayanır. Elde edilen viskozite değeri kullanılarak moleküler ağırlık ve polimerizasyon derecesi hesaplanır. Bu amaçla yaygın olarak kullanılan selüloz çözücüler cupri-etilendiamin ve kadmiyum oksittir. SEC yöntemi ise selüloz örneklerinin türevlendirilmesi sonrası kullanılmaktadır, hızlı ve yüksek oranda tekrarlanabilir bir yöntem sağlamak için geliştirilmiştir (Trache 2017).

MKS hem kristal hem de amorf bölgeler içerir ve malzeme özellikleri kristallik derecesi ile açıklanabilir. MKS'nin yaklaşık %70'i kristal ve %30'u amorf bölgeden oluşur. Buna karşılık ince öğütülmüş doğal selüloz lifi olarak adlandırılan bir selüloz tozu

%45 kristal ve %55 amorf bölgeden oluşur. Bununla birlikte MKS için geniş bir kristallik derecesi aralığı rapor edilmiştir. Bu parametreyi ölçmek için kullanılan XRD, katı hal manyetik rezonansı ve kızılötesi spektroskopisi gibi farklı yaklaşımların yanı sıra veri manipülasyonu ve analizi prosedürü ile açıklanabilir. Kristallik derecesi ekstraksiyon işlemine selülozun kaynağına ve kökenine bağlıdır. Bununla birlikte, hidroliz koşullarının kristallik indeksi üzerine etkisi olduğu bilinmektedir. Kristallikteki bir artışın, selüloz yapısının sertliğindeki artışla ilişkili olduğu ve bunun da liflere daha yüksek gerilme mukavemeti kazandırabileceği belirtilmektedir. MKS numunelerinin kristallik derecesi, glikozidik bağların hidrolitik bölünmesini teşvik eden ve nihayetinde bireysel kristalitleri serbest bırakan hidroliz işlemi ile amorf alanların uzaklaştırılması nedeniyle ham selülozik liflere kıyasla yüksektir (Trache 2017). Çalışmalar MKS'nin kristallik indeksinin, doğal başlangıç selülozunkinden farklı olarak %1-15 oranında daha yüksek olduğunu belirtmiştir (A. P. Imeson ve Humphreys 1997). Genel olarak, topaklanmayı önleyici madde, tek tek parçacıklar arasında hiç veya minimum düzeyde yapışma ile iyi bir toz akışkanlığına sahip olmalıdır. MKS suda çözünür glikoz birimlerinden oluşmasına rağmen, kristal yapısından dolayı sulu ortamda az çözünür ya da hiç çözünmez. Kristallik, molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarıyla bağlanan sıkı bir şekilde paketlenmiş doğrusal glikoz polimerlerinin düzenli bir dizisinden kaynaklanır. Ana selülozun hidrolizini takiben elde edilen kristallik derecesi, malzemenin çeşitli özelliklerini tanımladığı ve etkilediği için polimerin çok önemli bir özelliğidir (Chowdhury vd. 2015). MKS'nin ana selüloza göre ayırt edici bir özelliği olan kristalleşme derecesi, MKS partiküllerinin süspansiyon ve emülsiyon için stabilize etme kapasitesi, termal özellikleri ve hidrasyon kapasitesi dahil birçok özellik üzerindeki etkisi nedeniyle çok önemlidir. Bu özellikler, nihai farmasötik veya gıda ürünlerinde bileşen olarak kullanımı sırasında selüloz kristallerinin akış kapasitesini etkiler. MKS genellikle kristal yapısından dolayı iyi termal özellikleri ile bilinir (Kalita vd. 2013).

Bozunma sıcaklığı, kristallenme derecesi ile orantılıdır (Kalita vd. 2013). Kristalin selülozun mevcudiyetiyle indüklenen daha yüksek sıcaklıkları, üretim ve depolama sırasında daha kararlı tozlara işaret eder. Bu nedenle, bir gıda sisteminde MKS'nin varlığı, işleme sırasında yüksek sıcaklıklarda ürünlerin minimum düzeyde bozulmasını sağlar. Stabilizasyon mekanizması, kristallik ile tanımlanan partikül şekline, boyutuna ve kısmi ikili ıslanabilirliğe dayanmaktadır. Emülsiyonların stabilizasyonu için iki ana mekanizma öne sürülmüştür. Birincisi, katı parçacıklar emülsiyon damlacıklarının etrafında birleşmelerini önlemek için bir katman oluşturarak geri dönüşümsüz olarak arayüzde adsorbe edilebilir. İkinci mekanizma için, emülsiyonun stabilizasyonu, iki veya üç boyutlu ağların oluşturulmasıyla sağlanabilir. MKS'ler, büyük elastik modül ve yüksek en-boy oranı gibi üstün doğal fizyokimyasal özelliklere ek olarak toksik olmaması, sürdürülebilirliği, biyolojik olarak parçalanabilirliği ve yenilenebilirliği nedeniyle özellikle gıda kullanımı için emülsiyonlarda arayüz stabilizasyonu için iyi adaylardır (Kalashnikova vd. 2011). Farklı kaynaklardan elde edilen MKS'nin PD, kristallik değerleri ve termal ayrışma sıcaklıkları Çizelge 2.1'te verilmiştir.

Çizelge 2.1. Farklı kaynaklardan elde edilen MKS'nin polimerizasyon derecesi, kristallik değerleri ve termal ayrışma sıcaklıkları (Trache 2017)

Kaynak		PD	CI (%)	Bozunma sıcaklığı (°C)	Referans
Muz gövde lifi	Ham lif				
	MKS	266	72,1;74,55	-	(Shanmugam vd. 2015; Sainorudin vd. 2018)
Pamuk	Ham pamuk	2200	66,45	-	(Das vd. 2010; Leppänen vd. 2009)
	MKS	165	79,8	330,0	(Das vd. 2010; Leppänen vd. 2009)
Kozalak kağıt hamuru	Selüloz	1135	50	-	(Leppänen vd. 2009)
	MKS	150	63	-	(Leppänen vd. 2009)
Yem otu	Selüloz	-	-	353,0	(Kalita vd. 2013)
	MKS	-	80	377,5	(Kalita vd. 2013)
Alfa	Selüloz	844	59	332,7	(Trache vd. 2014)
	MKS	318	73	351,3	(Trache vd. 2014)
Hint keneviri	Selüloz	-	68,7	337,0	(Jahan vd. 2011)
	MKS	-	73,9	315,0	(Jahan vd. 2011)
Bakteriyel-MKS		-	85	320,0	(Keshk ve Haija 2011)
Palmiye-MKS		-	87	326,0	(Mohamad Salihi 2015)
Şeker kamışı küspesi-MKS		158,4	-	-	(Ilindra ve Dhake 2008)
Atık kağıt		207	78,1	-	(Okwonna, 2013)
T-MKS		157;294	82,1;81	353,1	(Shanmugam et al., 2015; Trache et al., 2014)

Selülozun morfolojik yapısı belirlenirken, kristallerin mikrofibriller, hücre duvarları, dokular, katmanlar, lifler ve diğer selüloz morfolojileri yapılarındaki dizilişinin belirlenmesi amaçlanmaktadır. Glikozidik bağların hidrolitik parçalanmasını destekleyen ve selüloz polimer zincirlerinin yeniden düzenlenmesine neden olan hidroliz işlemi sırasında doğal selülozun amorf kısımları polimerden ayrılmaktadır. Pamuk, odun, pirinç samanı, fasulye kabuğu, yonca lifi, palmiye önu, boş hurma meyve demeti, pirinç kabuğu ve fasulye kabuğu gibi farklı kaynaklardan elde edilen MKS'nin morfolojisi birbirine benzerdir. Ancak malzemenin yüzey morfolojisi boyut ve pürüzsüzlük düzeyi açısından değişebilmektedir (Trache vd. 2016). MKS genellikle doğal selülozdan farklı bir morfolojiye sahip lifler olarak ortaya çıkar. Selüloz kaynağına ve üretim yöntemine bağlı olarak, MKS benzer morfolojiler ancak farklı boyutlar sergiyebilir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), transmisyon elektron mikroskobu (TEM), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM) gibi deneysel teknikler MKS'nin morfolojik özelliklerinin incelemesi amacıyla kullanılmıştır. Bazı çalışmalarda SEM yöntemi MKS'nin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi yanında partikül boyutlarının belirlenmesi için de kullanılmıştır. MKS yapısındaki partikül şekilleri genellikle izometrik değildir, ancak genellikle öncülerinin morfolojisine benzediği görülmektedir. MKS örneklerinin pürüzlü yüzeye sahip kısa lif şeritlere sahip olduğu ve değişken uzunluk ve kalınlığa sahip ayrı ayrı organize edilmiş çubuklardan oluştuğu belirtilmektedir (Trache, 2017). Çeşitli lignoselülozik materyallerden elde

edilen MKS'nin bu tür çubuk benzeri şekli rapor edilmiştir (Adel ve El-Shinnawy 2012; Trache 2017). Literatürde, muz gövde lifleri, lif uzunluğu boyunca uzanan lümenlere sahip tutarlı birçok hücreli içi boş yapı ile rapor edilmiştir. Benzer şekilde, hevenkten çıkarılan liflerin içi boş bir yapıya sahip olduğu bildirilmiştir. Buna karşılık, ekstrakte edilmiş lifin enine kesiti, çubuk benzeri bir yapı oluşturan kaba ve sıkıca istiflenmiş fibrillerle kaplı özellik gösterdiği belirtilmektedir (Akatwijuka vd. 2022). Tozların akış özellikleri; parçacık boyutu, şekli ve diğer özelliklerden etkilenir. Ticari olarak, bu akış özelliklerini geliştirmek için yüksek düzeyde işlevsel MKS tozları geliştirilmiştir. Küresel ve gözenekli yapıya sahip MKS tozları daha iyi sıkıştırılabilirlik ve geliştirilmiş toz akışkanlığı sergilemektedir. Polimerin parçacık popülasyonları, “çubuk benzeri” birincil parçacıklar ve topakların bir karışımını içerir, bu ise malzemelerin yığın özelliklerine katkıda bulunur (Gamble vd. 2011). Genel olarak, mikro/nano ölçekli boyut (MKS/NKS) içindeki selüloz kristalleri, amfipatileri sayesinde emülsiyonları stabilize edebilirler, çünkü malzeme yüzeyindeki serbest hidroksil gruplarının varlığı hidrofilik noktalar gibi davranırken kristalimsi kısmı, genel amfifilik karakter veren hidrofobik kenar işlevi görebilir (Kalashnikova vd. 2011).

FT-IR, herhangi bir kimyasal işlemle meydana gelen değişiklikleri incelemek için uygun bir tekniktir. Bu deneyde, kurutulmuş ve toz haline getirilmiş numuneler genellikle sıkıştırılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin spektrumları genellikle 4000-400 cm^{-1} aralığında kaydedilmektedir (Trache 2017). Mohamad Haafiz vd (2013) tarafından MKS'nin FT-IR spektrumunun iki ana alan sergilediği ve bu alanların yüksek dalga sayılarında (3500-2800 cm^{-1}) ve düşük dalga sayılarında (1700-650 cm^{-1}) görüldüğü belirtilmektedir. Çizelge 2.2'de MKS için elde edilen pik alanları ve absorpsiyon kaynakları verilmiştir.

Çizelge 2.2. FT-IR MKS pik analizi (Trache 2017)

IR frekans alanı (cm^{-1})	Pik (cm^{-1})	
3500-2800	3400	Molekül içi hidrojen bağı
	3300	Moleküller arası hidrojen bağı
	2901	CH ₂ asimetrik germe
1700-650	1640	Adsorbe edilmiş suyun O-H bükülmesi
	1430	O-H düzlem içi deformasyon
	1370	C-H bükme
	1335	CH ₂ salınımı
	1160	Anti-simetrik köprü C-O-C gerilmesi
	1110	Simetrik bir düzlem içi halka gerilmesi
	1052	C-O gerilmesi
	900	Selülozun C-H kaya titreşimi (anomerik titreşim, β -glukozitler için spesifik)
	670	OH düzlem dışı bükülme

TGK'de MKS “lifli bitki materyallerinden bir pulp olarak elde edilen alfa-selülozun mineral asitlerle işlem görmesiyle hazırlanmış, saflaştırılmış ve kısmen depolimerize edilmiş selülozdur” şeklinde tanımlanmaktadır. “TGK gıda katkı maddelerinin spesifikasyonları hakkında yönetmelik” kapsamında MKS'nin sahip olması gereken

özellikler belirtilmiştir. Bu yönetmeliğe göre MKS'nin, PD 400'den küçük olmalı, partikül boyutu 5 µm'den az olmamalıdır (5 µm'dan küçük partiküller %10'dan fazla olmayacak şekilde), sodyum hidroksit çözeltisinde esas olarak çözünmemeli veya tamamen çözünmemeli, renk reaksiyonu analizi sonucunda kırmızı renk oluşumu gözlenmeli, yüksek hızlarda su ile karıştırıldığında oluşan karışım; kolay akan bir süspansiyon ya da ağır, topaklı, çok akışkan olmayan; akması hâlinde yavaş hareket eden ve pek çok sıkışmış hava kabarcığı içeren bir süspansiyon olmalı, elde edilen süspansiyon pH'ı 5,0-7,5 arasında olmalı, kurutma kaybı %7'den fazla olmamalı, suda çözünen madde oranı %0,24'ten fazla olmamalıdır, sülfatlandırılmış kül oranı %0,5'ten fazla olmamalıdır, nişasta içermemeli ve içeriğinde As 3 mg/kg'dan, Pb 2 mg/kg'dan, Hg 1 mg/kg'dan, Cd 1 mg/kg'dan fazla olmamalıdır (TGK 2017). Çizelge 2.3'te TGK'de belirtilen MKS'nin sahip olması gerekli özellikler tablo şeklinde verilmiştir.

Çizelge 2.3. TGK Gıda Katkı Maddelerinin Spesifikasyonları Hakkında Yönetmelik kapsamında MKS'nin sahip olması gerekli özellikler (TGK 2017)

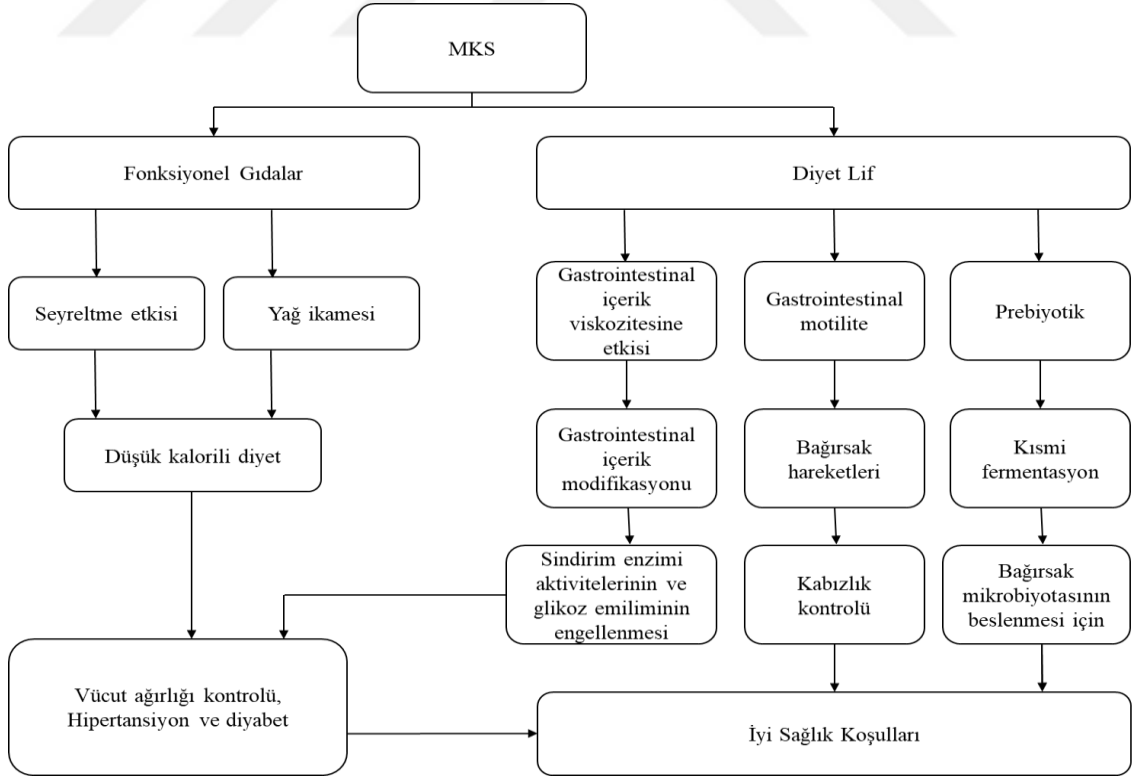
Parametre	MKS'nin sahip olması gereken özellikler
PD	400'den az olmalıdır
Partikül Büyüklüğü	5 µm'den az olmamalıdır (5 µm'dan küçük partiküller %10'dan fazla olmayacak şekilde)
Çözünürlük	Sodyum hidroksit çözeltisinde esas olarak çözünmez veya tamamen çözünmemelidir
Renk reaksiyonu	Kırmızı bir renk oluşmalıdır
Süspansiyon testi	Kolay akan bir süspansiyon ya da ağır, topaklı, çok akışkan olmayan; akması hâlinde yavaş hareket eden ve pek çok sıkışmış hava kabarcığı içeren bir süspansiyon olmalıdır
pH	Süspansiyon üstünde kalan sıvının pH değeri 5,0-7,5 arasında olmalıdır
Kurutma kaybı	%7'den fazla olmamalıdır
Suda çözünen madde	%0,24'ten fazla olmamalıdır
Sülfatlandırılmış kül	%0,5'ten fazla olmamalıdır
Nişasta	Tespit edilmemelidir
Karboksil grupları	%1'den fazla olmamalıdır
Arsenik	3 mg/kg'dan fazla olmamalıdır
Pb	2 mg/kg'dan fazla olmamalıdır
Hg	1 mg/kg'dan fazla olmamalıdır
Cd	1 mg/kg'dan fazla olmamalıdır

2.4. Mikrokristalin Selülozun Kullanım Alanları

MKS'nin uygulama alanları çok geniş olup; gıda, ilaç, kozmetik, çimento ve plastik endüstrileri gibi birçok endüstriyel sektörü kapsamaktadır. Özellikle Kuzey Amerika'da olmak üzere küresel MKS pazarında geleceğe dönük potansiyel beklentilerin olumlu olması nedeniyle çok hızlı bir büyüme yaşanmıştır. Bu büyüme, MKS'nin fizyolojik olarak inert, yenilenebilir, biyolojik olarak parçalanabilir olması ve toksik olmamasından kaynaklanmaktadır. Ek olarak, kristalli selülozların mikro/nano ölçekli parçacıkları, malzemeye reolojik, termal ve mekanik özellikler gibi ürün kalitesini geliştirici fonksiyonel özellikler sunan benzersiz fizikokimyasal özelliklere sahiptir (Chowdhury vd. 2016).

MKS, bazı seçilmiş gıda sistemlerinde yağ ikamesi veya ikame maddesi olarak başarıyla kullanılmıştır. Kullanımdan önce, malzeme genellikle sulu ortama dağıtılır ve gıda sistemindeki yağı simüle etmek için kullanılır. Kıyma, dondurulmuş tatlılar, süt ürünleri ve unlu mamullerdeki yağ miktarını azaltmak için çok sayıda çalışma yapılmıştır (Nsor-Atindana vd. 2017). Suda çözünmez doğası sayesinde, MKS'nin gıda sistemlerinde yağ ikamesi olarak kullanılmasının nitelikli sonuçlar verdiği bildirilmektedir. Gıda ürünlerindeki yağın MKS ile değiştirilmesi, malzeme çözünmez olduğundan ve yağı taklit edebildiğinden, az yağlı soslarda ve soslarda zengin kremi bir doku sağlama potansiyeli taşımaktadır. MKS ayrıca beslenme ve fonksiyonel gıda alanlarında da ilgi görmüştür. Toz ve koloidal formlarında %90 oranından fazla diyet lifi içeriği ile gıdalarda diyet lifi arttırmak amacıyla katkı maddesi olarak kullanılması onaylıdır. Yapılan çalışmalarda MKS ile güçlendirilmiş diyetlerle beslenen deney hayvanlarında kolesterol seviyelerinin düştüğü bildirilmiştir (Imeson ve Humphreys 1997; Adel vd. 2010; Imeson 2010).

Genel olarak güvenli (GRAS) kabul edilen MKS ile yapılan çalışmalarda gıda endüstrisinde bir diyet lifi olarak temel işlevinin ötesinde tanınma ve uygulama kazandığını göstermektedir. MKS süt ürünlerinde, unlu mamullerde, tatlılarda, sosislerde, dondurulmuş gıdalarda ve diğer gıda sistemlerinde hacim artırıcı olarak kullanılmaktadır. MKS kullanımı gıdalara daha iyi kıvam, ağız hissi ve diğer organoleptik özellikler kazandırmaktadır (Imeson, 2010). Ek olarak, malzemenin yenilebilir filmler üretmek, emülsiyonlarda stabilizatör ve emülgatör görevi görmek için kullanımına ilişkin birçok çalışma yayınlanmıştır (Nsor-Atindana vd. 2017). MKS'nin gıda sanayiinde çeşitli kullanım alanları bulunmaktadır. Şekil 2.4'te MKS'nin kullanım alanları özetlenmiştir.



Şekil 2.4. MKS'nin gıda sanayiinde kullanım alanları

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

MKS kalite özelliklerinin kıyaslanması amacıyla Türkiye piyasasında mevcut bulunan Tito markalı MKS-E460 (T-MKS) (Smart Kimya Tic. Dan. Ltd. Şti., İzmir, Türkiye) temin edilmiştir. Elde edilen α -selülozun (M-selüloz) karşılaştırılması için α -selüloz (T-selüloz) (Sigma, Darmstadt, Almanya) temin edilmiştir. Baumann (Baumann Güvenlik Sistemleri Alarm Elet. Bil. İlet. Hiz. G.İ.T.T. San. ve Tic. Ltd. Şti., Antalya, Türkiye) firmasından temin edilen öğütülmüş muz lifi MKS üretiminde hammadde olarak kullanılmıştır.

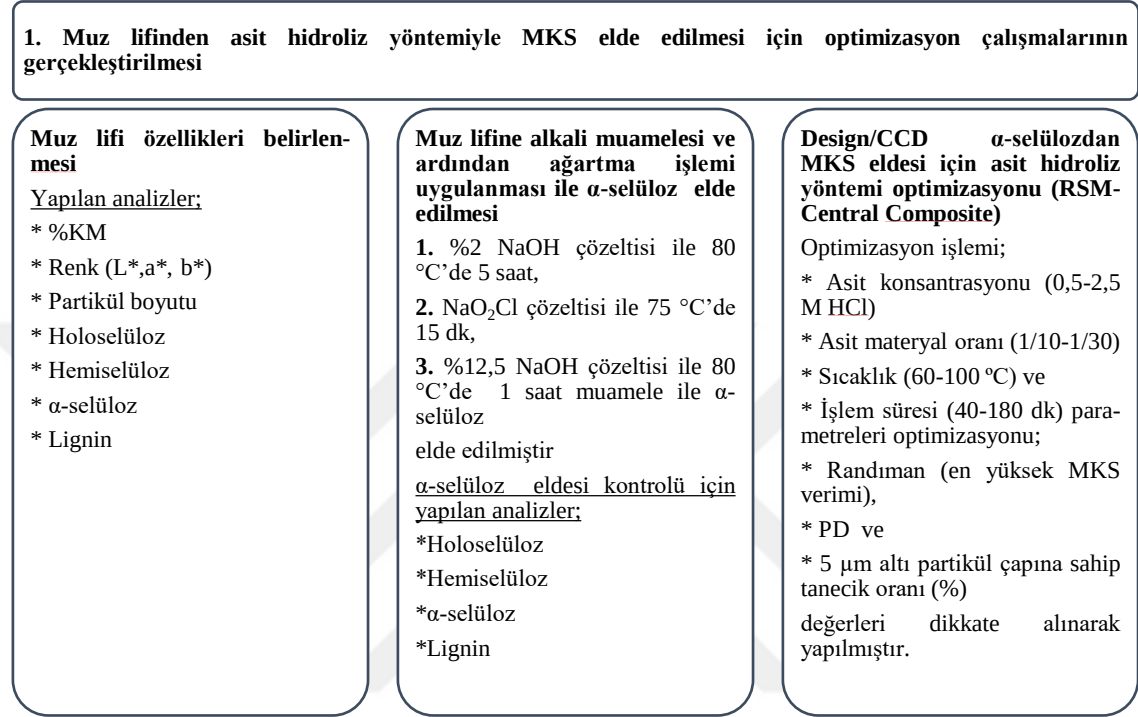
Kekte raf ömrü çalışmalarında kullanılan MKS üretimi için; sodyum hidroksit payet kostik (Gıda sınıfı saflıkta) (Gemici Gıda, İstanbul, Türkiye), asetik asit E260 (Gıda sınıfı saflıkta) (Gemici gıda, İstanbul, Türkiye), %80 toz sodyum klorit (NaO_2Cl) (Gıda sınıfı saflıkta) (Turoksi Kimyevi Mad. San. Tic. Ltd. Şti, İzmit, Türkiye), HCl %37 (Merck, Darmstadt, Almanya) kimyasalları temin edilmiştir.

MKS optimizasyon çalışmalarında, MKS'nin TKG'ye uygunluğunu belirlemek için gerçekleştirilen çalışmalarda ve kek raf ömrü yağ analizlerinde uygun analitik saflıkta (Sigma, St. Louis, MO, ABD ve Merck Darmstadt, Almanya) temin edilerek kullanılmıştır. Ekmek üretiminde kullanılan un Nar Un (Halim Kırtız Gıda Sanayi A.Ş., Antalya, Türkiye)'dan, kek ve ekmek üretilmesinde kullanılan diğer hammaddeler Antalya'da bulunan marketlerden temin edilmiştir.

3.2. Metot

3.2.1. Tez çalışma planı ve istatistiksel yöntemler

Tez çalışması 4 aşamadan oluşmaktadır. Çalışmanın birinci aşamasında gerçekleştirilen analizlerin şematik özeti Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1. Muz lifinden asit hidroliz yöntemiyle MKS elde edilmesi için optimizasyon çalışmaları (Çalışma 1. aşama)

Çalışmanın ilk aşamasında muz lifinden asit hidroliz yöntemiyle MKS elde edilmesi için optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmeden önce MKS eldesinde kullanılan muz lifi özellikleri incelenmesi için kuru madde (KM), renk (L*, a*, b*), partikül boyutu, holoselüloz, hemiselüloz, α-selüloz, lignin analizleri iki tekerrürlü ve iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen analiz sonuçları ± standart sapma (± SS) verilerek belirtilmiştir.

Muz lifinin özelliklerinin belirlenmesi sonrasında ise muz lifine alkali muamelesi ve ardından ağartma işlemi ve alkali uygulanması tekrarı ile α-selüloz elde edilmiştir. Elde edilen α-selülozun niteliklerinin kontrolü için üretilen holoselüloz, hemiselüloz, α-selüloz ve lignin analizleri gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen α-selülozdan MKS eldesi için asit hidroliz yöntemi optimizasyonu RSM (Yanıt Yüzey Metodu/ Response surface method)/CCD (Merkezi kompozit dizaynı/Central Composite Design), optimizasyon deneme deseni; asit konsantrasyonu (0,5-2,5 M HCl); asit materyal oranı (1/10-1/30), sıcaklık (60-100 °C), işlem süresi (40-180 dk) parametrelerinin optimizasyonu; randıman (en yüksek MKS verimi), PD (<400) ve 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) değerleri dikkate alınarak

oluşturulmuştur. Design Expert 11 (StatEase Inc., Minneapolis, ABD) deney deseni yazılım programı, deneme deseni oluşturulmasında ve planlanan üretimlerde gerçekleştirilecek analizler sonucu elde edilen verilerin değerlendirilmesinde kullanılmıştır. Hipotez uygunluğu varyans analizi (ANOVA) ile değerlendirilmiştir.

2. T-MKS ile M-MKS'nin TKG'ye uygunluğunun incelenmesi ve karakteristik özelliklerinin belirlenerek karşılaştırılması

MKS'nin TKG'de belirtilen şartlara uygunluğunun incelenmesi

Yapılan analizler;

- *PD
- *Tanecik Boyutu
- *Çözünürlük
- *Renk Reaksiyonu
- * Süspansiyon
- * PH
- * Kurutma kaybı
- * Suda çözünürlük
- *Sülfatlandırılmış Kül
- *Nişasta
- *Element içeriği

Üretilen MKS ve ticari MKS'nin karakteristik özellikleri belirlenmesi ve karşılaştırılması

Yapılan analizler;

- * PD
- * Partikül görünümü
- * Kristallik indeksi
- * Kızılötesi görünümü
- * Isıl davranış özellikler

Şekil 3.2. T-MKS ile M-MKS'nin TKG'ye uygunluğunun incelenmesi ve karakteristik özelliklerinin belirlenerek karşılaştırılması (Çalışma 2. aşama)

Çalışmanın 2. aşamasında Ü ile optimizasyon çalışmasında belirlenen yöntem ile üretilen MKS'nin (M-MKS) TKG'ye uygunluğunun incelenmesi ve karakteristik özelliklerinin belirlenerek karşılaştırılması amaçlanmıştır. Çalışmanın ikinci aşamasında gerçekleştirilen analizlerin şematik özeti Şekil 3.2'de verilmiştir. MKS'nin TKG'de belirtilen şartlara uygunluğunun incelenmesi amacıyla PD, partikül boyutu, çözünürlük, renk reaksiyonu, süspansiyon, pH, kurutma kaybı, suda çözünürlük, sülfatlandırılmış kül ve nişasta iki tekerrürlü ve iki paralelli olarak ve MKS'lerde element içeriği analizleri gerçekleştirilmiştir. Tekerrürlü çalışılan analiz ortalama sonuçları $\pm$ SS verilerek belirtilmiştir.

Mevzuata uygunluğu incelenen örneklerin (M-MKS ve T-MKS) karakteristik özelliklerinin belirlenmesi ve karşılaştırılması amacıyla PD, partikül görünümü, kristallik indeksi, kızılötesi görünümü, ısı davranış özellikleri incelenerek değerlendirilmiştir.

3. MKS'nin kekte yağ ikamesi olarak kullanımının kek kalite özelliklerine ve raf ömrüne etkilerinin araştırılması

MKS'nin yağ ikamesi olarak kullanımı için uygun ikame oranının belirlenmesi amacıyla Kontrol kek formülasyonunda kullanılan yağ içeriği %15 (M15), %20 (M20), %25 (M25), %30 (M30) ve %50 (M50) oranlarında azaltılarak bu oranlarda MKS eklenerek üretilen keklerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

Yapılan analizler;

- * Kek hamuru akışkanlığı,
- * Ağırlık kaybı
- * Spesifik hacim,
- * Nem miktarı,
- * Renk analizi,
- * Hacim indeksi,
- * Tekstür Profil Analizi (TPA)
- * Duyusal analiz

M25 kek formülasyonu kullanılarak M-MKS (M-M25) ve T-MKS (T-M25) içeren kekler ve Kontrol kek formülasyonu ile üretilen keklerde depolama süresince kek kalite özelliklerinin değerlendirilmesi

Yapılan analizler;

İlk gün;

- * Kek hamuru akışkanlığı
- * Ağırlık kaybı
- * Spesifik hacim,
- * Nem miktarı,
- * Hacim indeksi

Depolama süresince;

1. gün dahil olmak üzere 5 hafta boyunca her yedi günde bir (1, 7, 14, 21, 28. gün)
 - * aw,
 - * %Nem
 - * Renk analizi
 - * TPA (Sertlik, Esneklik ve Kohezif yapışkanlık, Sakızimsılık, Çiğnenebilirlik ve Esneklik)
 - * Duyusal analiz (Dış görünüş, İç renk, Gözenek yapısı, Tekstür, Koku, Tat, Ağızda bıraktığı his ve Genel beğeni)

Şekil 3.3. MKS'nin kekte yağ ikamesi olarak kullanımının kek kalite özelliklerine ve raf ömrü üzerine etkilerinin araştırılması (Çalışma 3. aşama)

Çalışmanın 3. aşamasında MKS'nin kekte yağ ikamesi olarak kullanımının kek kalite özelliklerine ve raf ömrüne etkilerinin araştırılması amaçlanmıştır. Çalışmanın üçüncü aşamasında gerçekleştirilen analizlerin şematik özeti Şekil 3.3'te verilmiştir. Bu kapsamda öncelikle MKS'nin yağ ikamesi olarak kullanımı için uygun ikame oranının belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla çalışmalarda kontrol grubu (Kontrol) olarak kullanılan kek formülasyonundaki yağ içeriği %15 (M15), %20 (M20), %25 (M25), %30 (M30) ve %50 (M50) oranlarında azaltılıp bu oranlarda MKS eklenerek üretilen keklerin üretimi gerçekleştirilmiştir. M15, M20, M25, M30 ve M50 örneklerinin (Bkz. Çizelge 3.2) kalite özelliklerinin incelenmesi amacıyla; kek hamuru akışkanlığı, ağırlık kaybı, spesifik hacim, nem içeriği, renk analizi, hacim indeksi, tekstür profil analizi (TPA) ve duyusal analiz yapılarak MKS kullanımının kek özellikleri üzerine etkisi değerlendirilmiştir. Analizler iki tekerrürlü ve iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir, tekerrürlü çalışılan analiz sonuçları tekerrür ortalama değerleri $\pm$ SS verilerek belirtilmiştir. Elde edilen veriler SPSS v25 (IBM Corporation, NewYork, ABD) kullanılarak tek yönlü ANOVA testi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. İstatistiksel olarak önemli ($p \leq 0,05$) olan parametrelerde gruplar arası farkın değerlendirilmesi amacıyla Duncan çoklu karşılaştırma testine tabi tutulmuştur. Çalışmanın üçüncü aşamasında gerçekleştirilen analizlerin şematik özeti Şekil 3.3'te verilmiştir.

Ardından M25 kek formülasyonu kullanılarak MKS kullanımının keklerin kalite ve bayatlama özelliklerine etkilerinin araştırılması amacıyla, T-MKS (T-M25) ve M-MKS (M-M25) kullanılan M25 kek formülasyonu ve kontrol kek formülasyonu kullanılarak kekler üretilmiştir ve modifiye atmosferde (%0,8 CO₂, %38,2 O₂) paketlenmiştir. İlk gün genel özelliklerinin değerlendirilmesi amacıyla kek hamuru akışkanlığı, ağırlık kaybı, spesifik hacim, nem içeriği, hacim indeksi analizleri yapılarak değerlendirilmiştir. Analizler iki tekerrürlü ve iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir. Tekerrürlü çalışılan analiz sonuçları tekerrür ortalama değerleri $\pm$ SS verilerek belirtilmiştir. Elde edilen veriler SPSS v25 (IBM corp.) kullanılarak tek yönlü ANOVA testi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. İstatistiksel olarak önemli ($p \leq 0,05$) olan parametrelerde gruplar arası farkın değerlendirilmesi amacıyla Duncan çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır.

Keklerin depolanması süresince ise 1. günden itibaren 5 hafta boyunca her 7 günde bir (1, 7, 14, 21, 28. gün) a_w , nem içeriği (%), renk, TPA (sertlik (g), esneklik ve kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve esneklik), duyu analizi (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı, tekstür, koku, tat, ağızda bıraktığı his ve genel beğeni) analizleri gerçekleştirilmiştir. Üretimler iki tekerrürlü ve iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir. Paralel analiz sonuçları ortalama değerleri alınarak tekerrür analiz sonuçları belirlenmiş elde edilen analiz sonuçları tekerrür ortalama değeri $\pm$ standart sapma ($\pm$ SS) verilerek belirtilmiştir. Elde edilen veriler SPSS v25 (IBM corp.) kullanılarak çok yönlü varyans analizi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. İstatistiksel olarak önemli ($p \leq 0,05$) olan parametrelerde gruplar arası farkın değerlendirilmesi amacıyla Duncan çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır.

4. MKS'nin ekmekte katkı maddesi olarak kullanımının ekmek kalite ve bayatlama özelliklerine etkilerinin araştırılması

Ticari MKS kullanımı ile (un içeriğine göre) %0,5, 1, 2, 4 oranla MKS içeren ekmeklerin kalite özelliklerinin incelenmesi

Yapılan analizler,

İlk gün;

- * Ağırlık kaybı,
- * Hacim
- * Spesifik hacim
- * %Nem
- * a_w

Depolama,

1 hafta boyunca (1, 3 ve 7. gün)

- *nem kaybı,
- * a_w ,
- * renk analiz,
- * TPA analiz (sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet),
- * Duyusal analiz (kabuk rengi, iç rengi, gözenek yapısı, ağızda çiğnenebilirliği, tadı, aroması ve genel beğeni)
- * Retrogradasyon indeksi değerleri takip edilmiştir.

Şekil 3.4. MKS'nin ekmekte katkı maddesi olarak kullanımının ekmek kalite ve bayatlama özelliklerine etkilerinin araştırılması (Çalışma 4. aşama)

Çalışmanın 4. aşamasında MKS'nin ekmekte katkı maddesi olarak kullanımının ekmek kalite ve bayatlama özelliklerine etkilerinin araştırılması amaçlanmıştır. Çalışmanın ikinci aşamasında gerçekleştirilen analizlerin şematik özeti Şekil 3.4'de verilmiştir. T-MKS kullanımı ile kontrol reçetesinde kullanılan ürün %0,5, %1, %2, %4 oranlarında olmak üzere MKS içeren ekmeklerin kalite özelliklerinin incelenmesi için ilk gün ağırlık kaybı, hacim, spesifik hacim, nem içeriği ve a_w analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler iki tekerrürlü ve iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir, tekerrürlü çalışılan analiz sonuçları tekerrür ortalama değerleri $\pm$ standart sapma ($\pm$ SS) verilerek belirtilmiştir. Elde edilen veriler SPSS v25 (IBM corp.) kullanılarak tek yönlü ANOVA testi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. İstatistiksel olarak önemli ($p \leq 0,05$) olan parametrelerde gruplar arası farkın değerlendirilmesi amacıyla Duncan çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır.

Üretilen ekmekler 1 hafta boyunca depolanarak 1, 3 ve 7. günlerde nem kaybı, a_w , renk, TPA (sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet), duyusal analiz (kabuk rengi, iç rengi, gözenek yapısı, ağızda çiğnenebilirliği, tadı, aroması ve genel beğeni), retrogradasyon indeksi değerleri takip edilmiştir. Üretimler iki tekerrürlü ve analizler iki paralelli olarak gerçekleştirilmiştir. Paralel analiz sonuçları ortalama değerleri alınarak tekerrür analiz sonuçları belirlenmiş elde edilen analiz sonuçları tekerrür ortalama değeri $\pm$ standart sapma ($\pm$ SS) verilerek belirtilmiştir. Elde edilen veriler SPSS v25 (IBM corp.) kullanılarak çok yönlü varyans analizi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. İstatistiksel olarak önemli ($p \leq 0,05$) olan parametrelerde

gruplar arası farkın değerlendirilmesi amacıyla Duncan çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır.

3.2.2. Muz (hevenk ve gövde) lifine yapılan analizler

3.2.2.1. Kuru madde analizi

5 ($\pm 0,05$) g örnek tartılarak, 105 °C’de sabit tartıma ulaşana kadar kurutulmuştur. Kuru madde (KM) içeriği yüzde olarak verilmiştir. Hesaplama için kullanılan denklem 3.1’de verilmiştir.

$$\%Kuru Madde = \frac{Son\ tartım - Dara}{Örnek\ ağırlığı} \times 100 \quad (3.1)$$

3.2.2.2. Partikül boyutu analizi

Partikül boyutu analizi Master Sizer 2000 (Malvern Instruments Ltd., Malvern, İngiltere) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerler partikül çapı 5 μm ’den küçük partiküllerin yüzde oranı olarak belirtilmiştir. Analizde dağıtma ajanı olarak deiyonize su kullanılmıştır. Analizin gerçekleştirilmesi esnasında refraktif indeks değeri su için 1,33 (katı için 1,59), ultrasonik dalga boyu 20 Hz, karıştırma hızı 800 rpm’dir.

Deiyonize su eklenen dispersiyon ünitesine örnek direkt olarak obruration değeri %10 olana kadar eklenmiştir. Ardından belirtilen koşullarda 60 sn beklendikten sonra her örnek için 5 ölçüm ortalaması alınarak analiz gerçekleştirilmiştir. Ölçümler arası dispersiyon ünitesi 2 döngülü olarak temizlenmiştir.

3.2.2.3. Renk analizi

Örneklere ait L* [(0) Siyah-(100) Beyaz], a* [(+) kırmızı-(-) yeşil], b*[(+) sarı, (-) mavi] ve ΔE^* değerleri CIE-Lab sistemine göre Minolta CR-400 (Konica Minolta Inc., Osaka, Japonya) kolorimetre cihazı kullanılarak belirlenmiştir.

3.2.2.4. Lignin analizi

Lignin içeriğinin belirlenmesi için Carrier vd. (2011) tarafından aşamaları belirtilen T222 om-88 analiz metodu kullanılmıştır. 1 g örnek tartılarak ve üzerine 15 ml %72’lik sülfirik asit (H_2SO_4) çözeltisi eklenerek oda sıcaklığında 1 saat bekletilmiştir. Ardından 560 ml deiyonize su eklenerek ağırlıkça H_2SO_4 konsantrasyonu %3’e düşürülmüş ve 4 saat kaynatılmıştır. Çözelti yarım saat dinlendirildikten sonra darası alınmış filtre kâğıdı (0,45 μm) kullanılarak süzölmüştür. Filtrat nötr pH elde edilene kadar sıcak deiyonize su kullanılarak yıkanmıştır. Sonrasında filtrat 105 C°’de sabit tartım elde edilene kadar kurutulmuştur. Elde edilen ağırlık farkı lignin içeriği olarak değerlendirilmiştir (Carrier vd. 2011).

3.2.2.5. Holoselüloz analizi

1 g örnek tartılarak üzerine 20 ml deiyonize su eklenmiş ve karıştırılarak 90 °C’ye ısıtılmıştır. Çözelti 90 °C’ye ulaştığında üzerine ağırlıkça 5 ml sodyum klorit (NaO_2Cl)

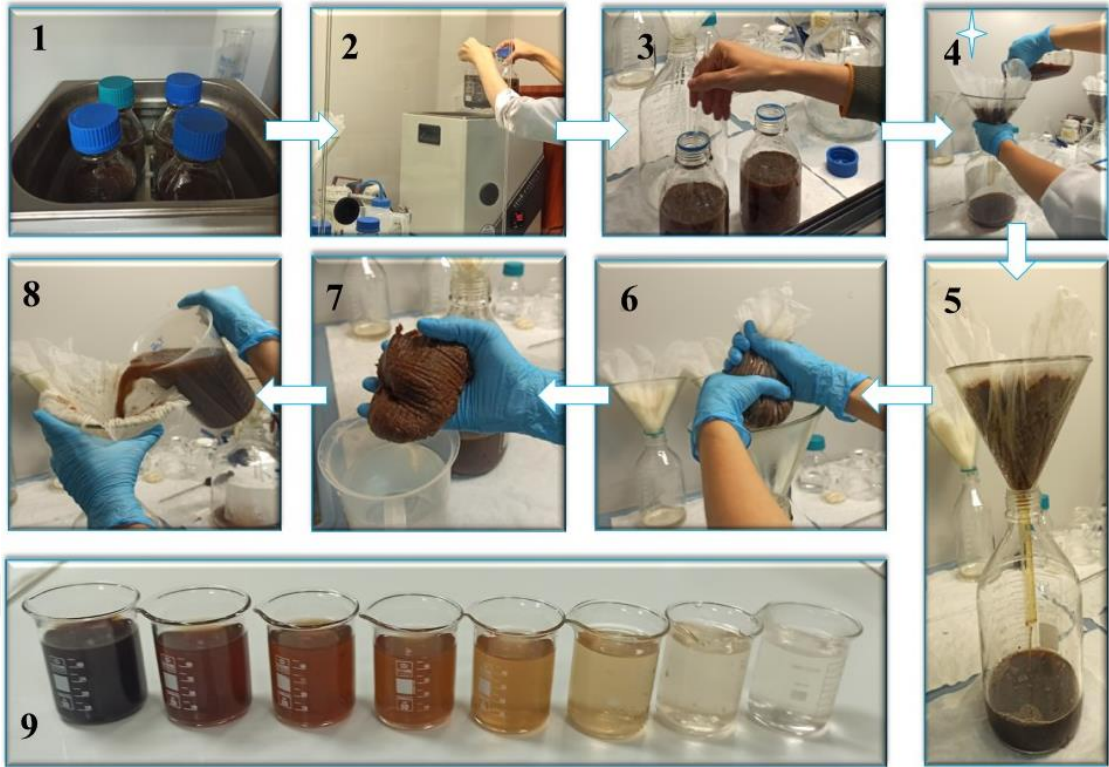
  zeltisi (2 g NaO₂Cl, 20 ml su, 2 ml %98'lik asetik asit) eklenmiřtir. Aynı iřlem 30., 60. ve 90. dakikalarda tekrarlanarak ve 2 saat boyunca 90  C'de ısıtma iřlemi ile s rd r lm řtir. Ardından kap soėuk su banyosu kullanılarak soėutulmuř ve   zelti 0,45  m filtre k ėıdı kullanılarak s z lm řtir. Filtrat 3 kez 500 ml deiyonize su ile yıkanmıř ve 105  C'de sabit tartım elde edilene kadar kurutulmuřtur. Analiz sonucunda elde edilen miktar aėırlık a y zde holosel loz olarak belirtilmiřtir (Yokoyama vd. 2002).

3.2.2.6.  -sel loz ve hemisel loz analizi

Holosel loz analizi sonucu elde edilen 500 mg holosel loz  rneėi 100 ml behere aktarılmıř ve 30 dk s resince denge nem i eriėine ulařması i in bekletilmiřtir.  zerine %17,5'lik (w/v) 40 ml NaOH   zeltisi eklenerek 1 dk boyunca karıřtırılmıř ve 29 dk bekletilmiřtir.  zerine 40 ml deiyonize su eklenerek 1 dk karıřtırılmıř ve 29 dk daha bekletilmiřtir. Ardından cam filtre ile s z l r k deiyonize su ile yıkanmıřtır. Filtrat  zerine 10 ml 1 M asetik asit   zeltisi eklenerek ısılatılmıř ve 5 dk bekletilmiřtir.   zelti filtre edil r k uzaklařtırılmıř ve 3 kez 300 ml deiyonize su ile yıkanmıřtır. Ardından filtrat 105  C'de sabit tartıma ulařana kadar kurutulmuřtur. Analiz sonunda elde edilen  -sel loz miktarı,  rneėin holosel loz oranı hesaba katılarak  rneėin aėırlık a %'si olarak belirtilmektedir. Holosel lozdan geriye kalan y zde oran ise hemisel loz miktarını vermektedir (Yokoyama vd. 2002).

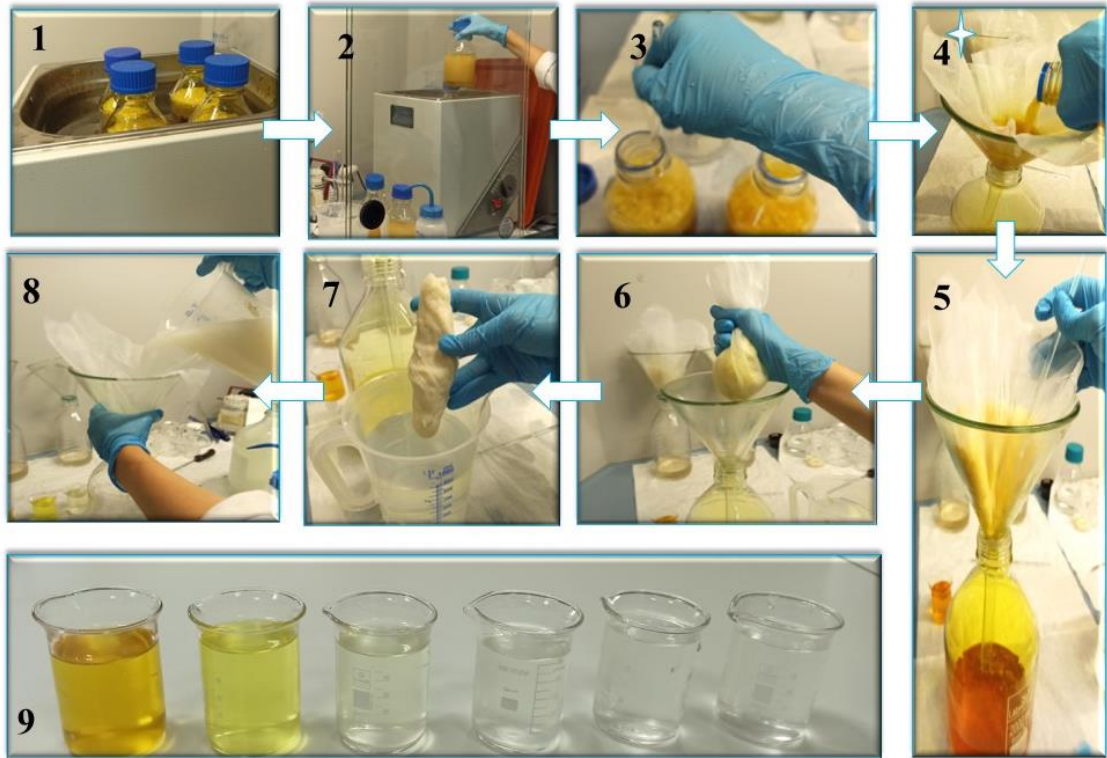
3.2.3. Muz g vde lifinden  -sel loz eldesi

Muz lifinden  -sel loz eldesi i in Zailani ve Jimad (2016) tarafından uygulanan y ntem modifiye edil r k kullanılmıřtır. Sel loz kaynaėından (muz g vde lifi)  -sel loz eldesi alkali ile muamele, aėartıcı ajanlar kullanılarak aėartma ve alkali muamele ile safsızlıkların uzaklařtırılması ařamalarından oluřmaktadır.



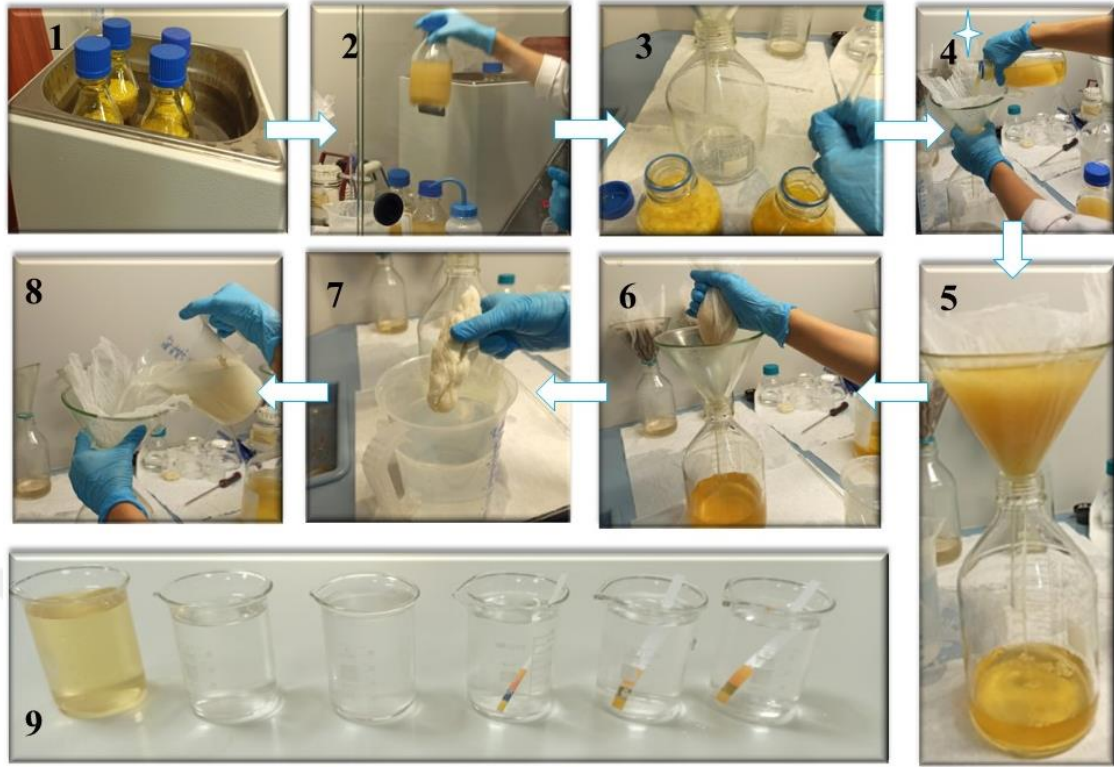
Şekil 3.5. 80 °C’de 5 saat %2’lik NaOH çözeltisi ile muamele ardından süzme ve yıkama işlemleri, işlemler sonucunda elde edilen süzüntüler

Şekil 3.5’te %2’lik NaOH çözeltisi ile muamele ve ardından yapılan işlemlere ait görüntüler (işlem sırasına göre 1’den 9’a kadar numaralandırılmış olarak) görülmektedir. Muz lifinden α -selüloz eldesi için öncelikle 20 g muz lifi üzerine 400 ml %2’lik NaOH çözeltisi eklenerek 80 °C’de 5 saat (1) su banyosunda bırakılmıştır. Ardından şişelerde su banyosuna konulan örnekler su banyosundan alınarak (2) karıştırılmıştır (3). Sonrasında örnekler 120 μ m’lik filtre kullanılarak süzölmüş (4), 10 dk kendi halinde süzölmeye bırakılmış (5) ve filtre içindeki örnek sıkılarak (6) çözelti tamamen uzaklaştırılmıştır. Çözelti uzaklaştırılan örnek her aşamada 400 ml deiyonize su içine eklenerek (7) dengelenmesi için 10 dk beklenerek süzölmüştür (8), her süzme işleminde 4. aşamadan devam edilmiştir. Aynı hacimde deiyonize su kullanılarak yıkama işlemi nötr pH elde edilene kadar (7 kez) tekrarlanmıştır. Şekil 3.5’te ilk süzme dahil yıkama aşamaları sonrası elde edilen 8 adet süzöntü görüntüleri (9) görülmektedir.



Şekil 3.6. 75 °C’de 15 dk NaO_2Cl çözeltisi (5 g NaO_2Cl ve 4 g amino asit /100 ml deiyonize su) ile muamele ardından süzme ve yıkama işlemleri, işlemler sonucunda elde edilen süzüntüler

Şekil 3.6’da NaO_2Cl (5 g NaO_2Cl ve 5 ml asetik asit/ 100 ml deiyonize suda) çözeltisi ile muamele ve ardından yapılan işlemlere ait görüntüler (işlem sırasına göre 1’den 9’a kadar numaralandırılmış olarak) görülmektedir. %2’lik NaOH çözeltisi ilave edilen ve ardından yıkama ve süzme işlemleri tamamlanan örnek üzerine 400 ml NaO_2Cl (5 g NaO_2Cl ve 5 ml asetik asit/ 100 ml deiyonize suda) eklenerek 75 °C’de 15 dakika su banyosuna (1) bırakılmıştır. Ardından su banyosundan alınarak (2) karıştırılmıştır (3). Sonrasında örnekler 120 μm ’lik filtre kullanılarak süzölmüş (4), 10 dk kendi halinde süzölmeye bırakılmış (5) ve filtre içindeki örnek sıkılarak (6) çözelti tamamen uzaklaştırılmıştır. Çözelti uzaklaştırılan örnek her aşamada 400 ml deiyonize su içine eklenerek (7) dengelenmesi için 10 dk beklenerek süzölmüştür (8), her süzme işleminde 4. aşamadan devam edilmiştir. Aynı hacimde deiyonize su kullanılarak yıkama işlemi nötr pH elde edilene kadar (5 kez) tekrarlanmıştır. Şekil 3.6’da ilk süzme dahil yıkama aşamaları sonrası elde edilen 6 adet süzöntü görüntüleri (9) görülmektedir.



Şekil 3.7. 80 °C’de 1 saat %12’lik NaOH çözeltisi ile muamele ardından süzme ve yıkama işlemleri, işlemler sonucunda elde edilen süzüntüler

Şekil 3.7’de %12’lik NaOH çözeltisi ile muamele ve ardından yapılan işlemlere ait görüntüler (işlem sırasına göre 1’den 9’a kadar numaralandırılmış olarak) görülmektedir. NaO₂Cl çözeltisi ile muamele edilen ve ardından yıkama ve süzme işlemleri tamamlanan örnek üzerine 400 ml %12’lik NaOH çözeltisi eklenerek 80 °C’de 1 saat su banyosuna (1) bırakılmıştır. Takibinde örnekler su banyosundan alınarak (2) karıştırılmıştır (3). Sonrasında örnekler 120 µm’lik filtre kullanılarak süzölmüş (4), 10 dk kendi halinde süzölmeye bırakılmış (5) ve filtre içindeki örnek sıkılarak (6) çözelti tamamen uzaklaştırılmıştır. Çözelti uzaklaştırılan örnek her aşamada 400 ml deiyonize su içine eklenerek (7) dengelenmesi için 10 dk beklenerek süzölmüştür (8), her süzme işleminde 4. aşamadan devam edilmiştir. Aynı hacimde deiyonize su kullanılarak yıkama işlemi nötr pH elde edilene kadar (5 kez) tekrarlanmıştır. Şekil 3.7’de ilk süzme dahil yıkama aşamaları sonrası elde edilen 6 adet süzöntü görüntüleri (9) görülmektedir.

Yapılan işlem sonrası muz (hevenk ve gövde) lifi genel özelliklerinin belirlenmesi başlığında belirtilen KM, partikül boyutu ve renk analizleri ve ayrıca α-selüloz elde edilip edilmediğinin kontrolü amacıyla lignin (Carrier vd. 2011), holoselüloz, hemiselüloz ve α-selüloz (Yokoyama vd. 2002) analizleri gerçekleştirilmiştir.

3.2.4. Muz lifinden asit hidroliz yöntemiyle MKS elde edilmesi için optimizasyon çalışmalarının gerçekleştirilmesi

Muz lifinin ağartılması sonucu elde edilen α-selüloz hidroliz aşamasında kullanılmıştır. Asit hidroliz yönteminde, asit ile hidroliz uygulaması için asit konsantrasyonu (0,5-2,5 M HCl), asit materyal oranı (1/10-1/30) sıcaklık (60-100 °C) ve

işlem süresi (40-180 dk) parametrelerinin optimizasyonu; randıman (en yüksek MKS verimi), PD (<400) ve partikül çapı (<5 µm partikül çapına sahip tanecik oranı %10'dan az olmalı) değerleri dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon çalışmasında, yanıt yüzey deneme deseni yöntemi (Response Surface Method/ RSM) olan Merkez Kompozit Dizaynı (Central Composite Design/ CCD) deneme deseni analiz modellemesini oluşturmak için kullanılmıştır. Design Expert programı, deneme deseni oluşturulmasında ve planlanan üretimlerde gerçekleştirilecek analizler sonucu elde edilen verilerin değerlendirilmesinde kullanılmıştır. Optimizasyon çalışması için oluşturulan deneme deseni Çizelge 3.1'de görülmektedir. Optimizasyon sonucunda elde edilen optimum yöntem kullanılarak MKS üretimi gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.1. Optimizasyon çalışması deneme deseni

Std.	HCl çözeltisi molarite (mol/L)	Asit çözeltisi/ Materyal Oranı (ml/g)	Hidroliz sıcaklığı (°C)	Hidroliz süresi (dk)	Std.	HCl çözeltisi molarite (mol/L)	Asit çözeltisi/ Materyal oranı (ml/g)	Hidroliz sıcaklığı (°C)	Hidroliz süresi (dk)
1	1,0	15	70	75	16	2,0	25	90	145
2	2,0	15	70	75	17	0,5	20	80	110
3	1,0	25	70	75	18	2,5	20	80	110
4	2,0	25	70	75	19	1,5	10	80	110
5	1,0	15	90	75	20	1,5	30	80	110
6	2,0	15	90	75	21	1,5	20	60	110
7	1,0	25	90	75	22	1,5	20	100	110
8	2,0	25	90	75	23	1,5	20	80	40
9	1,0	15	70	145	24	1,5	20	80	180
10	2,0	15	70	145	25	1,5	20	80	110
11	1,0	25	70	145	26	1,5	20	80	110
12	2,0	25	70	145	27	1,5	20	80	110
13	1,0	15	90	145	28	1,5	20	80	110
14	2,0	15	90	145	29	1,5	20	80	110
15	1,0	25	90	145	30	1,5	20	80	110

3.2.5. Mikrokristalin selülozun gıda katkı maddesi olarak mevzuatta belirtilen özelliklerinin belirlenmesi

Çalışmanın 2. aşamasında aşağıda belirtilen analizler gerçekleştirilerek elde edilen sonuçlarla MKS'nin TGK'de belirtilen şartlara uygunluğu incelenmiştir (TGK 2017).

3.2.5.1. Polimerizasyon derecesi

MKS'lerin viskoziteleri kapiller viskozimetre metodu ile belirlenmiştir ve viskozitenin PD'ye dönüştürülmesi ile belirlenmiştir. PD'nin belirlenmesi için kullanılacak örnekler 105 °C'de sabit ağırlığa ulaşana kadar kurutulmuştur. Kurutulan örnekten 0,25 g tartılarak üzerine 25 ml saf su eklenmiş ve kap kapatılarak 15 dk boyunca

çalkalanmıştır. Ardından üzerine 25 ml 1M Cuprietildiamin (cupriethylene diamine-Bis(ethylenediamine) copper(II)) çözeltisinden 25 ml eklenmiş ve şişe kapatılarak 40 dk boyunca çalkalanmıştır (örnek tamamen çözünene kadar). Yıkanmış/ temiz/ kuru ubbelohde viskozimetresi bir ucu kapalı şekilde hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiden 25 ml ubbelohde viskozimetresi haznesine eklenmiştir. Çözeltinin akış haznesine aktarılması sonrası kapalı uç açılarak akış süresi (t, sn) belirlenmiştir. Hazırlanan çözeltiden 5 ml alınarak ağırlık ölçümü ile elde edilen ağırlık değerleri ortalamaları hacme bölünerek öz kütle (d, g/ml) hesaplanmıştır. Her kullanım sonrası ubbelohde viskozimetresi önce %5'lik asit sonra su ve aseton kullanılarak yıkanmıştır. Örnek eklenmeden aynı işlemler tekrarlanarak çözücü için süre ve öz kütle değerleri belirlenmiştir (Oluwasina vd. 2014). Hesaplama için kullanılan formüller Denklem 3.2 ve 3.3 verilmiştir.

$$\eta = \frac{[2(\eta_{sv} - \ln n_r)]^{1/2}}{C} \quad (3.2)$$

$$\eta_{sv} = \frac{(\eta_{\text{çözeltili}} - \eta_{\text{çözücü}})}{\eta_{\text{çözücü}}} \quad (3.3)$$

Denklemde $[\eta]$ içsel (intrinsic) viskozite, η_{sv} hazırlanan çözeltiye ait spesifik viskozite, $\eta_{\text{çözeltili}}$ çözeltiye ait relatif viskozite ($t_{\text{çözeltili}} \times d_{\text{çözeltili}}$), $\eta_{\text{çözücü}}$ çözücüye ait relatif viskozite ($t_{\text{çözücü}} \times d_{\text{çözücü}}$) η_r relatif viskozite ($t_{\text{çözeltili}}/t_{\text{çözücü}}$), ve C örnek konsantrasyonunu (örnek ağırlığı g/50 ml) temsil etmektedir. PD aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır (İbrahim vd. 2010). Kullanılan formül Denklem 3.4'de verilmiştir.

$$DP^{0,85} = 1,1[\eta] \quad (3.4)$$

3.2.5.2. Partikül boyutu

Partikül boyutu Master Sizer 2000 kullanılarak belirlenmiştir (Bkz. 3.3.2.2. Partikül boyutu).

3.2.5.3. Çözünürlük

Deiyonize su kullanılarak 50 g NaOH/L konsantrasyonda hazırlanan 10 ml NaOH çözeltisi içerisine 1 g MKS eklenerek çözünürlüğü kontrol edilmiştir (TGK 2017).

3.2.5.4. Renk reaksiyonu

1 mg numuneye, 1 ml fosforik asit eklenir ve 30 dakika bir su banyosunda (65 °C) ısıtılmıştır. Pirokateşolün fosforik asitteki ağırlıkça 1/4'lük çözeltisinden 4 mL eklenmiş ve 30 dakika ısıtılmıştır. Renk değişimi gözlenmiştir (TGK 2017).

3.2.5.5. Süspansiyon

3 g numune 27 mL su ile yüksek hızlı karıştırıcı (12.000 rpm) yardımıyla 5 dakika karıştırılmıştır. Karışımdan 10 ml alınarak 3 saat bekletilerek süpernatant elde edilir. Elde edilen süspansiyon özellikleri değerlendirilmiştir (TGK 2017).

3.2.5.6. pH

3.2.5.5 Süspansiyon testinde üstte kalan sıvının pH değeri ölçülmüştür (suda %10'luk süspansiyon) (TGK 2017).

3.2.5.7. Kurutma kaybı

5 g MKS örneği 105 °C'de 3 saat bekletildikten sonra ağırlık kaybı hesaplanmıştır (TGK 2017).

3.2.5.8. Suda çözünen madde

5 g örnek 80 ml suya eklenmiş ve 10 dk boyunca çalkalandıktan sonra Whatman No. 42 filtre kâğıdından süzölmüştür. Filtre 20 ml deiyonize su ile yıkanarak kalıntılar giderildikten sonra 105 °C 1 saat kurutularak tartım yapılmış ve suda çözünen madde miktarı (%) hesaplanmıştır (TGK 2017).

3.2.5.9. Sülfatlandırılmış kül

3 g MKS örneği 800 ± 25 °C'de 6 saat yakılarak kül içeriği belirlenmiştir (TGK 2017).

3.2.5.10. Nişasta

3.2.5.5 Süspansiyon testinde elde edilen dispersiyonun 20 ml'sine birkaç damla iyot çözeltisi eklenmiş ve karıştırılmıştır. Renk değişimi gözlenmiştir (TGK 2017).

3.2.5.11. Element İçeriği

MKS içeriğindeki As, Pb, Hg ve Cd miktarı ICP-MS kullanılarak belirlenmiştir (Upadhyay vd., 2009).

3.2.6. Mikrokrystalin selülozun karakteristik özelliklerinin belirlenmesi

Belirtilen analizler hem M-MKS hem de T-MKS için uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar incelenerek örneklerin karakteristik özellikleri mukayese edilmiştir.

3.2.6.1. Polimerizasyon derecesi

MKS viskoziteleri kapiller viskozimetre metodu ile, polimerizasyon dereceleri elde edilen viskozite değerinin PD'ye dönüştürülmesi ile belirlenmiştir (İbrahim vd. 2010; Oluwasina vd. 2014).

3.2.6.2. Partikül görünümü

MKS mikroskobik yapılarının incelenmesi amacıyla QUANTA 400F Field Emission SEM (FEI Company, Hillsboro, ABD) kullanılarak uygun Au-Pd ile 3 nm kalınlığında materyal ile kaplanan örneklerin görüntüleri alınmıştır.

3.2.6.3. Kristallik indeksi

Kurutulmuş MKS örneklerinin kristallik indeksleri X-ray difraktometresi kullanılarak belirlenmiştir. Analiz Cu-K α lambası ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçüm 2°/dk aralıklarla açı aralığı 5°-50° (2 θ) aralığında olacak şekilde Rigaku MiniFlex (Applied Rigaku Technologies Inc., Texas, ABD) Masaüstü X-Işını Kırınım Cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kristallik indeksi Segal metodu kullanılarak hesaplanmıştır (Segal vd. 1959; Kale vd. 2018). Denklem (3.5) kullanılarak kristalli tepenin yoğunluğu ile kristalli olmayan tepenin toplam yoğunluğu arasındaki yükseklik oranından hesaplanabilir; kullanılan formül Denklem 3.5'te verilmiştir.

$$CrI = \left[\frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \right] * 100 \quad (3.5)$$

CrI kristallik indeksidir, I_{002} zirvenin maksimum yoğunluğudur ve I_{am} kristal olmayan malzemenin kırınım yoğunluğudur.

Asitle hidrolize lifler için yüksek derecede kristallik indeksi elde edilir ve hidrolize liflerin ortalama boyutu yaklaşık 25 nm'dir. Kristalit boyutları aşağıdaki gibi Scherrer denklemi kullanılarak hesaplanır; kullanılan formül Denklem 3.6'te verilmiştir

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.6)$$

Formülde L kristalitin boyutudur (nm), k Scherrer sabitidir (0,94), λ X-ışını dalga boyudur (0,15418 nm), β radyan cinsinden kafes düzlemi yansımasının tam genişlikteki yarı maksimumudur ve θ açısına karşılık gelen Bragg açısıdır (yansıma açısı).

3.2.6.4. Kızılötesi spektroskopisi

MKS içeriğindeki mevcut fonksiyonel grupları belirlemek amacıyla kullanılmaktadır. Kurutulmuş örneklerde Spectrum 400 FT-IR/FT-NIR Spectrometer (Perkin Elmer, Shelton, United States) kullanılarak 4000-400 cm^{-1} aralığında tarama yapılarak spektrumlar elde edilmiştir (Kale vd. 2018).

3.2.6.5. Isıl davranış özellikleri

MKS ısı davranış özelliklerini belirlemek amacıyla örnekler Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) 600 (Perkin Elmer, Shelton, ABD) kullanılarak nitrojen gazı altında 25 °C'den 400 °C'ye kadar ısıtılmış ve 10 °C aralıklarla ölçüm alınmıştır (Afifah vd. 2016).

3.2.7. Keklerde gerçekleştirilen analizler

3.2.7.1. Keklerin üretilmesi

Bennion vd. (1997) tarafından kek üretimi için belirtilen açıklamalar dikkate alınarak yapılan denemeler sonrası kek kontrol formülasyonu belirlenmiştir. Keklerde raf ömrü denemesi öncesi, MKS'nin yağ ikamesi olarak kullanımı için uygun ikame oranının belirlenmesi amacıyla çalışmalarda kontrol grubu (Kontrol) olarak kullanılan kek formülasyonundaki yağ içeriği %15 (M15), %20 (M20), %25 (M25), %30 (M30) ve %50

(M50) oranlarında azaltılıp bu oranlarda MKS eklenerek keklerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Kontrol grubu kek 200 g un, 80 g yağ, 140 g şeker, 135 g yumurta, 35 g süt, 5 g kabartma tozu ve 5 g vanilin formülasyonu kullanılarak hazırlanmıştır. Belirtilen malzemeler hamur yoğurma makinesinde (Kitchen Aid, st Joseph Michigan, ABD) sırasıyla yumurta, şeker ve vanilin eklenerek 6. kademede 4 dk, ardından yağ ve süt eklenerek 6. kademede 2 dk ve son olarak un (varsa MKS) ve kabartma tozu eklenerek 2. kademede 2 dk toplamda 8 dk karıştırılarak kek hamuru elde edilmiştir. Hazırlanan kek hamuru, içi yağlı kek kaplarına 60 gramlık porsiyonlar halinde aktararak 180 °C de 35 dk fırında (FİMAK, Konya, Türkiye) pişirilmiştir. Kek örneklerine ait formülasyonlar Çizelge 3.2’de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Kek formülasyonları (Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50)

	Kontrol	M15	M20	M25	M30	M50
Un	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00	200,00
Yağ	80,00	68,00	64,00	60,00	56,00	40,00
MKS	0,00	12,00	16,00	20,00	24,00	40,00
Şeker	140,00	140,00	140,00	140,00	140,00	140,00
Yumurta	135,00	135,00	135,00	135,00	135,00	135,00
Süt	35,00	35,00	35,00	35,00	35,00	35,00
Kabartma Tozu	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
Vanilin	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00

3.2.7.2. Keklerde fiziksel analizler

Ağırlık kaybı; Pişirme sonrası meydana gelen ağırlık kaybı, pişirildikten sonra örneklerin oda sıcaklığına soğutulup beklenmesi sonrası tartım ile pişirme öncesi ağırlık arasındaki farkı hesaplanmıştır.

Hacim; Örneklerin hacmi ilk gün AACC’nin Standart Metotlarından tohumla yer değiştirme metodu kullanılarak belirlenmiştir (AACC 2003a). Ölçüm için kolza tohumu kullanılmıştır.

Nem miktarı; Örneklerin nem içeriği, Kern DBS 60-3 (Raptor Supplies Limited, Londra, İngiltere) nem ölçme cihazı kullanılarak kurutma sonrası sabit ağırlığa ulaşma değeri belirlenmiştir.

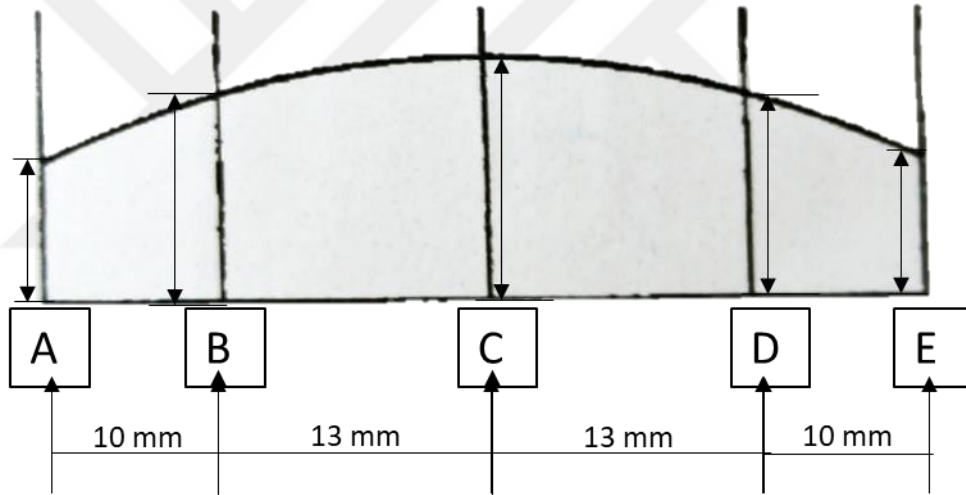
Su aktivitesi; Örneklerin su aktivitesi değerleri, Labswift-a_w (Novasina AG, Lachen, İsviçre) su aktivitesi ölçüm cihazı kullanılarak belirlenmiştir.

Renk ölçümü; Örneklerin iç ve dış (alt, üst ve yan) yüzeylerine ait L* [(0) siyah- (100) beyaz], a* [(+) kırmızı, (-) yeşil] ve b* [(+) sarı, (-) mavi] değerleri CIE-Lab sistemine göre Minolta CR-400 (Konica Minolta Inc., Osaka, Japonya) kolorimetre cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Kek dış kabuk rengi ortalama değeri belirlenmesi için üst, yan, alt olmak üzere 3 bölgeden paraleli ölçüm alınmış ve bu değerlerin ortalaması dış renk

değeri olarak verilmiştir. İç renk ise kek kesilmesi sonrası 2 farklı bölgeden yapılan ölçümlerin ortalama değeri olarak verilmiştir.

Kek hamur akışkanlığı; Kek hamuru akışkanlığı Bostwick kıvam ölçer (consistometer) (Çalışkan, Ankara, Türkiye) kullanılarak belirlenmiştir. Kek hamurunun örnek haznesine doldurulması ve ardından hazne kapağının açılması sonrası 120 sn içinde aldığı mesafe belirlenerek ölçülmüştür (Zahn vd. 2010).

Hacim İndeksi; Keklerin hacim indeksleri, AACC'nin Standart Metotlarından Metod 10-91'e göre belirlenmiştir (AACC 2003b). Belirtilen metoda göre şablondaki değerler bu çalışmada üretilen kek boyutuna göre modifiye edilerek ölçüm şablonu oluşturulmuştur. Ölçme işlemi için milimetrik kâğıt kullanılmıştır. Kekler soğutulduktan sonra dikey olarak merkezlerinden kesilerek, ortadan kesilmiş olan keklerin yüzeyleri şablonun çizgisi ile aynı hizaya gelecek şekilde yerleştirilip B, C ve D yükseklikleri milimetrik şablondan okunmuştur. Hacim indeksi (mm); B+C+D değerlerinin toplamı olarak hesaplanmıştır. Şekil 3.8'de kullanılan şablon üzerinde A, B, C, D, E değerleri ölçümleri gösterilmiştir.



Şekil 3.8. Hacim indeksi ölçüm şablonu ve A, B, C, D değerleri

3.2.7.3. Keklerde yapısal analizler

Pişirme işleminin ardından oda sıcaklığında iki saat süre ile dinlendirilen kek örneklerinin sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet özellikleri tekstür profil analizi cihazı (TA, Stable Microsystems, Surrey, UK) kullanılarak belirlenmiştir (Baltacıoğlu ve Uyar 2017).

3.2.7.4. Keklerde duyuusal analiz

Duyuusal analizler gerçekleştirilirken keklerin değerlendirilmesinde en az 10 panelist tarafından dış görünüş, tekstür, iç renk, koku, tat, ağızda bıraktığı his, gözenek yapısı ve beğeni durumları açısından değerlendirme gerçekleştirilmiştir. Değerlendirme için Hedonik tip skala kullanılmış olup her bir özellik için 1 ile 9 arasında bir puan (8-9: çok iyi, 6-7: iyi, 4-5: orta, 2-3: kötü ve 1: çok kötü) verilmiştir. Keklerin duyuusal

değerlendirilmesi için hazırlanan değerlendirme formu EK-1’de verilmiştir (Elgün vd. 2012).

3.2.7.5. Keklerde raf ömrü analizleri

Yapılan ön çalışmalar sonucunda örnekler içinden seçilen M25 kek formülasyonuna T-MKS (T-M25) ayrıca M-MKS (M-M25) eklenerek ve kontrol formülasyonu kullanılarak keklerin üretimi yapılmıştır. Üretilen kekler Hastel (Hastel Gıda San. Tic. Ltd. Şti. Burdur, Türkiye) üretim tesisine götürülerek modifiye atmosfer paketlenme makinesinde paketlenmiş (%0,8 CO₂, %38,2 O₂) oda koşullarında sıcaklık değişim takibi (13,4 -18,8 °C) yapılarak paketlenme sonrası 4 hafta boyunca her yedi günde bir (1, 7, 14, 21, 28) raf ömrü ile ilgili analizler yapılmıştır.

Kek örneklerine raf ömrü boyunca; fiziksel analizler (a_w, nem, tekstür), duyu analizi, yağ oksidasyonu (TBA (Tiyobarbiturik asit) reaktifleri, peroksit sayısı tayinleri) ve serbest yağ asitliği analizleri uygulanmıştır.

Yağ ekstraksiyonu; 100 g kek öğütülmüş ve 200 ml n-hekzan ile kapalı bir balonda 1 saat boyunca çalkalanmış ve daha sonra filtre kâğıdı ile süzülerek (Whatman No. 1) katı maddeler uzaklaştırılmıştır. Elde edilen çözelti 40 °C’deki etüvde 30 dk bekletilerek çözgenin tamamen uzaklaştırılması sağlanmıştır. Elde edilen yağlar analizlerde kullanılmak üzere +4 °C’de saklanmıştır (İbrahim vd. 2013). Keklerden elde edilen yağlarda TBA ve peroksit değeri analizleri ile serbest yağ asitliği analizi gerçekleştirilmiştir.

TBA analizi; TBA analizi elde edilen yağ ekstraktında direkt metot kullanılarak yapılmıştır. 50-200 mg arası yağ ekstraktı tartılmış, 25 ml’lik balon jöjeye aktararak üzerine 1-bütanol eklenerek hacme tamamlanmıştır. Elde edilen çözeltiden 5 ml alınarak üzerine %0,2’lik TBA eklenmiştir. Aynı zamanda 5 ml 1-bütanol üzerine 5 ml %0,2’lik TBA eklenerek kör çözelti hazırlanmış ve vorteks ile iyice karıştırılmıştır. Hazırlanan çözelti 95 °C’de su banyosunda 2 saat bekletilmiştir. Belirtilen süre sonunda örnekler su banyosundan çıkartılarak 10 dk boyunca akan çeşme suyunda soğutulmuştur. Önce kör çözeltisi kullanılarak spektrometre sıfırlanmış daha sonra da örneklerin spektrofotometrede 532 nm dalga boyunda absorpsiyon değerleri belirlenmiştir. TBA değeri elde edilen absorpsiyon değeri K sabiti ile çarpılarak sonuç elde edilmiştir (Pegg, 2001). Kullanılan formül Denklem 3.7’de verilmiştir

$$K = \left[\left(\frac{1}{m} \right) \times 72,03 \times DF \times 10^6 \right] / m \quad (3.7)$$

Denklemde; m kalibrasyon eğrisi, 72,03 g/mol malonaldehit moleküler ağırlığı, DF dilüsyon faktörü (25 ml/5 ml), 10⁶ analiz sonucunun mg malonaldehit eş değeri/g örnek olarak verilmesi için kullanılan katsayı, m örnek ağırlığı (mg)’dır. Pegg 2001 tarafından yapılan açıklamalara uygun olarak kalibrasyon grafiği hazırlanmıştır. Kalibrasyon grafiği EK-2’de verilmiştir.

Peroksit Değeri; Peroksit değeri tayini, titrimetrik yöntemle gerçekleştirilmiştir. Buna göre 5 ±0,05 g yağ örneğine 30 ml 3:2’lik asetik asit-kloroform çözeltisi karışımından ilave edilmiş ve 0,5 ml doymuş KI (potasyum iyodür) çözeltisi ilave edilerek 1 dk çalkalanarak ardından 30 ml deiyonize su eklenmiştir. Karışım 5 dakika

boyunca karanlık ortamda bekletilmiştir. Bunun sonucunda peroksitlerin katıldığı bir tepkime sonucu I_2 açığa çıkması sağlanmıştır. Daha sonra 75 ml kaynatılıp soğutulmuş deiyonize su ve 1 ml nişasta belirteci varlığında standardize edilmiş 0,002N sodyum tiyosülfat ($Na_2S_2O_3$) çözeltisiyle titrasyon yapılarak peroksit değeri mili eş peroksit /kg örnek olarak harcanan sodyum tiyosülfat miktarına göre hesaplanmıştır (AOAC 2005a). Kullanılan formül Denklem 3.8’de verilmiştir

$$Peroksit Değeri = \frac{S \times M \times 1000}{m} \quad (3.8)$$

Denklemde; S harcanan sodyum tiyosülfat miktarı (ml), M sodyum tiyosülfat molaritesi (M) ve m örnek miktarı (g)’dır.

Serbest yağ asitliği; $3 \pm 0,05$ g yağ örneği tartılmış ve üzerine 0,01M NaOH çözeltisi ile, açık pembe renk elde edilebilmesi için 2 ml %1’lik fenolfitalein belirteci ve ardından nötralize edilen 50 ml etil alkol ilave edilerek karıştırılmıştır. Ardından 0,25M NaOH çözeltisi ile pembe renk 1 dk süreyle sabit kalıncaya kadar titre edilmiştir. Titrasyon sonucunda harcanan NaOH miktarı dikkate alınarak yüzde serbest yağ (oleik asit esas alınarak) asidi oranı hesaplanmıştır (AOAC 2005b). Kullanılan formül Denklem 3.9’da verilmiştir

$$\%Serbest\ yağ\ asitliği = \frac{N \times 0,282}{m} \quad (3.9)$$

Denklemde N NaOH miktarı (ml), m örnek miktarı (g), 0,282 serbest asitlik sabit değeridir.

3.2.8. Ekmekte gerçekleştirilen analizler

3.2.8.1. Ekmeklerin üretilmesi

Ekmek üretimi için geleneksel francala ekmek formülasyonu kullanılmıştır. Una oranla %3 yaş maya ve %1,2 tuz eklenerek kontrol olarak MKS içermeyen ve %0,5, 1, 2 ve 4 oranlarında MKS içeren ekmekler üretilmiştir. 500 BU (Brabender Units) değerinde hamur kıvamı elde etmek için gerekli miktarda su eklenerek ekmek hamuru hazırlanmıştır. MKS içeren ve içermeyen unların hamur özellikleri Farinograf ve Ekstensograf (Brabender OHG, Duisberg, Germany) kullanılarak belirlenmiştir.

Ekmek hamuru gluten ağı oluşana kadar yoğurulmuş (25 ± 2 C°) ve gerekli kıvama ulaştıktan sonra hamur oda sıcaklığında (25 ± 2 C°) 10 dk mayalamaya bırakılmıştır. Mayalanma süresi dolan ekmekler 90 g somun olarak tartılmış, şekillendirilerek 32 °C’de %70 nem içeren fermantasyon kabininde pişme hacmine ulaşana kadar mayalandıktan sonra 250 C° sıcaklığında 200 ml buhar verilen fırında 14 dk pişirilmiştir. Ekmek örneklerinde pişirme işleminin ardından 2 saat soğuması için bekletilerek sonrasında analizlerde kullanılmak üzere paketlenmiştir.

3.2.8.2. Ekmeklerde fiziksel analizler

Ağırlık kaybı, hacim, nem içeriği, su aktivitesi ve renk değerleri ekmek için önceki başlıklarda belirtilen yöntemler kullanılarak yapılmıştır.

3.2.8.3. Ekmeklerde tekstür analizi

Ekmeklerdeki sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet özellikleri tekstür profil analizi cihazı (TA, Stable Microsystems, Surrey, İngiltere) kullanılarak belirlenmiştir (Correa ve Ferrero 2015).

3.2.8.4. Ekmeklerde duyusal analiz

Duyusal analizler gerçekleştirilirken örneklerin değerlendirilmesinde en az 10 panelist ile duyusal analiz çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Panelistler ekmeğin kabuk rengi, iç rengi, gözenek yapısı, ağızda çiğnenebilirliği, tadı, aroması ve genel beğeni olmak üzere 7 kriteri değerlendirmiştir. Değerlendirme için hedonik tip skala kullanılmış olup her bir özellik için örnekler 1 ile 9 arasında bir puan (8-9 çok iyi; 6-7 iyi; 4-5 orta; 2-3 kötü; 1 çok kötü) verilerek değerlendirilmiştir. Ekmeklerin duyusal değerlendirilmesi için hazırlanan değerlendirme formu EK-3'te verilmiştir.

3.2.8.5. Ekmekte bayatlama analizleri

MKS kullanımının ekmek bayatlamasına etkisi belirlenmek üzere nem kaybı, a_w , sertlik ve retrogradasyon indeksi değerleri 7 gün boyunca (1, 3, ve 7. günlerde analizler gerçekleştirilerek) takip edilmiştir.

3.2.8.6. Retrogradasyon indeksi

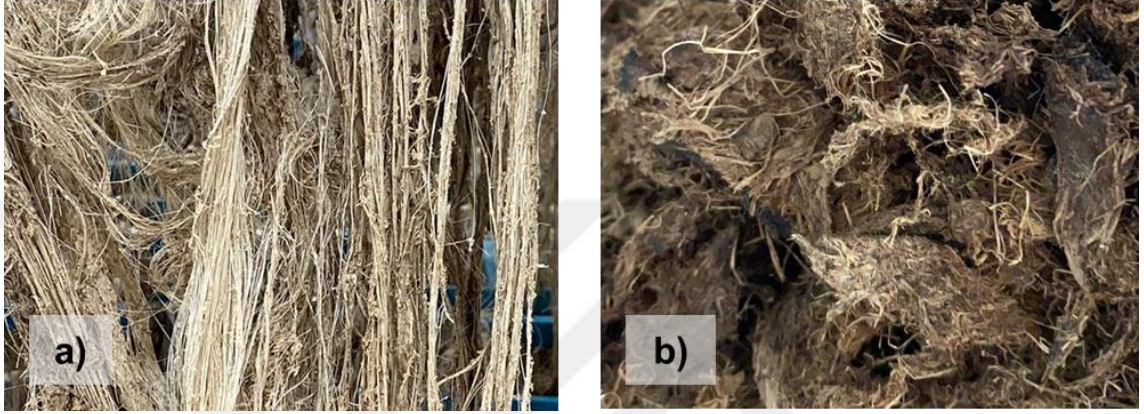
Belirtilen depolama süresi içerisinde nişasta retrogradasyon indeksinin belirlenmesi için DSC analizi kullanılmıştır.

Örnekler analiz süresi boyunca erime durumunda meydana gelen tersinir (amiloz limit kompleksleri) yapıları tersinmez yapılardan ayırmak amacıyla 20 °C'den 200 °C'ye 10 °C/dk aralıklarla ısıtılarak tarama yapılmıştır (Davidou vd. 1996, Gavilighi vd. 2006).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

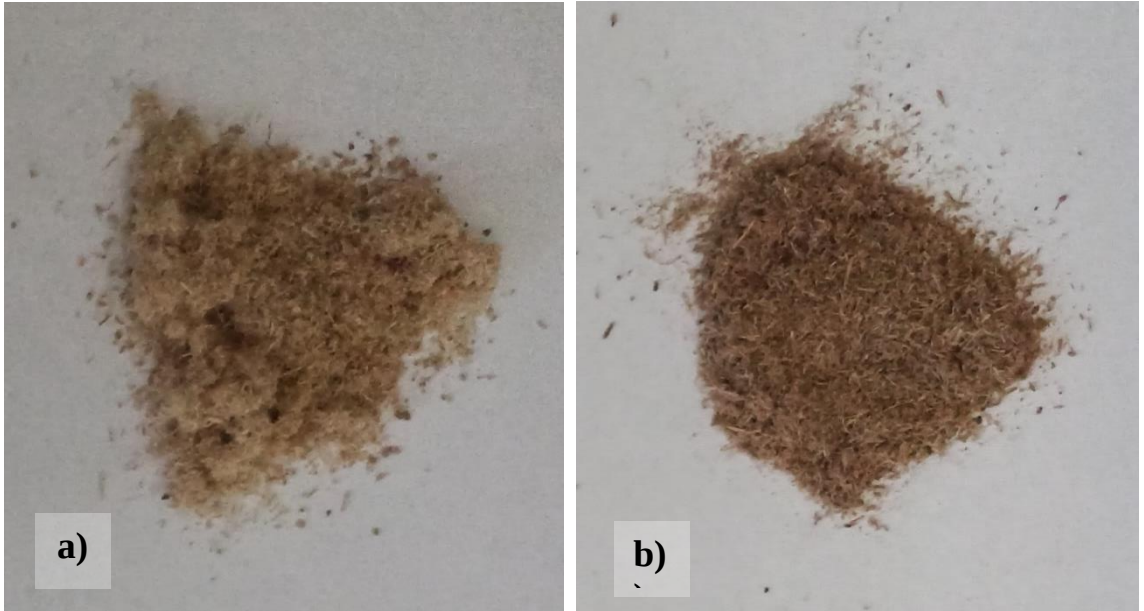
4.1. Muz (Hevenk ve Gövde) Lifi Genel Özellikleri

Öncelikli olarak ön denemeler için Baumann firmasından sadece yıkanmış ancak başka bir işlem uygulanmamış muz gövde ve hevenk lifi numunelerinden temin edilmiştir. Şekil 4.1’de görüldüğü üzere muz gövde lifi daha düzenli iplik yapısına sahipken hevenk lifi içerisinde safsızlıklar bulunan parça parça düzensiz bir lifli yapıya sahiptir.



Şekil 4.1. a) Muz gövde lifi, b) Muz hevenk lifi

Liflerin öğütülmesi işleminin uzun sürmesi nedeniyle tez çalışması için muz lifi Baumann firmasından öğütülmüş olarak temin edilmiştir. Şekil 4.2’de öğütülmüş muz gövde lifi ve muz hevenk lifine ait görseller verilmiştir.



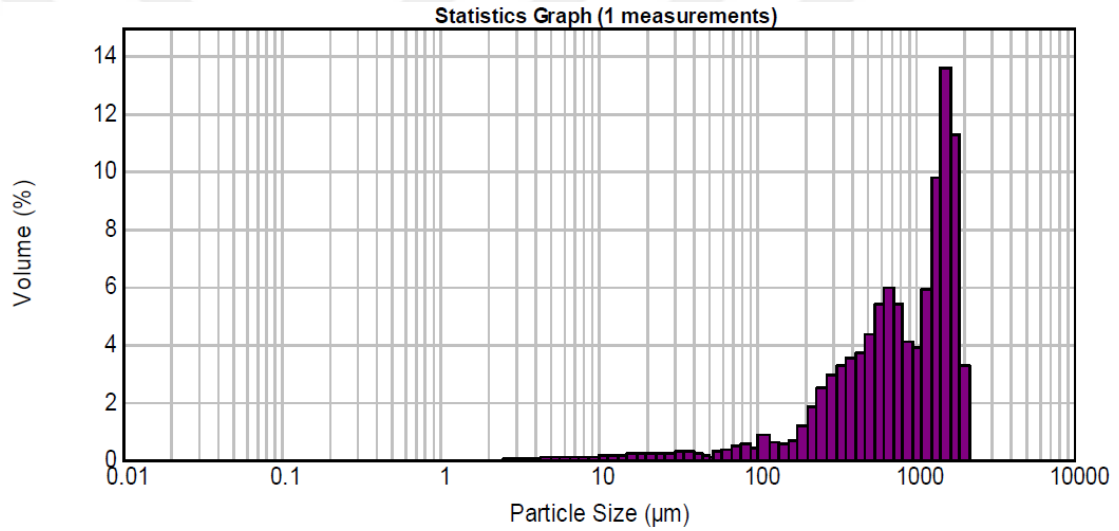
Şekil 4.2. Öğütülmüş a) Muz gövde lifi, b) Muz hevenk lifi

Öğütülen liflerin genel özelliklerinin belirlenmesi için renk ölçümü, KM analizi ve partikül boyut ölçümü gerçekleştirilmiştir. Öğütülen liflerin renk değerleri ve liflerin KM içeriği de belirlenmiştir. Elde edilen değerler Çizelge 4.1’de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Gövde ve Hevenk lifi renk ve KM (%) değerleri

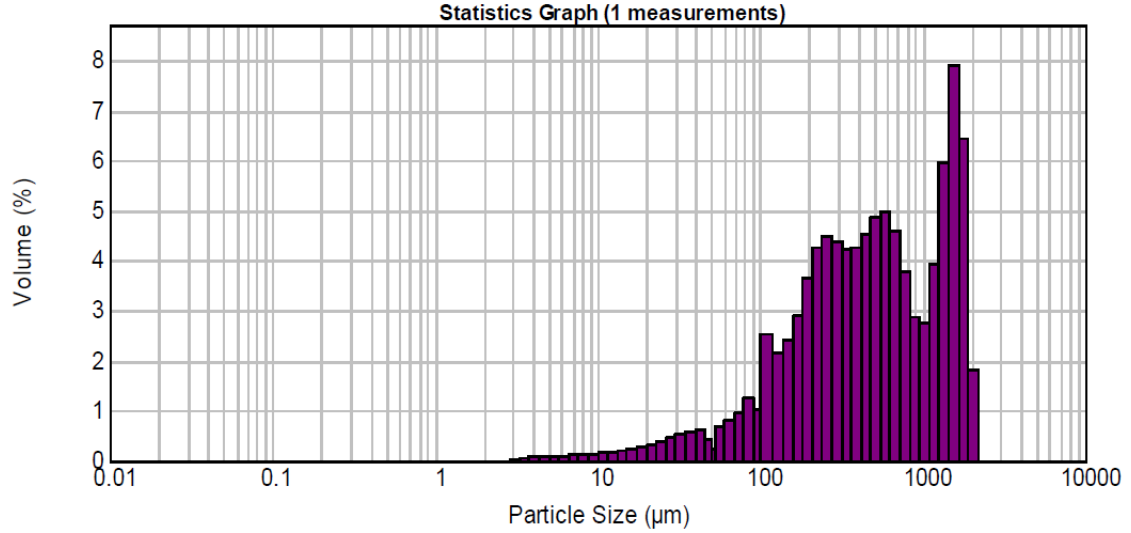
Muz Lif Çeşidi	L* ± SS	a* ± SS	b* ± SS	ΔE ± SS	KM (%) ± SS
Gövde Lifi	65,32 0,67	8,20 0,11	12,58 0,42	32,55 0,62	92,69 0,24
Hevenk Lifi	53,12 0,74	8,17 0,07	10,69 0,27	43,71 0,66	92,13 0,39

Öğütülmüş olarak temin edilen liflerin partikül boyutlarının belirlenmesi için gerekli çalışmalar yapılmıştır. Muz gövde lifine ait partikül boyut dağılımı grafiği Şekil 4.3’te, muz hevenk lifine ait partikül boyut dağılım grafiği Şekil 4.4’te verilmiştir.



Şekil 4.3. Muz gövde lifi boyutu dağılım grafiği

Deepa vd. (2011) tarafından yapılan çalışmada muz lifi KM içeriği %90-89 olarak verilmiştir. Hammadde olarak kullanılan muz gövde lifinin KM oranının %92,69 olduğu; bu durumda KM oranının muz gövde lifinin kurutma süresi ve sıcaklığına bağlı olarak değişeceği göze alındığında benzer oranlara sahip olduğu söylenebilir.

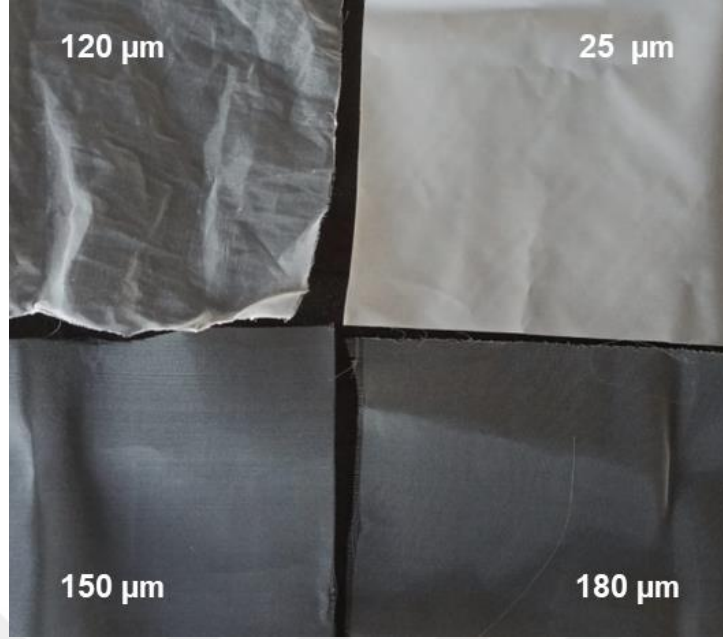


Şekil 4.4. Muz hevenk lifi partikül boyutu dağılım grafiği

Muz gövde lifi ve muz hevenk lifi için elde edilen boyut dağılım grafikleri (Şekil 4.4 ve Şekil 4.3) incelendiğinde partikül boyut dağılımının her iki lif içinde yüksek olduğu gözlemlenmektedir. Öğütülmüş olarak temin edilen liflerin dağılımı incelendiğinde muz gövde ve hevenk lifinin boyut dağılımları aralığının sırasıyla 2,5-2000 µm, 3-2200 µm olduğu ve çok geniş bir dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde muz gövde lifi ve hevenk lifinde yapıları nedeniyle homojen bir parçalama sağlanamadığı gözlenmektedir.

4.2. Muz Lifinden α -selüloz Eldesi

Bir önceki başlıkta belirtildiği üzere öğütülmüş muz gövde lifi ve muz hevenk lifi geniş aralıkta partikül boyut dağılımı göstermesi nedeniyle α -selüloz eldesi aşamasında kimyasal muameleler sonrası çözeltilerin liften uzaklaştırılması amacıyla uygulanan süzme işlemi aşamasında sıkıntılar yaşanmıştır. Uygun filtre özellikleri belirlenmesi amacıyla 25, 120, 150 ve 180 µm gözenek çaplarına sahip gıda sınıfı naylon filtreler (Gıda, naylon 66, toksik olmayan, kokusuz, yüksek mukavemetli, büyük uzama, elastik için beyaz naylon ve naylon karışımı malzemeden üretilen) kullanılarak süzme yıkama işlemi gerçekleştirilmiş verimin %28,49-31,27 aralığında, gözenek çapından bağımsız olarak değiştiği gözlenmiştir. 25 µm’lik gözenek çapına sahip filtre daha büyük gözenek çapına sahip filtrelerdeki verim kaybının belirlenerek, kıyaslanması için denemeye dahil edilmiştir. Ancak bu filtre kullanılarak 20 g örnek kullanılarak işlem yapıldığında filtre tıkanmaktadır. Bu nedenle α - selüloz üretimi aşamasında filtre olarak 120 µm’lik filtrenin kullanılması tercih edilerek, çalışmaya devam edilmiştir. Denemelerde kullanılan naylon filtrelere ait görseller Şekil 4.5’te verilmiştir.



Şekil 4.5. Süzme denemelerinde kullanılan filtreler ve gözenek çapları

Selüloz kaynağından (muz gövde lifi) α -selüloz eldesi alkali ile muamele, ağartıcı ajanlar kullanılarak ağartma ve alkali muamele ile safsızlıkların uzaklaştırılması aşamalarından oluşmaktadır.

%2'lik NaOH ile muamele sonrası ağartma aşamasında kullanılan NaO_2Cl miktarını azaltılma imkanlarının incelenmesi amacıyla öncelikle 5 g muz gövde lifi %2'lik NaOH ile muamele edilmiş ve sonrasında yıkanarak elde edilen muz lifine ağartma işleminin optimizasyonu amacıyla sırasıyla asetik asit ile asitlendirilmiş ardından 100 ml deiyonize suya 5, 4 ve 3 g NaO_2Cl (%80 saflıkta) ve her birine 5 ml asetik asit (%100 saflıkta) eklenerek denemeler gerçekleştirilmiştir. Asitliğin etkisini gözlemlemek amacıyla 5 g NaO_2Cl içeren çözeltiye 4 ml asetik asit eklenerek örnek içeriğindeki değişimler incelenmiştir. Şekil 4.6'da çeşitli konsantrasyonlarda NaO_2Cl çözeltisi ile yapılan denemelere ait görsel verilmiştir.



Şekil 4.6. Çeşitli konsantrasyonlarda NaO_2Cl çözeltisi kullanılarak MKS üretimi yapılması

Sonrasında örnekler %12'lik NaOH ile muamele edilerek geriye kalan safsızlıkların uzaklaştırılması sağlanarak elde edilen örneklerin MKS üretimi için uygunluğunun belirlenmesi amacıyla üretilen ürünlerle birlikte, gövde ve hevenk lifi içeriğinin belirlenmesi için lignin, holoselüloz, α -selüloz ve hemiselüloz analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler sonucu elde edilen α -selüloz örnekleri; 5-5 (100 ml deiyonize su 5 g NaO_2Cl 5 ml asetik asit), α -selüloz 5-4 (100 ml deiyonize su 5 g NaO_2Cl 4 ml asetik asit), α -selüloz 4-5 (100 ml deiyonize su 4 g NaO_2Cl 5 ml asetik asit) ve α -selüloz 3-5 (3 g NaO_2Cl 5 ml asetik asit) olarak kodlandırılarak elde edilen veriler Çizelge 4.2'de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Muz gövde ve hevenk lifi ve farklı konsantrasyonlarda NaO_2Cl kullanılarak ağartma işlemi uygulanan örneklere ait lignin, holoselüloz, α -selüloz ve hemiselüloz oranları (%)

Örnek	Lignin (%) $\pm$ SS	Holoselüloz (%) $\pm$ SS	α -selüloz (%) $\pm$ SS	Hemiselüloz (%) $\pm$ SS
Muz Gövde Lifi	11,61 $\pm$ 0,02	66,09 $\pm$ 0,11	42,29 $\pm$ 2,66	23,80 $\pm$ 2,55
Muz Hevenk Lifi	18,56 $\pm$ 0,86	74,79 $\pm$ 0,99	47,56 $\pm$ 0,48	27,23 $\pm$ 1,47
α -selüloz (kontrol)	0,21 $\pm$ 0,12	99,26 $\pm$ 0,76	90,12 $\pm$ 0,42	9,14 $\pm$ 1,17
α -selüloz 5-5	0,78 $\pm$ 0,02	98,33 $\pm$ 0,40	89,58 $\pm$ 0,26	8,75 $\pm$ 0,66
α -selüloz 5-4	2,27 $\pm$ 1,20	97,65 $\pm$ 0,04	79,03 $\pm$ 0,48	18,62 $\pm$ 0,51
α -selüloz 4-5	3,09 $\pm$ 0,52	97,35 $\pm$ 0,14	81,08 $\pm$ 2,07	16,27 $\pm$ 2,21
α -selüloz 3-5	2,02 $\pm$ 0,27	97,50 $\pm$ 0,49	85,54 $\pm$ 0,26	11,96 $\pm$ 0,75

Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde ağartma aşamasında 100 ml deiyonize suya 5 g NaO_2Cl 5 ml asetik asit eklenerek hazırlanan çözelti kullanılarak elde edilen

ürünün saflığının daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Muz hevenk lifinin daha yüksek α -selüloz içeriğine sahip olduğu gözlenmiş olmasına rağmen yapılan ön denemelerde hevenk lifi ağartılmasında sıkıntılar olduğu ve aynı konsantrasyonda asitle hidroliz sonucu daha düşük parçalanma meydana geldiği gözlenmesi nedeniyle yapılan çalışmaya muz gövde lifi kullanılarak devam edilmesine karar verilmiştir.

Deepa vd. (2011) tarafından yapılan çalışmada muz lifi içeriği incelendiğinde, selüloz %63-64, hemiselüloz %19 ve lignin oranının %5, nem içeriğinin %10-11 olduğu belirtilmiştir, kullanılan muz gövde lifinde elde edilen holoselüloz %66,09, hemiselüloz %23, lignin %11,61 olarak bulunmuştur. Değerler incelendiğinde elde edilen holoselüloz ve hemiselüloz içeriği literatürle uyumludur. Shanmugam vd. (2015) tarafından yapılan çalışmada kullanılan muz lifinin ise %74,2-78,3 holoselüloz içerdiği belirtilmiştir. Çalışmada kullanılan muz gövde lifinde lignin içeriğinin ise bu iki literatür değeri arasında olduğu gözlemlenmiştir. Dhakshinamoorthy vd. (2014) tarafından muz bitkisinde yapılan çalışmada artan lignifikasyonun, kök korteksinde nematod gelişimine ve üremesine direnmekten ziyade vasküler demeti hasardan korumak için genel bir savunma tepkisi olduğu belirtilmektedir. Bu nedenle lignin oranındaki artışın bitkinin yetiştirilme koşullarından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

α -selüloz üretimi için belirtilen yöntem kullanılarak, MKS üretim yönteminin optimizasyonu ve denemenin ileri aşamalarında kullanılmak üzere gerekli olan M-selülüzün üretimi yapılmıştır. Örnek olarak üretilmiş bir parti Şekil 4.7'de görülmektedir.



Şekil 4.7. Elde edilen M-selüloz a) ağartma işlemi sonrası kurutma öncesi, b) kurutma sonrası M-selüloz

4.3. MKS Eldesi için Asit Hidroliz Yöntemi Optimizasyonu

Asit hidroliz yönteminde; asit ile hidroliz uygulaması asit konsantrasyonu (0,5-2,5 M HCl), materyal/asit çözeltisi oranı (1/10-1/30), sıcaklık (60-100 °C) ve işlem süresi (40-180 dk) parametrelerinin optimizasyonu; randıman (en yüksek MKS verimi), PD (<400) ve 5 µm partikül çapına sahip tanecik oranı değerleri dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon çalışmaları için kullanılan parametreler Çizelge 4.3'te belirtilmiştir.

Çizelge 4.3. Asit hidrolizi optimizasyonu için belirlenen çalışma aralıkları

	Optimizasyon Parametreleri	Minimum Değer	Maksimum Değer	Kodlu Minimum Değer	Kodlu Maksimum Değer
A	HCl konsantrasyonu (mol)	0,5	2,5	-1 ↔ 1,00	+1 ↔ 2,00
B	Materyal/asit çözeltisi oranı	10	30	-1 ↔ 15,00	+1 ↔ 25,00
C	Hidroliz sıcaklığı (°C)	60	100	-1 ↔ 70,00	+1 ↔ 90,00
D	Hidroliz süresi (dk)	40	180	-1 ↔ 75,00	+1 ↔ 145,00

Optimizasyon çalışması için gerçekleştirilen deneme deseni ve bu çalışmalar sonucu üretilen örnekler için analiz sonuçları Çizelge 4.4'te, elde edilen değerlere ait özet bilgiler Çizelge 4.5'te verilmiştir.

Çizelge 4.4. Asit hidroliz yöntemi optimizasyon çalışması sonucu elde edilen veriler

Std*	HCl (mol)	Asit / Materyal oranı	Sıcaklık (°C)	İşlem süresi (dk)	Randıman (%)	PD	Partikül çapı **
1	1,0	15	70	75	92,61	338,94	1,64
2	2,0	15	70	75	91,26	278,85	2,39
3	1,0	25	70	75	93,98	339,95	1,65
4	2,0	25	70	75	90,62	226,26	2,20
5	1,0	15	90	75	90,05	219,31	5,10
6	2,0	15	90	75	88,47	217,74	6,49
7	1,0	25	90	75	89,04	206,79	5,34
8	2,0	25	90	75	88,13	178,84	5,89
9	1,0	15	70	145	91,15	289,72	2,48
10	2,0	15	70	145	90,83	232,70	3,23
11	1,0	25	70	145	92,33	329,00	2,05
12	2,0	25	70	145	93,44	220,56	3,11
13	1,0	15	90	145	89,40	230,02	7,18
14	2,0	15	90	145	87,23	219,41	8,46
15	1,0	25	90	145	91,34	243,64	5,49
16	2,0	25	90	145	84,63	174,59	7,01
17	0,5	20	80	110	93,12	273,03	3,01
18	2,5	20	80	110	89,52	176,33	6,19
19	1,5	10	80	110	90,80	249,15	4,41
20	1,5	30	80	110	93,80	191,88	4,93
21	1,5	20	60	110	90,60	406,92	1,66
22	1,5	20	100	110	83,32	225,27	6,37
23	1,5	20	80	40	91,85	251,98	2,24
24	1,5	20	80	180	90,85	203,53	4,39
25	1,5	20	80	110	94,21	203,12	3,70
26	1,5	20	80	110	92,17	214,79	4,89
27	1,5	20	80	110	90,88	218,66	4,21
28	1,5	20	80	110	90,28	220,87	3,49
29	1,5	20	80	110	94,09	217,76	4,34
30	1,5	20	80	110	86,81	248,06	3,92

* Standart modelleme sırası

** ≤5 µm altı oran (%)

Çizelge 4.5. Optimizasyon çalışması sonucunda elde edilen değerlere ait özet bilgiler

	Bağımlı Değişken	Örnek sayısı	Minimum	Maksimum	Ortalama	± SS	Oran	Dönüşüm modeli	Optimizasyon modeli
R1	Randıman (%)	30	83,32	94,21	90,56	± 2,65	1,13	Yok	Lineer
R2	PD	30	174,59	406,92	241,59	± 53,59	2,33	Yok	Kuadratik
R3	5µm altı partikül çapı oran	30	1,64	8,46	4,25	± 1,85	5,15	Yok	Lineer

Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen örneklerle ait resimler standart modelleme sırasına (Bkz. Çizelge 4.4 Std.) göre numaralandırılarak Şekil 4.8 ve 4.9’da verilmiştir. Elde edilen örnekler görsel olarak incelendiğinde özellikle 220 PD değeri üzerinde değere sahip örneklerde ve genel olarak 80 °C altı sıcaklıklarda hidroliz işlemi uygulanan örneklerde kümelenme ve pamuksu bir yapı gözlemlenmiştir. 90 °C yüksek asit konsantrasyonuna sahip asit çözeltisi ile hidroliz edilen örneklerde ve 100 °C’de hidroliz edilen örneklerin renklerinde koyulaşma olduğu, örneğin Std 22, gözlemlenmiştir.

Akhabue ve Osubor (2017) tarafından yapılan optimizasyon çalışmasında portakal kabuğu atığından asit hidrolizi ile MKS eldesi için RSD-CCD deneme deseni optimizasyonu, işlem süresi (10-25 dk) ve sıcaklığı (90-110 °C) optimizasyonu MKS randımanı değeri (%) dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Li vd. (2014) tarafından yapılan optimizasyon çalışmasında ise okaliptüs hamurundan asit hidrolizi ile MKS eldesi için yine RSD-CCD deneme deseni kullanılarak demir klorür (FeCl_3) konsantrasyonu (0,2-0,4 M), HCl konsantrasyonu (1,0-4,0 M), işlem süresi (40-70 dk) ve sıcaklığı (65-90 °C) parametrelerinin elde edilen MKS’nin kristallik değeri (%) üzerine etkisi araştırılmıştır. Hassan vd. (2020) tarafından yapılan optimizasyon çalışmasında yağ palmyesi boş meyve salkımlarından asit hidrolizi ile MKS eldesi için RSD-CCD deneme deseni kullanılarak, reaksiyon süresi (10-30 dk), sıcaklık (80-130 °C) ve asit konsantrasyonu (1,5-3,5 M) parametrelerinin MKS verimi, termal kararlılık ve kristallik indeksi üzerindeki etkilerini incelemiştir. Yapılan çalışmalarda MKS’nin gıda katkısı olarak kullanımı için önemli olan partikül boyutu ve PD analizlerinin yapılmadığı gözlenmiştir.



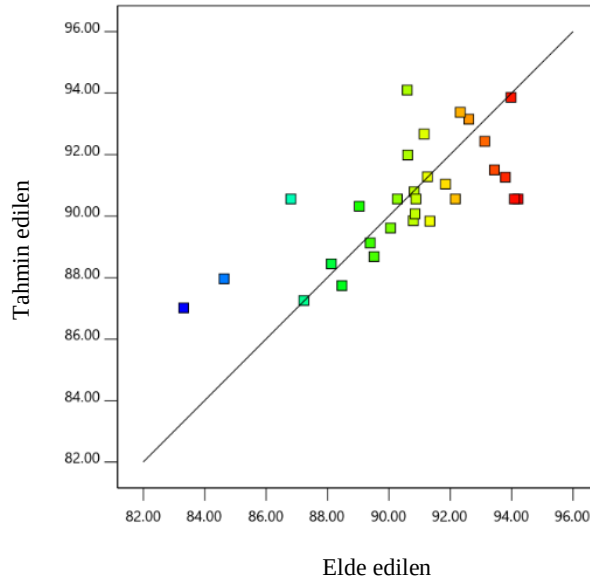
Şekil 4.8. Optimizasyon çalışmalarında elde edilen örnekler (Std 1-15)



Şekil 4.9. Optimizasyon çalışmalarında elde edilen örnekler (Std 16-30)

4.3.1. Optimizasyon çalışmaları elde edilen randıman (%) sonuçları

Randıman (%) verilerinin Design Expert programı ile değerlendirilmesi sonucunda optimizasyon için linear model kullanımı uygun bulunmuştur. ANOVA testi uygulandığında ise bu modelin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu gözlemlenmiştir. ANOVA testi sonuç değerleri tablosu EK-4'te verilmiştir. Elde edilen değerler ve tahmin edilen değerlere ait grafik Şekil 4.10'da görülmektedir. Randıman (%) sayısal değerleri Çizelge 4.4'te verilmiştir.

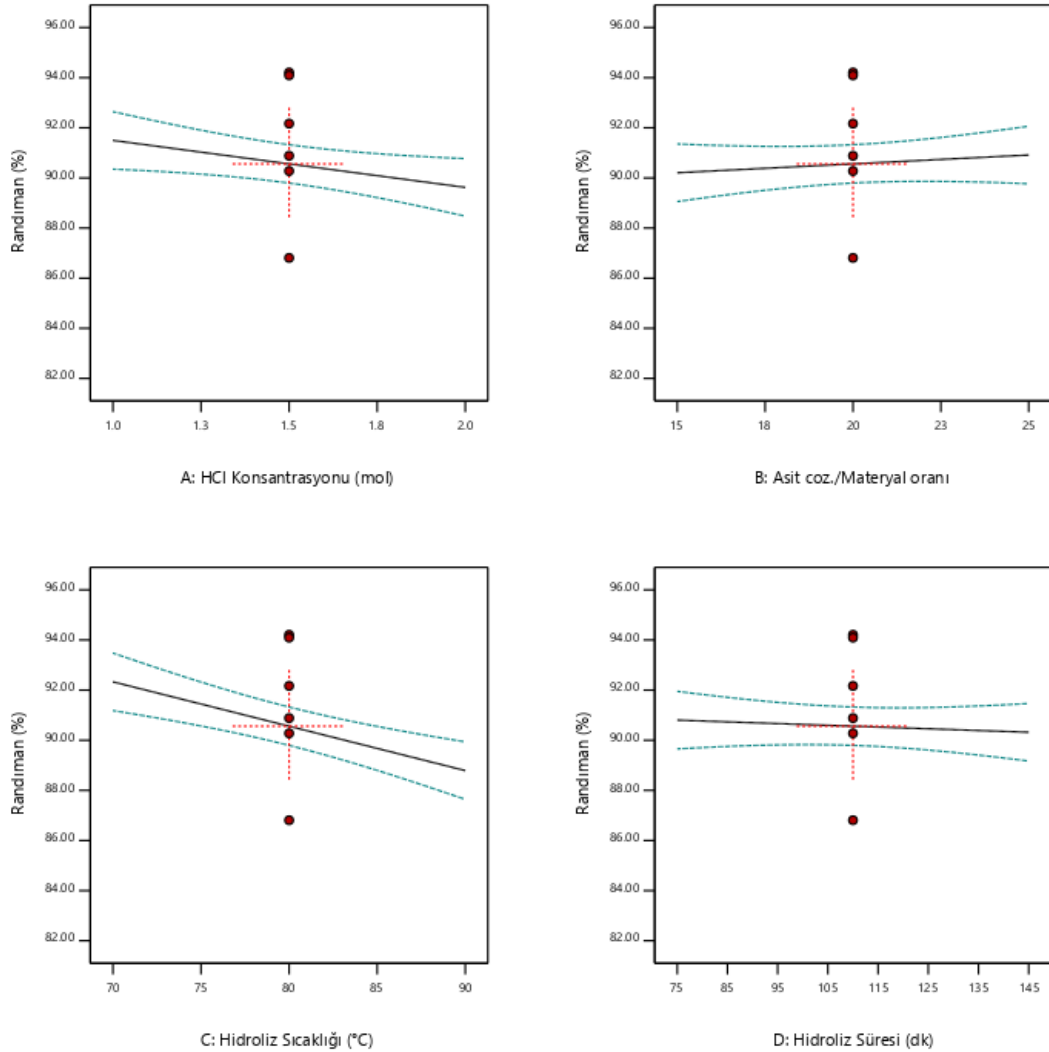


Şekil 4.10. Randıman tahmin edilen değerler ve elde edilen değerler dağılım grafiği

Elde edilen Randıman parametresine tüm faktörlerin etkisine ait grafikler Şekil 4.11'de görülmektedir. Elde edilen sonuçlara ait grafik ve ANOVA testi sonuçları incelendiğinde hidroliz sıcaklığında ve asit çözeltisi konsantrasyonunda meydana gelen artış ile Randıman (%) oranının azaldığı, asit çözeltisi/materyal oranı ve hidroliz süresinin önemli bir etkisinin olmadığı ($p > 0,05$) gözlemlenmiştir. Randıman ile faktörler arasındaki korelasyon değerlerinin HCl konsantrasyonu için -0,321; asit çöz./materyal oranı için 0,121, Hidroliz sıcaklığı için; -0,607 ve Hidroliz süresi için -0,083 olduğu belirlenmiştir.

Literatür incelendiğinde Akhabue ve Osubor (2017) tarafından yapılan çalışmada optimizasyonu, işlem süresi 10-25 dk ve sıcaklığı 90-110 °C aralığında çalışılmış gerçekleştirilen çalışmada optimum sürenin 16,28 dk olduğu, sıcaklığın 100,53 °C olduğu ve randımanın %14,15 olduğu ancak bu değerler sonrası artış ile randımanda düşüş olduğu görülmektedir. Gerçekleştirilen çalışma ile literatür bilgi karşılaştırıldığında çalışılan sıcaklık aralığının daha düşük olmasına rağmen, sürenin daha yüksek olması nedeniyle süre arttıkça verimde daha az oranla olsa da düşüş olduğu ancak en düşük verimin %83,32 en yüksek verim değerinin %94,21 gibi daha yüksek bir değere çıktığı görülmektedir. Hassan vd. (2020) yapılan çalışmada ise işlem süresi 10-30 dk, sıcaklık (80-130 °C) aralığında çalışılmış ve randıman oranının %68,10-98,30 aralığında değiştiği

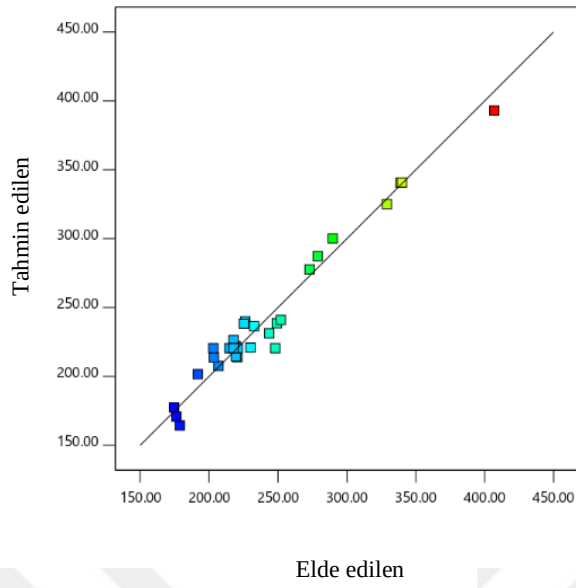
belirlenmiştir. Bu tez çalışması sonucu ile karşılaştırıldığında, Hassan vd. (2020) tarafından yapılan çalışmada sıcaklık aralığının daha yüksek olduğu ancak süre aralığının daha dar olduğu görülmektedir. Ancak elde edilen randıman aralığının daha dar olduğu değerlendirilirse tarafımızdan korelasyon değerlerinde de elde edildiği üzere verim üzerine en büyük etkiye sahip faktörün hidroliz sıcaklığı olduğu belirtilebilir ve bunun sonucunda da çalışmamızda süre aralığı artmasına rağmen sıcaklık aralığının daha dar olması nedeniyle daha dar bir randıman (%) oranına sahip olduğu söylenebilir.



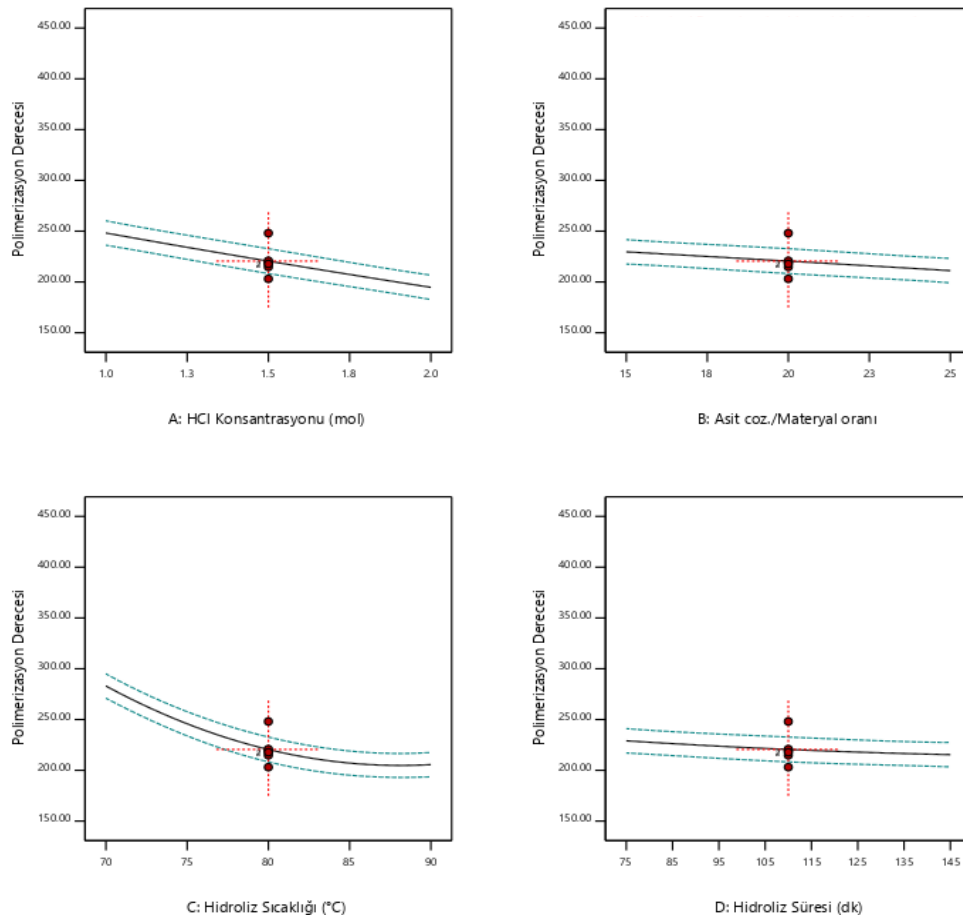
Şekil 4.11. Randıman (%) bağımlı değişkeni üzerine optimizasyon faktörlerinin etkisi

4.3.2. Optimizasyon çalışmalarında elde edilen polimerizasyon derecesi sonuçları

PD verilerinin Design Expert programı ile değerlendirilmesi sonucunda optimizasyon için Kuadratik model kullanımı uygun bulunmuştur. ANOVA testi uygulandığında ise bu modelin önemli ($p \leq 0,001$) olduğu gözlemlenmiştir. ANOVA testi sonuç değerleri tablosu EK-5'te verilmiştir. Elde edilen değerler ve tahmin edilen değerlere ait grafik Şekil 4.12'de görülmektedir. Elde edilen PD değerleri Çizelge 4.4'te verilmiştir.

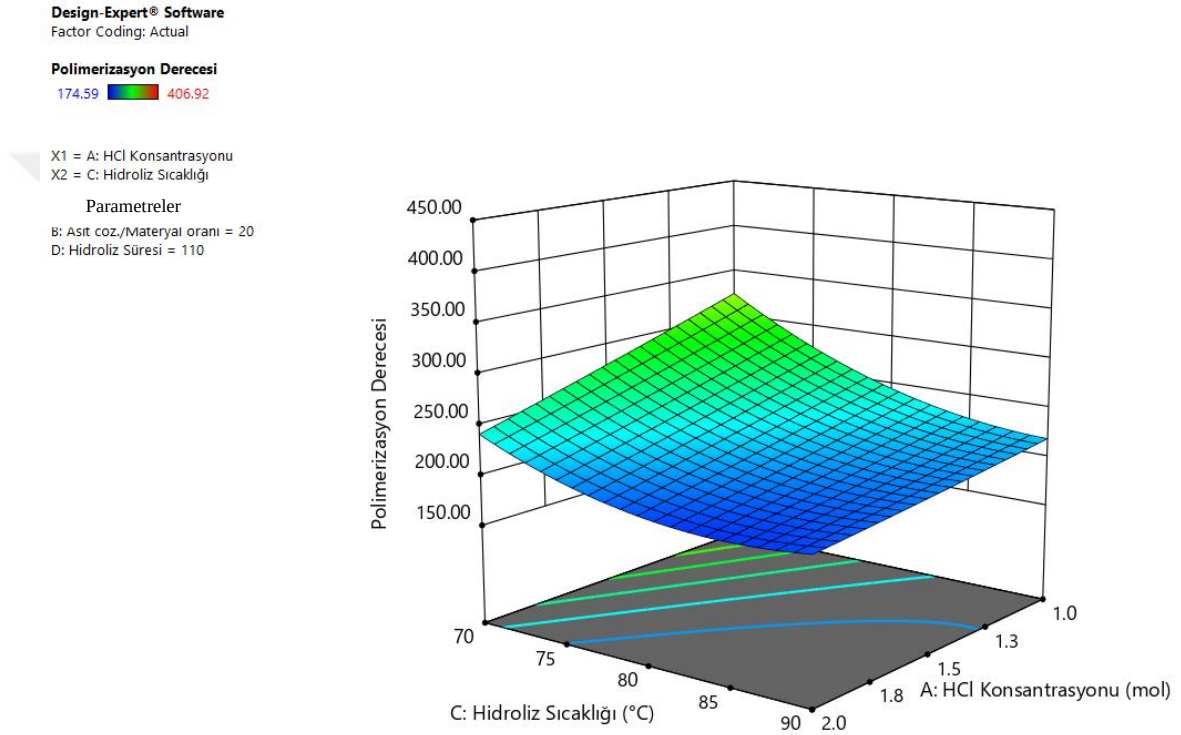


Şekil 4.12. Randıman tahmin edilen değerler ve elde edilen değerler dağılım grafiği



Şekil 4.13. PD bağımlı değişkeni üzerine optimizasyon faktörlerinin etkisi

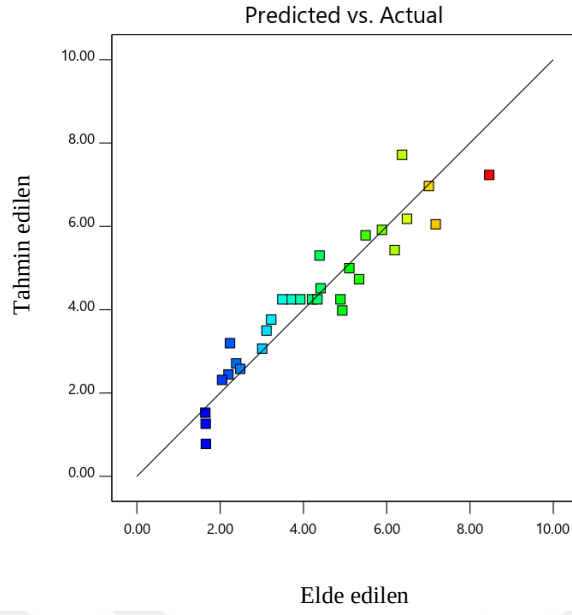
PD üzerine tüm faktörlerin etkisine ait grafikler Şekil 4.13'te görülmektedir. Elde edilen sonuçlara ait grafik ve ANOVA testi incelendiğinde hidroliz sıcaklığında ($p \leq 0,001$) ve asit çözeltisi konsantrasyonunda ($p \leq 0,001$) meydana gelen artış ile PD değerinin azaldığı, asit çözeltisi/materyal oranı ($p \leq 0,01$) ve hidroliz süresindeki ($p \leq 0,05$) artış ile düşük bir oranda azaldığı gözlemlenmiştir. PD ile faktörler arasındaki korelasyon değerlerinin HCl konsantrasyonu için -0,454, asit çözeltisi/materyal oranı için -0,157, hidroliz sıcaklığı için -0,657 ve hidroliz süresi için -0,116 olduğu belirlenmiştir. PD kuadratik model nedeniyle birden fazla faktörle aynı anda etkileşmektedir ve bu nedenle tüm faktör grafiğinde belirtilmektedir. Bu değişkene ait 3 boyutlu grafik Şekil 4.14'te verilmiştir. Literatürde asit hidrolizi optimizasyonu için PD bağıl değişkenini değerlendiren bir çalışma tespit edilmemiştir.



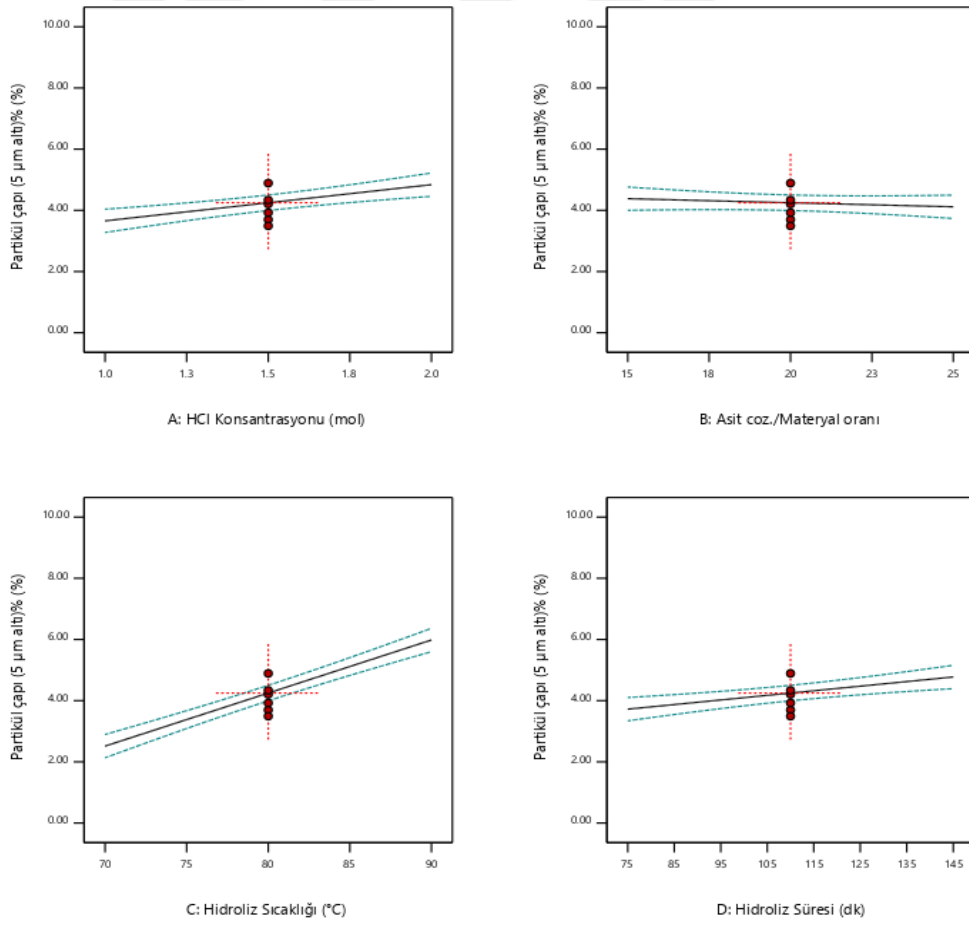
Şekil 4.14. PD optimizasyon modeli 3 boyutlu grafiği (HCL konsantrasyonu 1,5 mol ve Asit çözeltisi Materyal oranı 20 değerleri sabit olduğu koşullarda)

4.3.3. Optimizasyon çalışmaları ile elde edilen 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) sonuçları

5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranının (%) Design Expert programı ile değerlendirilmesi sonucunda optimizasyon için Linear model kullanımı uygun bulunmuştur. ANOVA testi uygulandığında ise bu modelin önemli ($p \leq 0,001$) olduğu gözlemlenmiştir. ANOVA testi sonuç değerleri tablosu EK-6'da verilmiştir. Elde edilen değerler ve tahmin edilen değerlere ait grafik Şekil 4.15'te görülmektedir. Partikül çapı 5 µm altı oranı (%) sayısal değerleri Çizelge 4.4'te verilmiştir.



Şekil 4.15. 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) tahmin edilen değerler ve elde edilen değerler dağılım grafiği



Şekil 4.16. 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) bağımlı değişkeni üzerine optimizasyon faktörlerinin etkisi

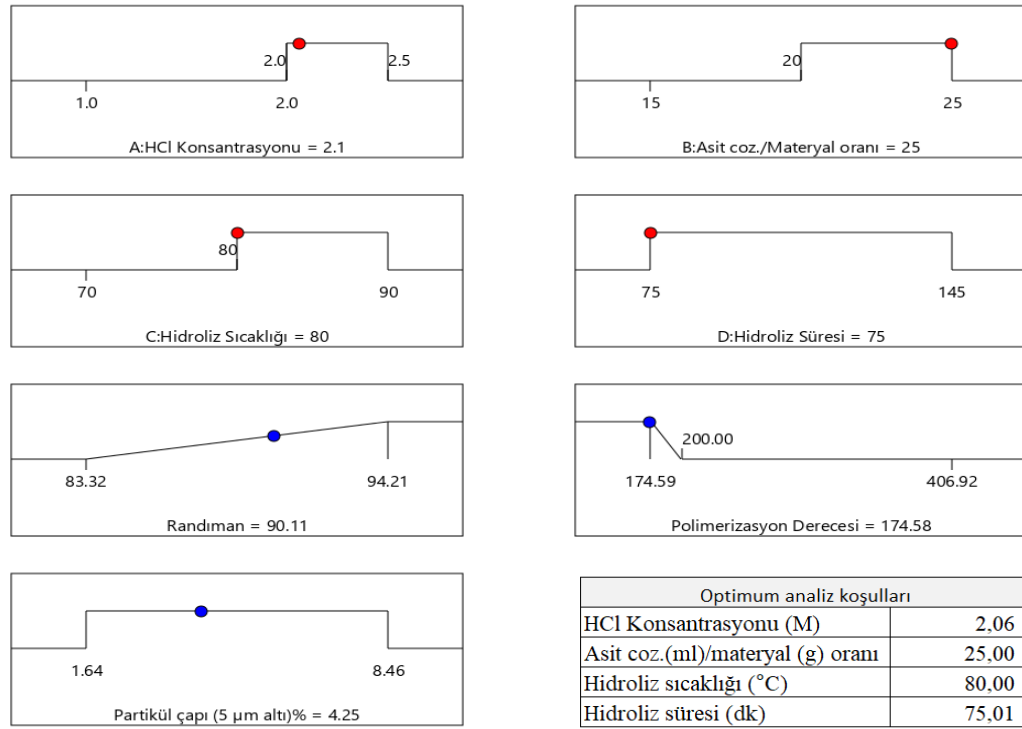
Elde edilen 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) parametresine tüm faktörlerin etkisine ait grafikler Şekil 4.16’da görülmektedir. Elde edilen sonuçlara ait grafik ve ANOVA testi sonuçları incelendiğinde hidroliz sıcaklığında ($p \leq 0,001$), asit çözeltisi konsantrasyonunda ($p \leq 0,01$) ve hidroliz süresinde ($p \leq 0,01$) meydana gelen artış ile 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranının (%) azaldığı, asit çözeltisi/materyal oranının etkisinin önemli olmadığı ($p > 0,05$) gözlemlenmiştir. 5 µm altı partikül çapına sahip tanecik oranı (%) ile faktörler arasındaki korelasyon değerleri HCl konsantrasyonu için 0,291, asit çözeltisi/ materyal oranı için -0,065, hidroliz sıcaklığı için 0,854 ve Hidroliz süresi için 0,259 olduğu belirlenmiştir. Literatürde asit hidrolizi optimizasyonu için partikül çapı bağıl değişkenini değerlendiren bir çalışma tespit edilememiştir.

4.3.4. Asit hidrolizi ile mikrokristalin selüloz üretimi için optimum parametreler

Optimizasyon çalışmaları sonucunda elde edilen örnekler görsel olarak incelendiğinde özellikle 220 PD değeri üzerinde değere sahip örneklerde ve genel olarak 80 °C altı sıcaklıklarda hidroliz işlemi uygulanan örneklerin kümelendiği ve pamuksu bir yapı gösterdiği gözlemlenmiştir ayrıca 80 °C’de 2 M konsantrasyonun altı asit çözeltisi kullanılan örneklerde de aynı özellik gözlemlenmiştir. 90 °C’de ve yüksek asit konsantrasyonuna sahip asit çözeltisi ile hidroliz edilen örneklerde ve 100 °C’de hidroliz edilen örneklerin renklerinde koyulaşma olduğu gözlemlenmiştir. Bu özellikler dikkate alınarak asit hidrolizi optimum parametreleri için belirlenen hedefler Çizelge 4.6’da verilmiştir. Belirlenen hedefler sonucu elde edilen optimum parametreler ve bu parametrelerin uygulanması ile elde edilen MKS’nin tahmin edilen değerleri Şekil 4.17’de verilmiştir.

Çizelge 4.6. Asit hidrolizi optimizasyonu için seçilen parametrelerin sahip olması gereken değerler

	Hedef	Alt Limit	Üst Limit	Önem Değeri
A:HCl Konsantrasyonu	Limit Değerler aralığında	2	2,5	3
B:Asit çöz./Materyal oranı	Limit Değerler aralığında	20	25	3
C:Hidroliz Sıcaklığı	Limit Değerler aralığında	80	90	3
D:Hidroliz Süresi	Limit Değerler aralığında	75	145	3
Randıman	En yüksek değer	83,32	94,21	4
PD	En yüksek değer	174,59	200,00	5
Partikül çapı (5 µm altı) oranı (%)	En yüksek değer	164,33	846,33	3



Şekil 4.17. Optimizasyon çalışmaları sonucunda elde edilen optimum parametreler ve elde edilen MKS için tahmin edilen ortalama değerler

4.3.5. Asit hidrolizi ile mikrokristalin üretimi optimizasyon modelinin doğrulanması

Optimizasyon çalışması sonucu bir önceki başlıkta da belirtilen hedefler kullanılarak Design Expert programı ile değerlendirilmesi sonucu belirlenen optimum üretim koşulları; öğütülmüş muz lifine 1/25 (lif/asit çözeltisi) oranında 2,06 M HCl çözeltisi eklenmesi, 80 °C’de su banyosunda 75 dk muamele olarak belirlenmiştir.

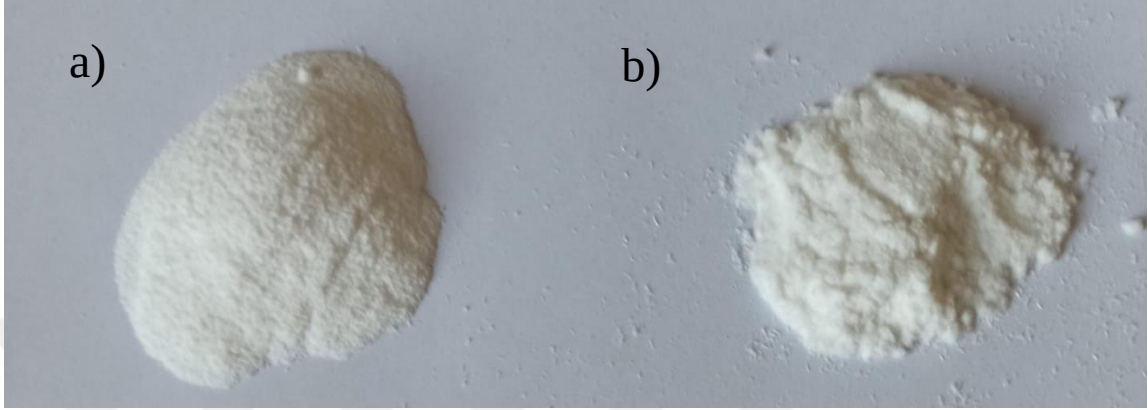
Yapılan çalışmalar sonucunda MKS üretimi için belirlenen optimum parametreler kullanılarak 2 üretim gerçekleştirilmiş ve Design Expert programı ile elde edilen MKS’ye ait analiz sonuçlarının kabul edilebilir aralıklar içerisinde olup olmadığı kontrol edilmiştir. Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde oluşturulan modele ait parametreler kullanılarak gerçekleştirilen üretim sonucunda elde edilen MKS’ye ait analiz sonuçlarının kabul edilebilir aralık içerisinde olduğu gözlenmiştir. Çizelge 4.7’de elde edilen analiz sonuçları ve doğrulama ile ilgili aralıklara ait bilgiler görülmektedir. Doğrulaması gerçekleştirilen optimizasyon modeline ait katsayılar tablosu EK7’de verilmiştir.

Çizelge 4.7. (MKS) üretimi optimizasyon modelinin doğrulama analiz sonuçları

Bağımlı Değişken	Tahmin edilen Ortalama	SS	n	Standart Hata	* alt limit	Elde edilen Ortalama	* üst limit	SS
Randoman	90,11	2,04	2	± 2,20	85,58	91,91	94,64	2,07
PD	174,59	14,03	2	± 13,42	145,99	197,30	203,18	5,59
Partikül çapı (5 µm altı) oranı (%)	4,25	0,68	2	± 0,55	3,11	4,25	5,39	0,74

* %95Tahmin aralığı

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, Asit hidroliz yönteminde; asit ile hidroliz uygulaması için asit konsantrasyonu 2,1 M HCl, asit-materyal oranı 1/25, sıcaklık 80 °C ve işlem süresi 75 dk olarak; optimizasyon sonucu belirlenen parametreler kullanılarak elde edilen MKS'nin modelleme sonucu tahmin edilen aralıklarda özelliklere sahip olduğu gözlemlenmektedir. Şekil 4.18'de ise T-MKS ve M-MKS'ye ait görseller verilmiştir.



Şekil 4.18. a) T-MKS ve b) M-MKS

4.4. MKS'nin Gıda Katkı Maddesi Olarak Mevzuatta Belirtilen Özelliklerinin Belirlenmesi

M-MKS ve T-MKS örneklerinde mevzuatta belirtilen parametrelere ait analizler gerçekleştirilmiştir. Yapılan analizler sonucunda elde edilen değerler Çizelge 4.8'de verilmiştir.

TGK gıda katkı maddelerinin spesifikasyonları hakkında yönetmelik kapsamında MKS'nin sahip olması gereken özellikler; MKS'nin, PD'si 400'den küçük olmalı, partikül boyutu 5 µm'den az tanecik oranı %10'dan fazla olmamalı, NaOH çözeltisinde esas olarak çözünmemeli veya tamamen çözünmemeli, renk reaksiyonu analizi sonucunda kırmızı renk oluşumu gözlenmeli, yüksek hızlarda su ile karıştırıldığında oluşan karışım; kolay akan bir süspansiyon ya da ağır, topaklı, çok akışkan olmayan; akması hâlinde yavaş hareket eden ve pek çok sıkışmış hava kabarcığı içeren bir süspansiyon olmalıdır, elde edilen süspansiyon pH'ı 5,0- 7,5 arasında olmalı, kurutma kaybı %7'den fazla olmamalı, suda çözünen madde oranı %0,24'ten fazla olmamalı, sülfatlandırılmış kül oranı %0,5'ten fazla olmamalı, nişasta içermemeli, içeriğinde As 3 mg/kg'dan, Pb 2 mg/kg'dan, Hg 1 mg/kg'dan ve Cd 1 mg/kg'dan fazla olmamalıdır (TGK 2017) şeklinde bildirilmektedir. Elde edilen analiz sonuçları ile örneklerimizin mevzuata uygun olduğu belirlenmiştir.

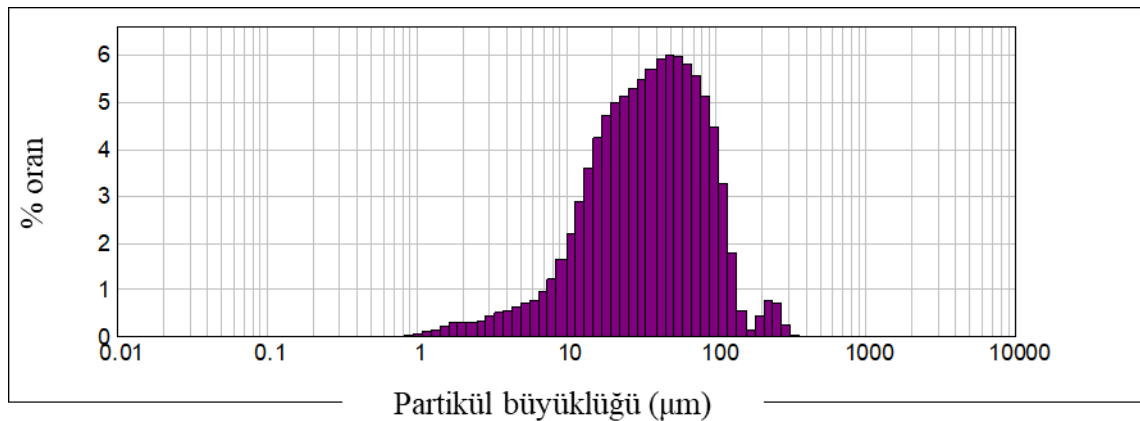
Çizelge 4.8. MKS'nin TGK'de belirtilen özelliklere ait analiz sonuçları

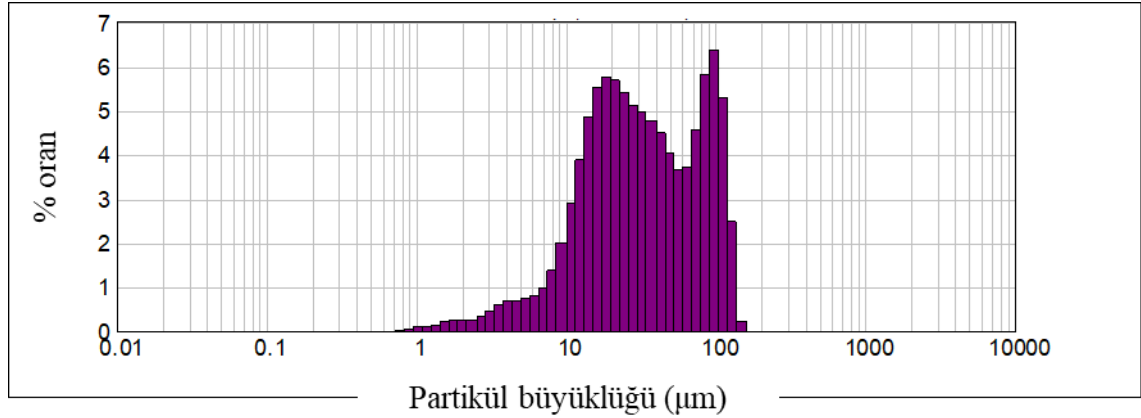
	T-MKS	M-MKS
PD	390,90 ± 7,25	197,30 ± 5,59
<0,5µm altı Partikül oranı	3,81 ± 0,19	4,25 ± 0,74
Çözünürlük	%0,18 ± 0,08	%0,20 ± 0,05
Renk Reaksiyonu	Gözlenmemiştir	Gözlenmemiştir
Süspansiyon	Akışkan olmayan süspansiyon	Yavaş hareket eden ve sıkışmış hava kabarcığı içeren bir süspansiyon
pH	5,22 ± 0,52	6,25 ± 0,37
Kurutma kaybı (%)	5,51 ± 0,57	6,72 ± 0,18
Suda çözünen madde (%)	0,18 ± 0,04	0,20 ± 0,03
Sülfatlandırılmış Kül	0,22 ± 0,01	0,18 ± 0,04
Nişasta	Tespit edilmemiştir	Tespit edilmemiştir
Element içeriği		
As	< 3 mg/kg (212,8 µg/kg)	< 3 mg/kg (266,4 µg/kg)
Pb	< 2 mg/kg (278,4 µg/kg)	< 2 mg/kg (208,8 µg/kg)
Hg	< 1 mg/kg (638,4 µg/kg)	< 1 mg/kg (532,3 µg/kg)
Cd*	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg

*Element değeri Cd tespit edilebilir limit 111,6 µg/kg değeri altındadır.

Elde edilen analiz sonuçları değerlendirildiğinde örneklerimizin mevzuata uygun olduğu belirlenmiştir. PD değerleri incelendiğinde T-MKS'nin (390,90) M-MKS'den (197,30) daha yüksek değere sahip olduğu, pH ve kurutma kaybı değerlerinin daha düşük olduğu ve çözünürlük oranları, suda çözünen madde oranları ve sülfatlandırılmış kül miktarı incelendiğinde örneklerin yakın değerlere sahip olduğu gözlenmektedir.

Partikül büyüklüğü 0,5 µm altı tanecik oranı incelendiğinde T-MKS değerinin düşük olduğu ancak değerlerin yakın olduğu gözlenmektedir. Ancak partikül boyut dağılımları incelendiğinde T-MKS partikül boyut dağılımının (0,832-275,423 µm), M-MKS partikül boyut dağılımından (0,724-138,038 µm) daha düzenli olduğu gözlenmiştir. T-MKS Şekil 4.19'da ve M-MKS Şekil 4.20'de örnekleri partikül boyut dağılım grafikleri verilmiştir.

**Şekil 4.19.** T-MKS partikül boyut dağılımı



Şekil 4.20. M-MKS partikül boyut dağılımı

4.5. MKS'nin Karakteristik Özelliklerinin Belirlenmesi

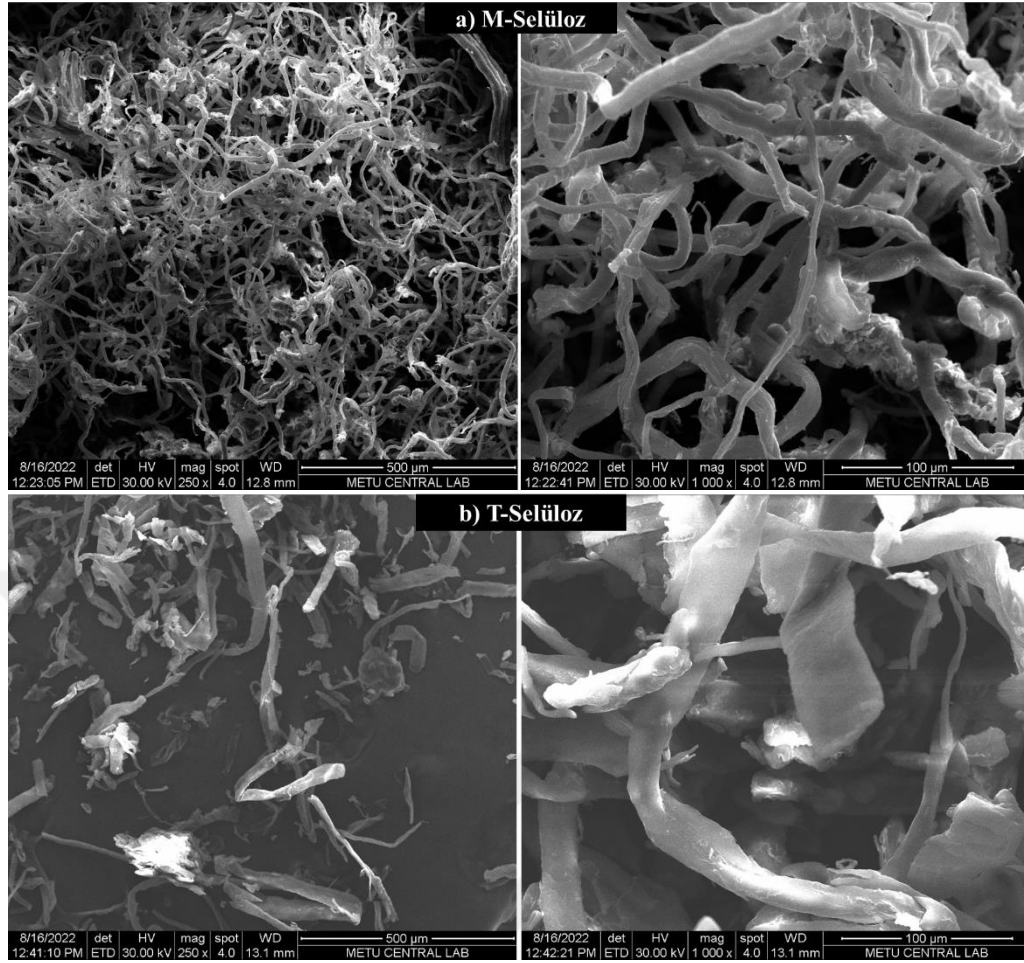
4.5.1. Polimerizasyon derecesi

Hidroliz işlemi sırasında MKS'nin moleküler ağırlığı orijinal selülozunkine göre azalır ve MKS PD'sinin 400'den az olması gerektiği bildirilmektedir. PD için verilen limit değer MKS'yi ($PD < 400$) toz selülozdan ($DP > 400$) ayırmak için kullanılan bir değerdir. Literatürde hammadde kaynağının ve üretim prosedürünün MKS özelliklerine DP'den daha fazla etkisi olduğu bildirilmektedir (Thoorens vd. 2014; Trache 2017).

PD belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmalar sonucunda ticari olarak temin edilen MKS'nin polimerizasyon değerinin $390,9 \pm 7,25$ olduğu ve mevzuatta belirtilen değere çok yakın olduğu gözlenmiştir. Ancak optimizasyon çalışmalarında da belirtildiği üzere PD yüksek olan örneklerin toz akışkanlığının düşük olması ve pamuksu yapı göstermesi nedeniyle düşük PD değerine sahip ve akışkanlığı uygun MKS eldesi hedeflenmiş ve optimizasyon sonucunda elde edilen MKS'nin PD değerinin $197,30 \pm 5,59$ olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen değerlerin literatürle uygun olduğu gözlenmiştir. Literatür incelendiğinde farklı kaynaklardan elde edilen MKS PD değerlerinin 150-318 aralığında değiştiği (Bkz. Çizelge 2.1) ve benzer kaynaklar kullanan çalışmalar arasında da DP değerlerinin farklılık gösterebildiği gözlenmiştir. Shanmugam vd. (2015) tarafından yapılan çalışmada benzer olarak muz lifinden elde edilen MKS'nin PD değeri 297 olarak tespit edilmiştir.

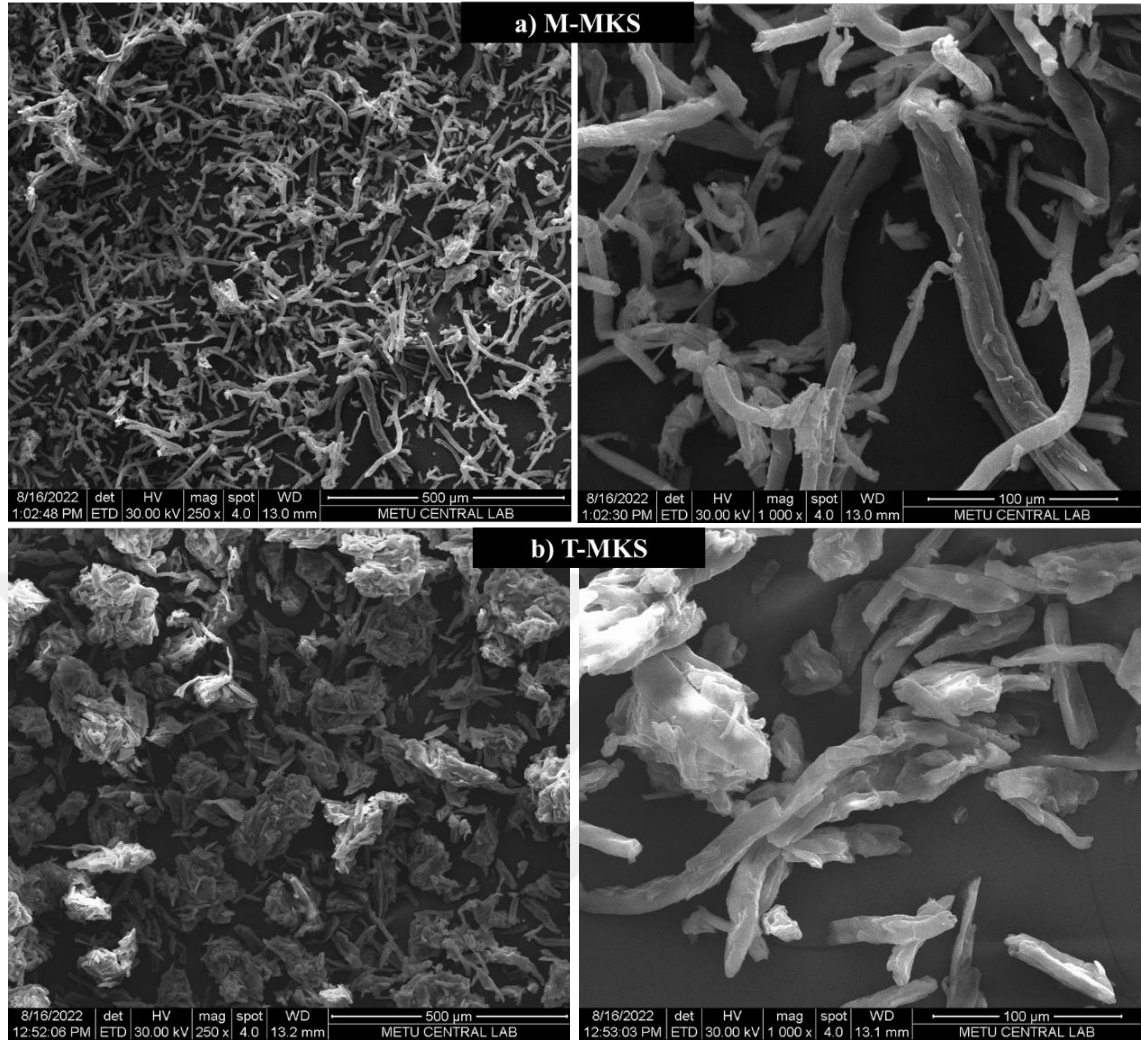
4.5.2. Partikül görünümü (SEM analizi)

Selüloz kaynağına ve üretim yöntemine bağlı olarak, MKS benzer morfolojilerle ancak farklı boyutlarla elde edilmektedir. SEM yöntemi kullanılarak, selüloz ve MKS örneklerinin morfolojik yapısı incelenmiştir. M-selüloz ve T-selüloz örneklerine ait SEM görüntüleri Şekil 4.19'da görülmektedir. Literatürde, muz yalancı gövde lifleri lif uzunluğu boyunca uzanan lümenlere sahip tutarlı birçok hücreli içi boş yapı ile rapor edilmiştir. Ekstrakte edilmiş muz lifinin enine kesiti, çubuk benzeri bir yapı oluşturan kaba ve sıkıca istiflenmiş fibrillerle kaplı olduğu belirtilmektedir (Akatwijuka vd. 2022). Şekil 4.21 de elde edilen SEM görüntüleri incelendiğinde M-selüloz örneğinin uzun lifli yapıya sahip olduğu görülmektedir. T-selüloz örneklerinin ise daha kısa lifli yapıda partiküllere sahip olduğu gözlenmektedir.



Şekil 4.21. a) M-selüloz ve b) T-selüloz örneklerine ait SEM görüntüleri

M-MKS ve T-MKS karşılaştırmalı SEM görüntüleri Şekil 4.22’de gösterilmiştir. MKS'nin mekanik özelliklerini belirlemede molekül boyutlarının önemli olduğu kabul edilmektedir (Sakurada vd.1962). Selüloz kaynağına ve üretim yöntemine bağlı olarak, MKS benzer morfolojiler ancak farklı boyutlar sergileyebilirler (Trache 2017). Görüntüler incelendiğinde M-selüloz’dan üretilen M-MKS ile M-selüloz örnekleri kıyaslandığında M-MKS’de hidroliz sonucunda lif uzunlukların azaldığı görülmektedir. Ancak M-MKS örneğinin T-MKS’ye göre daha lifli yapıya sahip olduğu gözlenmiştir.



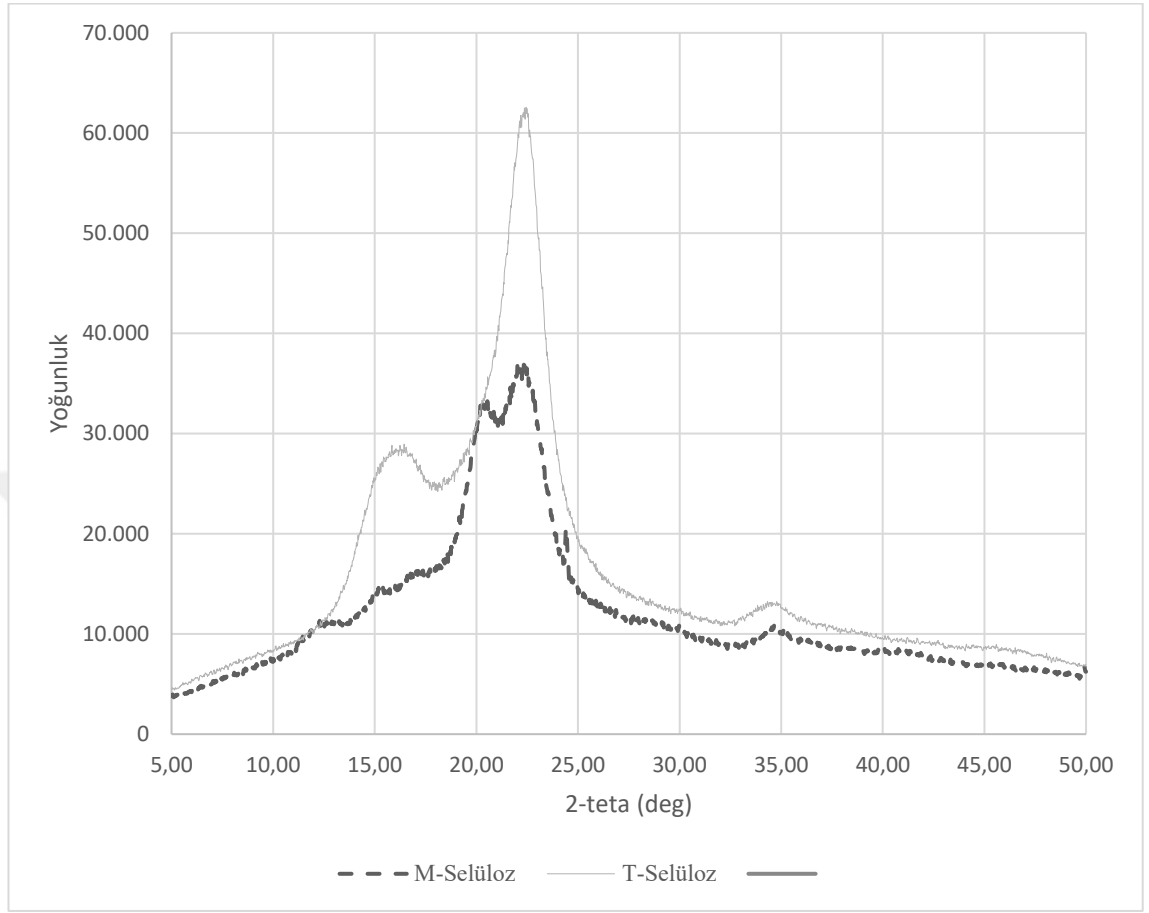
Şekil 4.22. a) M-MKS ve b) T-MKS örneklerine ait SEM görüntüleri

Literatür incelendiğinde tarafından yapılan çalışmada muz lifinden elde edilen SEM görüntülerinin T-MKS ile benzer özellikler gösterdiği belirtilmiştir (Suchaiya ve Aht-Ong 2011; Shanmugam vd. 2015). Ancak Elanthikkal vd. (2010) tarafından yapılan çalışmada kurutma yöntemlerinin partiküllerinin morfolojik yapıları üzerine etkisinin SEM görüntüleri üzerinde net bir şekilde gözlenebildiği görülmektedir. Meydana gelen bu farkın kurutma işlemlerinin uygulanmasından ve kullanılan hammaddenin lifli yapıya sahip olmasından kaynaklandığı ve M-MKS örneklerinin bu yapısının toz akışkanlığında azalmaya neden olduğu düşünülmektedir.

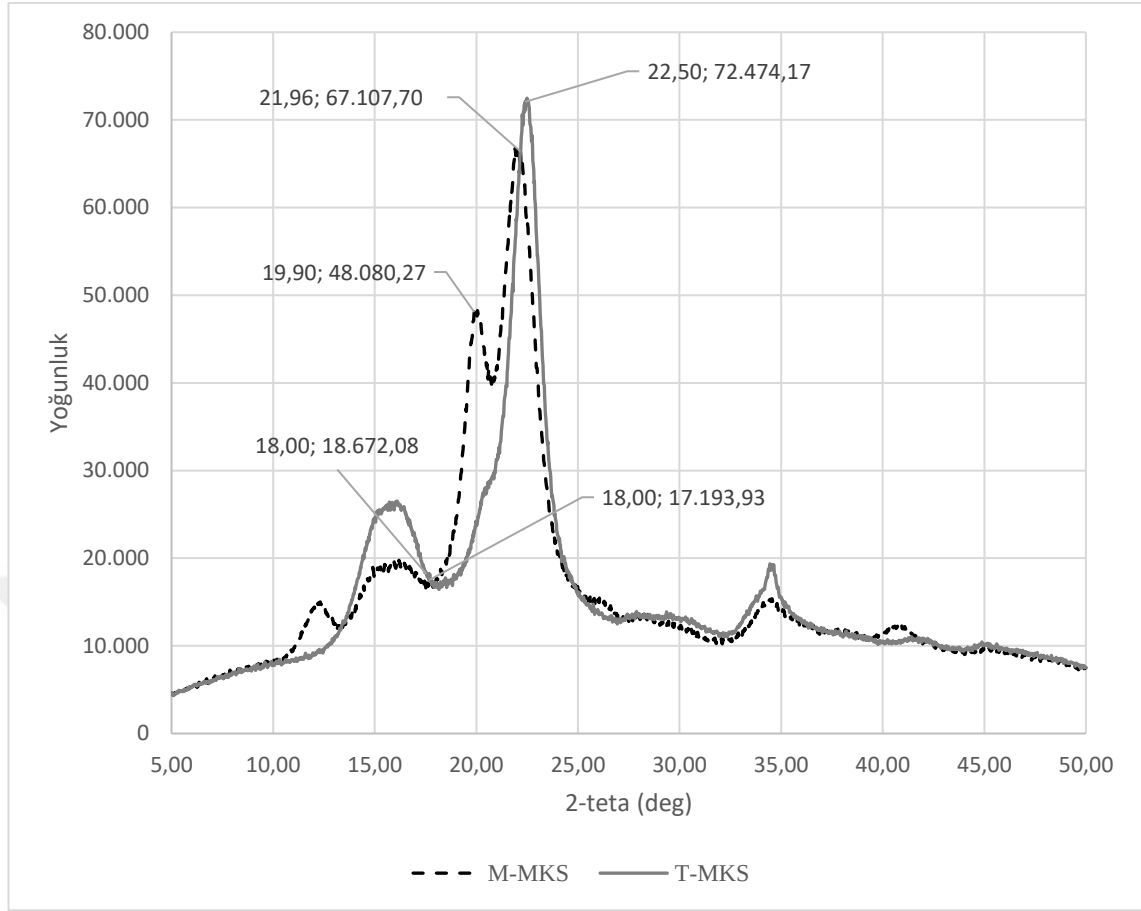
4.5.3. Kristallik indeksi (XRD analizi)

X-ışını kırınımı (XRD), malzemelerin atomik ölçekli yapılarına dayalı olarak kristal katıları karakterize etmek için yaygın olarak kullanılır. Ayrıca XRD, malzemelerin kimyasal bileşimi ve kristalografik yapısı hakkında derinlemesine bilgi sağlayan çok yönlü bir tekniktir. X-ışınları, kristalli katılarda kırınım oluşmasına neden olan, atomlar arası mesafelerle benzer olarak birkaç angstromluk sistematik düzendeki dalga boylarına sahiptir. Kırınım grafikleri, Bragg kırınım tepe noktaları olarak bilinen çok sayıda keskin

nokta gösterir (Kale vd. 2018; Segal vd. 1959). Şekil 4.23'te M-selüloz ve T-Selüloz için, Şekil 4.24'de ise M-MKS ve T-MKS için elde edilen XRD grafiği görülmektedir.



Şekil 4.23. M-selüloz ve T-Selüloz örneklerine ait XRD grafiği



Şekil 4.24. M-MKS ve T-MKS örneklerine ait XRD grafiği

Çizelge 4.9’da XRD analizi sonucu hesaplanan Yansıma açısı, CrI ve L değerleri görülmektedir. M-selülozun hidrolizi ile elde edilen M-MKS örneğinin kristal veya düzenli doğası üzerindeki etkisi incelendiğinde hidroliz işlemi uygulanan örneğin (M-MKS) amorf bölgelerdeki bağların parçalanması sonucu kristallik değerinin arttığı gözlenmektedir. Elde edilen grafikler incelendiğinde muz liflerinin hem kristal hem de amorf bölgeler içerdiğini göstermektedir. Bu düzensiz bölgeler asit hidrolizi ile giderildiğini göstermektedir. Böylece, hidroliz işlemi ile muz lifleri daha kristalin selüloz türlerine dönüştürülerek MKS elde edilmiştir. Hidrolize uğramış liflerin genel düzenindeki artış, kimyasal işlem sırasında hemiselülozların ve ligninin uzaklaştırılmasına bağlanabilir. Tipik selüloz I difraktogramlarını temsil eden difraktogramlar, $2\theta = 22^\circ$ ’de bir pik ve $2\theta = 14^\circ - 17^\circ$ bölgesinde bir omuz göstermektedir. Elde edilen sonuçlarda üretilen örneklerin (M-selüloz ve M-MKS) kristallik değerinin temin edilen örneklerden (T-selüloz ve T-MKS) daha düşük olduğu ve bu örnekler için elde edilen XRD grafiğinde 2θ : 18-20 ° aralığında 3. tepe olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.9. T-Selüloz, M-selüloz, T-MKS ve M-MKS örneklerine ait XRD değerleri

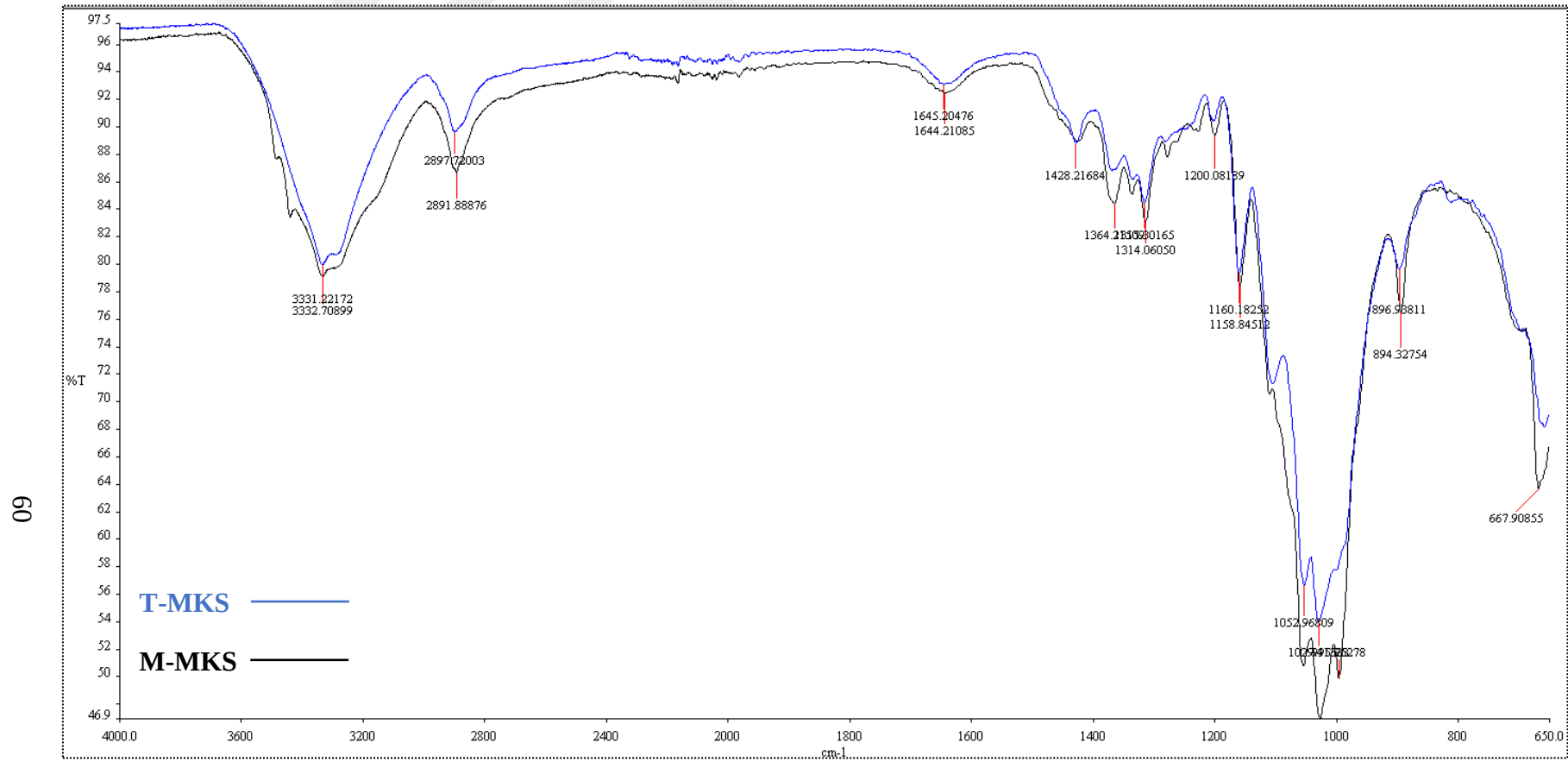
Örnek	CrI (%)	L (nm)
T-selüloz	60,02	3,33
M-selüloz	55,61	4,93
T-MKS	76,28	2,45
M-MKS	74,39	4,58

MKS'nin kristalit boyutu Çizelge 4.9'da gösterildiği gibi 2,45-4,93 nm aralığında hesaplanmıştır. Kristalit boyutu, oluşturulan MKS numuneleri hakkında bilgi verir. M-selüloz en yüksek kristalit boyutunu verirken, bunu M-selüloz'dan elde edilen M-MKS örneği izlemiştir, T-MKS'nin ise en küçük kristalit boyutuna sahip olduğu belirlenmiştir. Kristalit boyutu örneklerinin CrI'dan bağımsızdır.

Çeşitli araştırmalar incelendiğinde; farklı lignoselülozik kaynaklar XRD altında test edildiğinde MKS'nin kristallik indeksi ve boyutlarının selüloza kıyasla en yüksek değeri gösterdiği görülmüştür. MKS'deki bu daha yüksek kristallik, glikozidik bağların hidrolitik bölünmesine yol açan ve selüloz moleküllerinin yeniden düzenlenmesine yol açan hidroliz işlemiyle selülozun amorf bölgelerinin uzaklaştırılmasından kaynaklanır (Trache 2017). CrI, tozdaki kristallikliği nicel bir ölçüsünü verir ve bu da liflerin mukavemeti ve sertliği ile ilişkilendirilebilir. Yüksek kristallik, yoğunluğu yorumlayan düzenli ve kompakt bir moleküler yapıya işaret eder. Düşük kristallik ise daha düzensiz bir yapıya işaret eder (Sainorudin vd. 2018). Literatür incelendiğinde hidroliz işlemi uygulanmamış selülozların kristallik değerinin %50-66,45 aralığında iken elde edilen MKS'lerin kristallik değerinin %63-87 değerleri aralığında olduğu görülmektedir (Bkz. Çizelge 2.1) Shanmugam vd (2015) tarafından yapılan çalışmada muz lifinden elde edilen MKS'nin CrI değeri %72,1, Sainorudin vd. (2018) tarafından yapılan çalışmada ise %74,55 olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlar dikkate alındığında elde edilen sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.

4.5.4. Kızıl ötesi spektroskopisi (FT-IR analizi)

FT-IR, lignoselülozik bileşiklerin kimyasal yapısını ve fonksiyonel gruplarını incelemek amacıyla kullanılmaktadır. FT-IR, herhangi bir kimyasal işlemle meydana gelen değişiklikleri incelemek için uygun bir tekniktir. MKS örneklerine (M-MKS ve T-MKS) ait FT-IR spektrumu Şekil 4.25'te görülebilir.



Şekil 4.25. M-MKS ve T-MKS örneklerine ait FT-IR spektrum grafiği

FT-IR spektrumu incelendiğinde iki ana alan sergilediği gözlenmektedir. Bu alanların literatürde de belirtildiği gibi sırasıyla yüksek dalga sayılarında ($3500-2800\text{ cm}^{-1}$) ve düşük dalga sayılarında ($1700-650\text{ cm}^{-1}$) görülmektedir (Trache 2017).

$3500-2800\text{ cm}^{-1}$ bandı aralığında M-MKS ve T-MKS'nin sırasıyla 3331,22, 3332,71 piklerinin moleküller arasında hidrojen bağına (-OH) karşılık gelen geniş bir adsorpsiyon bandı gözlenmektedir. Bu aralıkta M-MKS ve T-MKS'nin sırasıyla 2897,72, 2891,89 pikler ise CH_2 asimetrik germe kuvvetine karşılık gelen adsorpsiyon bandıdır. MKS numunelerinde daha fazla kristalin düzenin varlığı, 2890'dan 3333 cm^{-1} 'e kadar olan bölgede gözlenebilir.

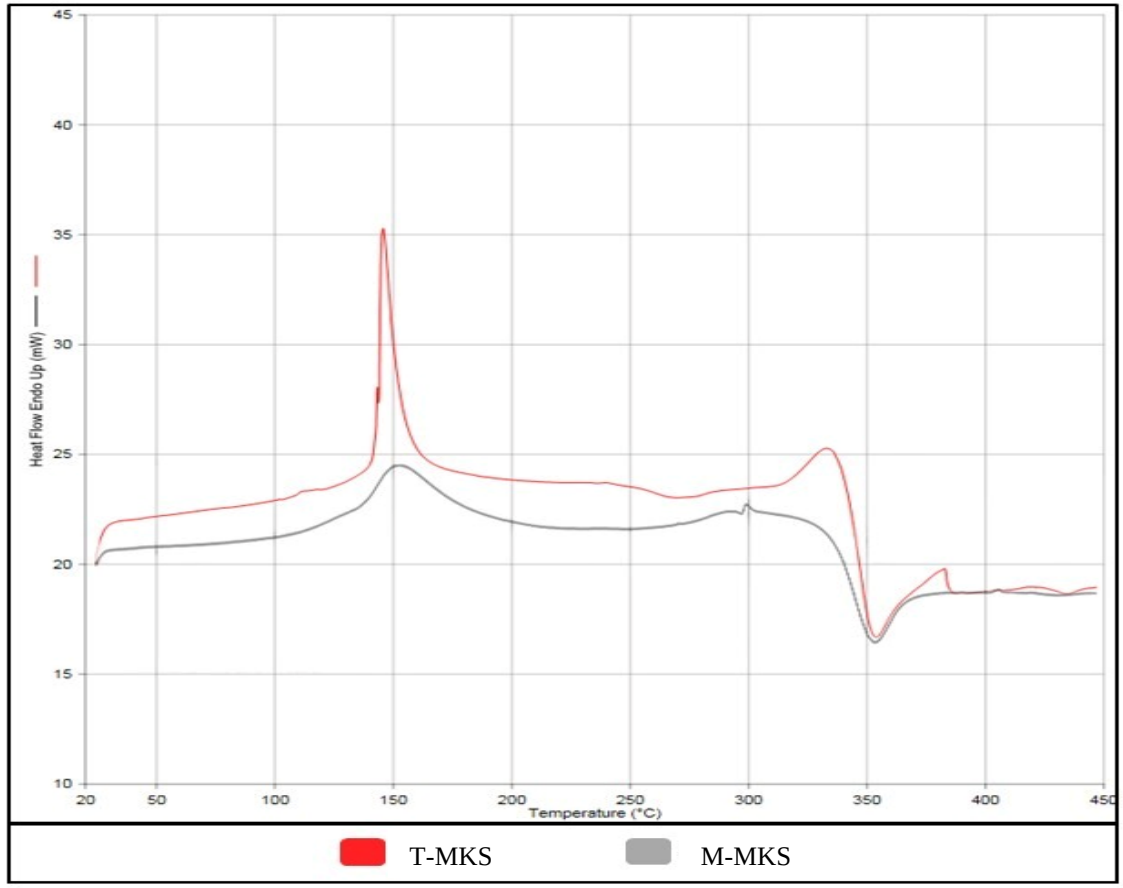
$1740-1700\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde absorpsiyon bandının bulunmaması, hemiselülozların etkili bir şekilde giderildiğini göstermiştir.

$1700-650\text{ cm}^{-1}$ bandı aralığında ise M-MKS ve T-MKS'nin $\text{C}=\text{C}$ aromatik iskelet titreşimine karşılık gelen $1609-1509\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunan sırasıyla 1645,20, 1644,21 pikleri bulunmaktadır. Bu aralıkta yer alan piklerin adsorpsiyon miktarının düşük olması lignin yokluğuna işaret etmektedir. M-MKS ve T-MKS'nin sırasıyla 1428,22, 1314,06 pikleri ise O-H düzlem içi deformasyona karşılık gelen adsorpsiyon bandıdır. Su moleküllerinin absorpsiyonu, selüloz ve su arasındaki güçlü etkileşimin yanı sıra az miktarda hemiselüloz varlığından da kaynaklanmaktadır. M-MKS ve T-MKS'nin sırasıyla $1364,22, 1314,06\text{ cm}^{-1}$ 'de bulunan piklerin absorpsiyon bantları MKS üretimi sırasında artan aromatik halka grubunun C6 karbonunun artan moleküller arası hidrojen çekiminden kaynaklanmaktadır. M-MKS ve T-MKS'nin sırasıyla 1160,18, 1158,85 pikleri anti-simetrik köprü C-O-C gerilmesine karşılık gelen absorpsiyon bandında bulunmaktadır. Selülozun β -glikozidik bağa karşılık gelen C-O gerilme kuvvetine karşılık gelen M-MKS ve T-MKS'ye ait piklerin sırasıyla $1052,97$ ve 10299 cm^{-1} 'de meydana geldiği gözlenmektedir. Selülozun β -glikozidik bağa karşılık gelen C-H titreşimi ise $894-896\text{ cm}^{-1}$ 'de cm^{-1} 'de meydana geldiği belirlenmiştir.

FT-IR spektrumları genel olarak değerlendirildiğinde ise her iki MKS örneğinde MKS'nin karakteristik yapısını gösteren gibi sırasıyla yüksek dalga sayılarında ($3500-2800\text{ cm}^{-1}$) ve düşük dalga sayılarında ($1700-650\text{ cm}^{-1}$) iki ana alan gözlenmektedir. Literatür incelendiğinde benzer sonuçların sırasıyla MKS üretimi sırasında rapor edildiği gözlemlenmiştir (Das vd. 2010; Adel vd. 2011; Haafiz vd. 2013; Trache vd. 2014; Trache 2017).

4.5.5. Isıl davranış özellikleri (DSC analizi)

Termal özellikler, biyokompozitlerin üretimi için MKS kullanımı dahil olmak üzere birçok uygulama için kritik öneme sahiptir; bu uygulamalarda işlem sıcaklığı $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'nin üzerine çıkabilir. DSC analizi genellikle selüloz örneklerinin termal ve bozunma özelliklerini araştırmak için kullanılır. Genel olarak, MKS'nin TGA eğrileri, numunenin ağırlık kaybını gösteren iki bozunma aşaması gösterir. Birinci aşama, $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar olan bölgede selüloz içindeki suyun uzaklaştırılmasına karşılık gelir. İkinci aşama, selülozdaki glikozil birimlerinin dehidrasyonu, dekarboksilasyonu, depolimerizasyonu ve ayrışması; ardından $250-450\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığında kömür kalıntısı oluşumu ile ilgilidir (Trache 2017). Üretilen ve ticari olarak temin edilen MKS örneklerine ait karşılaştırmalı DSC termogramları Şekil 4.26'da verilmiştir.



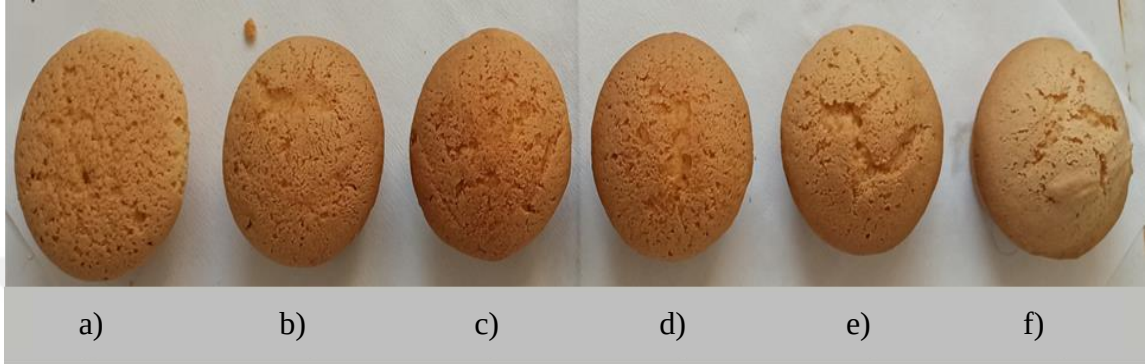
Şekil 4.26. T-MKS ve M-MKS örneklerine ait DSC termogramı

Lignoselülozik malzemelerin bozunması ile ilgili birçok çalışma mevcuttur (Bkz. Çizelge 2.3). Literatür incelendiğinde farklı kaynaklardan elde edilen MKS bozunma sıcaklıklarının 315-377,5 °C aralığında bulunduğu görülmektedir. Elde edilen sonuçların literatür ile uyumlu olarak, selüloz ayrışmasının 315 °C'de başladığını ve 400 °C'ye kadar devam ettiğini göstermiştir. Maksimum ağırlık kaybı hızına ise 355 °C'de ulaşıldığı görülmektedir.

4.6. Kekte MKS'nin Yağ İkamesi Olarak Kullanımının İncelenmesi

4.6.1. Kekte MKS'nin yağ ikamesi için optimum reçete belirlenmesi

Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin, üretilen keklere ait görüntüler Şekil 4.27'de, hamur viskozitesi, hacim İndeksi, spesifik hacim, pişirme sonrası ağırlık kaybı, nem içeriği (%) değerleri Çizelge 4.10'da verilmiştir.



Şekil 4.27. a) Kontrol b) M15, c) M20, d) M25, e) M30 ve f) M50 formülasyonları kullanılarak üretilen kekler

Çizelge 4.10. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin hamur viskozitesi (cm/120 sn), pişirme sonrası ağırlık kaybı (g), hacim İndeksi (mm), spesifik hacim, nem içeriği (%) ve a_w (su aktivitesi) değerleri

Örnek	Hamur akışkanlığı (cm/120 sn) $\pm$ SS	Ağırlık Kaybı (g) $\pm$ SS	Spesifik Hacim (ml/g) $\pm$ SS
Kontrol	5,55 $\pm$ 0,07 a^z	9,06 $\pm$ 0,74 a^z	2,80 $\pm$ 0,00
M15	4,70 $\pm$ 0,28 b	8,39 $\pm$ 0,04 ab	2,74 $\pm$ 0,08
M20	4,70 $\pm$ 0,14 b	8,25 $\pm$ 0,04 ab	2,70 $\pm$ 0,01
M25	3,50 $\pm$ 0,00 c	8,34 $\pm$ 0,04 ab	2,65 $\pm$ 0,04
M30	2,75 $\pm$ 0,35 d	8,07 $\pm$ 0,12 bc	2,69 $\pm$ 0,06
M50	1,95 $\pm$ 0,07 e	7,34 $\pm$ 0,25 c	2,65 $\pm$ 0,04
Önem düzeyi (p)	0,000 ***	0,025 *	0,118
Örnek	Hacim İndeksi (mm) $\pm$ SS	Nem içeriği (%) $\pm$ SS	a_w $\pm$ SS
Kontrol	61,75 $\pm$ 0,35	12,49 $\pm$ 0,61	0,704 $\pm$ 0,011
M15	60,50 $\pm$ 0,71	12,86 $\pm$ 0,52	0,719 $\pm$ 0,008
M20	62,00 $\pm$ 0,71	12,60 $\pm$ 0,30	0,714 $\pm$ 0,015
M25	61,00 $\pm$ 2,83	13,12 $\pm$ 0,09	0,714 $\pm$ 0,003
M30	62,75 $\pm$ 0,35	13,47 $\pm$ 0,49	0,715 $\pm$ 0,008
M50	63,50 $\pm$ 1,41	13,33 $\pm$ 0,23	0,717 $\pm$ 0,009
Önem düzeyi (p)	0,375	0,243	0,742

* $p \leq 0,05$ ** $p \leq 0,01$ *** $p \leq 0,001$

^{z} : Sütunlarda (her bir fiziksel özellik içinde; hamur akışkanlığı ve ağırlık kaybı) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark %5 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen veriler incelendiğinde hamur akışkanlığı değerinin 1,95-5,55 cm/120 sn aralığında değiştiği, pişirme sonrası ağırlık kaybı değerinin 7,34-9,06 g, spesifik hacim değerinin 2,65-2,80 ml/g, hacim indeksi değerinin 63,50-61,75 mm aralığında, nem değerinin %12,49-13,47 aralığında, a_w değerinin 0,704-0,719 aralığında değiştiği görülmektedir. Kek üretiminde yağ ikamesi olarak MKS kullanımının hamur akışkanlığı ($p \leq 0,001$) ve pişirme sonrası ağırlık kaybı ($p \leq 0,05$) üzerine etkisinin önemli olduğu, spesifik hacim, hacim indeksi, nem içeriği ve a_w aktivitesi üzerine etkisinin önemli olmadığı ($p > 0,05$) belirlenmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi ile grupların değerlendirilmesi sonucu; yağ ikamesi olarak eklenen MKS oranı arttıkça kek hamur akış miktarının azaldığı, dolayısıyla viskozitenin arttığı görülmektedir. En yüksek miktarda MKS içeren M50 örneğinin en düşük kek hamur akış miktarına (1,95 cm/120 sn) dolayısıyla en yüksek hamur viskozitesine sahip olduğu belirlenmiştir. MKS oranı arttıkça keklerde pişirme sonrası ağırlık kaybının azaldığı görülmektedir. En düşük ağırlık kaybına sahip olan kek örneğinin yağ ikamesi olarak M50 içeren keke (7,34 g) ait olduğu gözlenmiştir.

Çizelge 4.11’de üretilen keklerin dış ve iç renk (L^* , a^* , b^*) değerleri verilmiştir. Elde edilen veriler incelendiğinde keklere ait dış renk L^* değerinin 55,45-58,73, dış renk a^* değerinin 0,22-1,48, dış renk b^* değerinin 39,14-41,08, dış renk ΔE^* değerinin 54,71-56,89, iç renk L^* değerinin 73,23-74,15, iç renk a^* değerinin -1,75-(-0,77), iç renk b^* değerinin 25,49-26,49 ve iç renk ΔE^* değerinin 31,01-32,42 aralığında değiştiği görülmektedir. Kek üretiminde yağ ikamesi olarak MKS kullanımının dış renk L^* , dış renk a^* , dış renk b^* , dış renk ΔE^* , iç renk L^* , iç renk a^* , iç renk b^* ve iç renk ΔE^* üzerine etkisinin önemli olmadığı ($p > 0,05$) belirlenmiştir.

Çizelge 4.11. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin dış ve iç renk (L^* , a^* , b^*) değerleri

Örnek	Dış Renk L^* ± SS	Dış Renk a^* ± SS	Dış Renk b^* ± SS	Dış Renk ΔE^* ± SS
Kontrol	56,67 ± 2,15	0,55 ± 0,39	41,08 ± 0,89	56,55 ± 1,39
M15	57,18 ± 1,85	0,47 ± 0,34	39,92 ± 1,10	55,79 ± 0,72
M20	55,45 ± 0,11	0,22 ± 0,16	39,14 ± 0,62	56,89 ± 0,42
M25	58,73 ± 0,39	0,59 ± 0,42	40,77 ± 0,18	55,18 ± 0,30
M30	58,51 ± 1,97	1,48 ± 1,05	40,04 ± 0,40	54,83 ± 2,02
M50	57,92 ± 0,61	0,16 ± 0,11	39,24 ± 0,15	54,71 ± 0,45
Önem düzeyi (p)	0,323	0,386	0,117	0,339
Örnek	İç Renk L^* ± SS	İç Renk a^* ± SS	İç Renk b^* ± SS	İç Renk ΔE^* ± SS
Kontrol	73,31 ± 1,96	-1,75 ± 0,91	26,49 ± 0,17	32,42 ± 1,44
M15	74,15 ± 1,15	-1,48 ± 0,24	25,49 ± 0,78	31,01 ± 1,29
M20	74,12 ± 0,95	-1,32 ± 0,37	25,91 ± 1,32	31,41 ± 0,33
M25	73,55 ± 0,98	-1,34 ± 0,78	26,18 ± 0,89	31,99 ± 1,27
M30	73,65 ± 1,29	-1,19 ± 0,57	26,17 ± 1,02	31,96 ± 0,12
M50	73,23 ± 0,51	-0,77 ± 0,77	26,23 ± 0,24	31,83 ± 0,37
Önem düzeyi (p)	0,948	0,765	0,876	0,754

*p<0,05 **p<0,01 ***p<0,001

Üretilen keklerde duyuşal değerlendirme analizi gerçekleştirilmiştir, elde edilen duyuşal değerlendirme (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı, tekstür, koku, tat, ağızda bıraktığı his ve beğeni durumu) sonuçları Çizelge 4.12’de verilmiştir.

Çizelge 4.12. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek formülasyonları kullanılarak üretilen keklerin duyuşal değerlendirme (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı, tekstür, koku, tat, ağızda bıraktığı his ve beğeni durumu) değerleri

Örnek	Dış Görünüş ± SS	İç Renk ± SS	Gözenek Yapısı ± SS	Tekstür ± SS
Kontrol	7,10 ± 0,28	7,65 ± 0,35	7,65 ± 0,50	8,30 ± 0,71 a
M15	7,45 ± 0,64	7,70 ± 0,14	7,30 ± 0,42	7,60 ± 0,28 ab
M20	7,80 ± 0,00	7,50 ± 0,14	7,40 ± 0,28	7,75 ± 0,07 ab
M25	7,80 ± 0,42	7,75 ± 0,07	7,30 ± 0,99	7,25 ± 0,35 bc
M30	6,75 ± 0,35	7,45 ± 0,07	7,15 ± 0,21	6,50 ± 0,14 cd
M50	6,50 ± 0,28	7,25 ± 0,07	6,65 ± 0,21	5,65 ± 0,35 d
Önem düzeyi (p)	0,058	0,166	0,562	0,004**
Örnek	Koku ± SS	Tat ± SS	Ağızda Bıraktığı His ± SS	Beğeni Durumu ± SS
Kontrol	7,10 ± 0,14	7,35 ± 0,50	7,75 ± 0,07 a	7,70 ± 0,14 a
M15	8,45 ± 0,78	7,85 ± 0,21	7,90 ± 0,14 a	7,90 ± 0,14 a
M20	7,70 ± 0,28	7,70 ± 0,14	7,85 ± 0,21 a	7,75 ± 0,21 a
M25	7,75 ± 0,35	7,80 ± 0,28	7,50 ± 0,14 ab	7,60 ± 0,14 a
M30	7,65 ± 0,50	7,20 ± 0,28	7,05 ± 0,35 b	7,05 ± 0,07 bc
M50	6,95 ± 0,07	6,85 ± 0,21	6,50 ± 0,28 c	6,25 ± 0,07 c
Önem düzeyi (p)	0,096	0,074	0,004**	0,000***

*p<0,05, **p<0,01, ***p<0,001

z: Sütunlarda (tekstür, ağızda bıraktığı his ve beğeni durumu) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen duyuşal deęerlendirme sonuçları incelendięinde keklere ait dıř g r n ř 6,50-7,80, i  renk 7,25-7,75, g zenek yapısı 6,65-7,65, tekst r 5,65—8,30, koku 6,95-8,45, tat 6,85-7,85, ağızda bıraktığı his 6,50-7,90 ve beęeni durumu deęerinin 6,25-7,90 aralıęında deęiřtięi g r lmektedir. Kek  retiminde yaę ikamesi olarak MKS kullanımının dıř g r n ř, i  renk, g zenek yapısı, koku ve tat  zerine etkisinin  nemli olmadığı ($p>0,05$), tekst r ($p\leq 0,01$), ağızda bıraktığı his ($p\leq 0,01$) ve beęeni durumu ($p\leq 0,001$)  zerine etkisinin  nemli olduęu belirlenmiřtir.

MKS oranı arttık a tekst r, ağızda bıraktığı his ve beęeni durumu deęerlerinin azaldığı g r lmektedir. MKS kullanımının tekst r beęeni durumuna etkisinin olumsuz y nde olduęu belirlenmiřtir. Duncan  oklu karřılařtırma testi ile grupların deęerlendirilmesi sonucu MKS ekleme oranının %20  zerine  ıktığında deęerin  nemli ($p\leq 0,05$) miktarda d řt ę  ve oranın artmasıyla bu d řmenin devam ettięi g r lmektedir. MKS kullanımının ağızda bıraktığı his ve beęeni durumuna etkisi incelendięinde ise MKS ile yaęın ikame edilme oranının %25  zerine  ıktığında deęerin  nemli ($p\leq 0,05$) miktarda d řt ę  ve oranın artmasıyla bu d řmenin devam ettięi g r lmektedir.

 retilen keklerde tekst r profil analizi (TPA) ger ekleřtirilmiřtir, elde edilen TPA sonuçları (sertlik, esneklik, kohezif yapıřkanlık, sakızimsılık,  ięnenebilirlik ve elastikiyet)  izelge 4.13'te verilmiřtir.

 izelge 4.13. Kontrol, M15, M20, M25, M30 ve M50 kek form lasyonları kullanılarak  retilen keklerin duyuşal analiz (sertlik, esneklik, kohezif yapıřkanlık, sakızimsılık,  ięnenebilirlik ve elastikiyet) deęerleri

�rnek	Sertlik (g) ± SS	Esneklik ± SS	Kohezif Yapıřkanlık ± SS
Kontrol	753,29 ± 126,00 d	0,935 ± 0,007	0,750 ± 0,000 a
M15	1104,69 ± 164,74 cd	0,905 ± 0,021	0,720 ± 0,000 ab
M20	1299,09 ± 151,38 bc	0,890 ± 0,000	0,715 ± 0,021 ab
M25	1451,29 ± 121,81 bc	0,895 ± 0,021	0,685 ± 0,007 b
M30	1497,47 ± 80,17 b	0,895 ± 0,035	0,685 ± 0,021 b
M50	2775,45 ± 199,30 a	0,870 ± 0,014	0,680 ± 0,028 b
�nem d�zeyi (p)	0,000 ***	0,172	0,035*
�rnek	Sakızimsılık (g) ± SS	�ięnenebilirlik (g) ± SS	Elastikiyet ± SS
Kontrol	563,96 ± 96,02	524,46 ± 84,70 c	0,355 ± 0,007
M15	797,53 ± 109,69	720,73 ± 82,35 bc	0,320 ± 0,000
M20	924,97 ± 86,37	824,89 ± 79,35 bc	0,315 ± 0,021
M25	1001,22 ± 88,30	899,94 ± 44,96 bc	0,295 ± 0,007
M30	1494,64 ± 777,01	1351,34 ± 612,02 ab	0,305 ± 0,021
M50	1893,73 ± 212,62	1643,14 ± 199,35 a	0,310 ± 0,014
�nem d�zeyi (p)	0,054	0,040*	0,053

* $p\leq 0,05$ ** $p\leq 0,01$ *** $p\leq 0,001$

z: S tunlarda (tekst r  zellięi i inde; sertlik, kohezif yapıřkanlık ve  ięnenebilirlik) farklı harflerle g sterilen ortalamalar arası fark %5  nem d zeyinde Duncan testine g re  nemlidir.

Elde edilen tekst r analiz sonuçları incelendięinde keklere ait sertlik deęerinin 753,29-2775,45 g, esneklik deęerinin 0,870-0,935, kohezif yapıřkanlık deęerinin 0,680-0,750, sakızimsılık deęerinin 563,96-1893,73,  ięnenebilirlik deęerinin 524,46-1643,14 ve elastikiyet deęerinin 0,295-0,355 aralıęında deęiřtięi g r lmektedir. Kek  retiminde yaę ikamesi olarak MKS kullanımının esneklik, sakızimsılık ve elastikiyet deęerleri

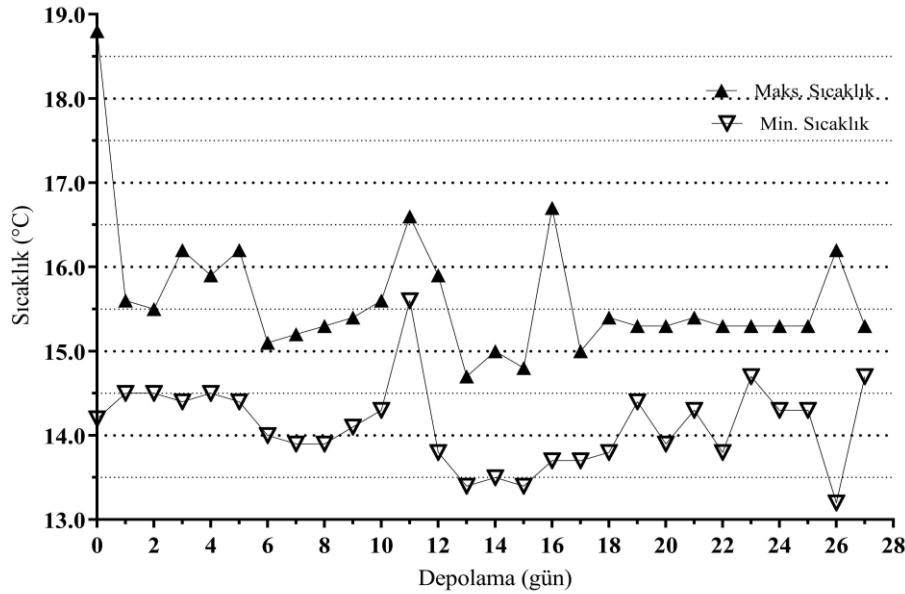
üzerine etkisinin önemli olmadığı ($p>0,05$) belirlenmiştir. Sertlik ($p\leq 0,001$), kohezif yapışkanlık ($p\leq 0,05$) ve çiğnenebilirlik ($p\leq 0,05$) üzerine etkisinin önemli olduğu belirlenmiştir.

MKS miktarının artışı ile sertlik ve çiğnenebilirlik değerlerinin arttığı ($p\leq 0,05$) görülmektedir. MKS oranının artması ile kohezif yapışkanlık değerlerinin azaldığı, Duncan çoklu karşılaştırma testi ile grupların değerlendirilmesi sonucu MKS ekleme oranı %25 üzerine çıktığında azalışın önemli ($p\leq 0,05$) olduğu gözlenmiştir.

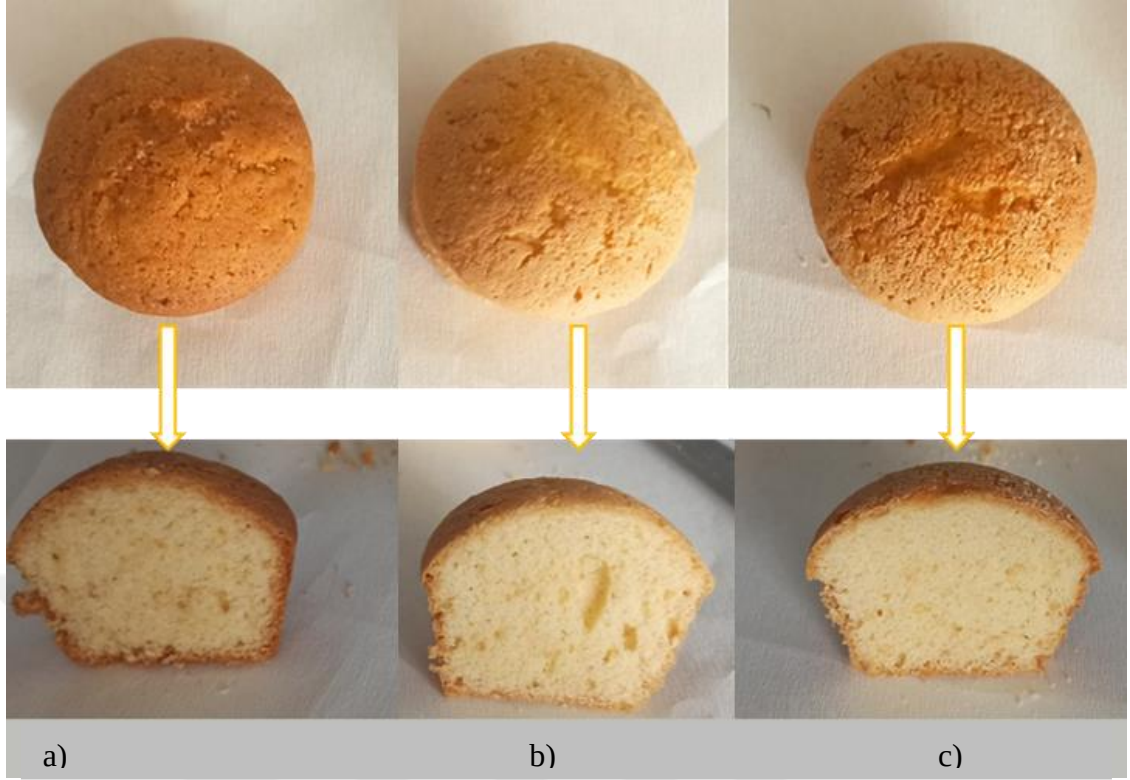
Elde edilen sonuçlar dikkate alındığında; duyuusal analizin beğeni durumu değerleri ile tekstür analizinin çiğnenebilirlik değerleri incelendiğinde kontrol örneğinden önemli farklılık göstermeyen ($p>0,05$) en yüksek MKS oranına sahip M25 kek formülasyonu; MKS kullanımının kek özellikleri ve raf ömrü üzerine etkisinin belirlenmesi için seçilmiştir.

4.6.2. Keklerde raf ömrü analizleri

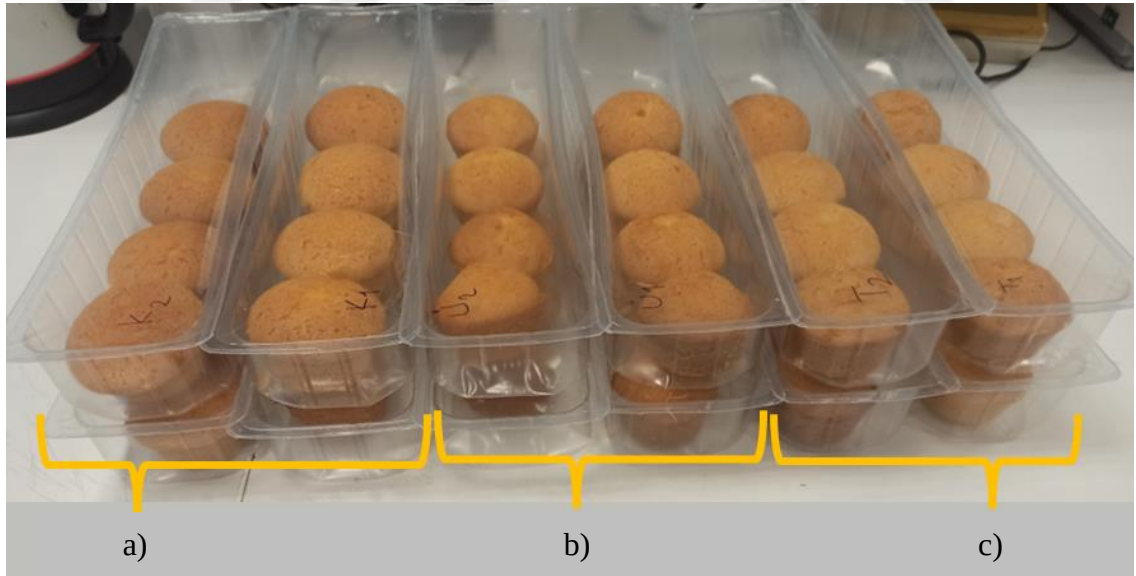
M25 kek formülasyonu kullanılarak T-MKS (T-M25) ve M-MKS (M-M25) eklenerek kek üretimleri gerçekleştirilmiş ve ayrıca yağ ikamesi (MKS) içermeyen (kontrol) kek üretimi yapılmıştır. Üretilen kekler modifiye atmosferde paketlenmiş, 28 gün boyunca sıcaklığı takip edilerek depolanmıştır. Depolama boyunca meydana gelen sıcaklık değişimi gün içinde minimum ve maksimum değerler olmak üzere Şekil 4.28’de üretilen keklerle ait görüntüler Şekil 4.29’da, paketlenmiş kekler ise Şekil 4.30’da görülmektedir.



Şekil 4.28. Kek depolama sıcaklık koşulları



Şekil 4.29. Üretilen kek örnekleri; **a)** Kontrol, **b)** M-M25, **c)** T-M25



Şekil 4.30. Modifiye atmosferde paketlenmiş kek örnekleri; **a)** Kontrol, **b)** M-M25, **c)** T-M25

Keklerin genel özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan analizlerin; hamur akışkanlığı, hacim indeksi, pişirme sonrası ağırlık kaybı spesifik hacim, sonuçları Çizelge 4.14’te verilmiştir.

Çizelge 4.14. Keklerin (kontrol, M-M25 ve T-M25) hamur akışkanlığı, hacim indeksi, spesifik hacim, pişirme sonrası ağırlık kaybı sonuçları

Örnek	Hamur akışkanlığı (cm/120 sn) ± SS	Ağırlık Kaybı (g) ± SS	Spesifik Hacim (ml/g) ± SS
Kontrol	6,25 ± 0,35 a^z	7,60 ± 0,54	2,82 ± 0,08
M-M25	3,75 ± 0,35 b	7,37 ± 0,01	2,81 ± 0,07
T-M25	4,25 ± 0,35 b	7,70 ± 0,69	2,79 ± 0,11
Önem düzeyi (p)	0,011 *	0,840	0,771
Örnek	Nem içeriği (%) ± SS	a _w ± SS	Hacim İndeksi ± SS
Kontrol	14,51 ± 1,20	0,713 ± 0,028	55,25 ± 1,77
M-M25	15,87 ± 1,80	0,732 ± 0,001	57,00 ± 0,71
T-M25	15,84 ± 0,30	0,731 ± 0,001	59,25 ± 0,35
Önem düzeyi (p)	0,542	0,515	0,082

*p≤0,05 ** p≤0,01 *** p≤0,001

^z: Sütunlarda (her bir fiziksel özellik içinde; hamur viskozitesi) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark %5 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen veriler istatistiksel olarak değerlendirildiğinde üretilen keklerin ağırlık kaybı, spesifik hacim, nem içeriği, a_w ve hacim indeksi değerlerinde istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmadığı (p>0,05), hamur akışkanlığı üzerine etkisinin önemli olduğu (p≤0,05) belirlenmiştir.

MKS içeren her iki örneğin (üretim ve ticari) hamur akış miktarının (cm/120sn) kontrol örneğiyle kıyaslandığından daha düşük bir değere sahip olduğu (p≤0,05) ve MKS içeren örnekler arasında önemli bir fark bulunmadığı belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, keklere %25 oranında MKS eklenmesinin kekin pişme sonrası ağırlık kaybı, spesifik hacim, nem içeriği, a_w ve hacim indeksi gibi fiziksel özellikleri üzerine önemli bir etkisi olmadığı şeklinde yorumlanabilir. Sonuç olarak ise MKS eklenmesi ile fiziksel özelliklerde önemli bir değişiklik oluşmadan keklerin yağ içeriğinin azaltılarak lif içeriği artırılmasının sağlanabildiği belirlenmiştir.

Kek örneklerinin raf ömrü boyunca; fiziksel analizler (a_w, nem, renk, tekstür), duyu analizi, yağ analizleri serbest yağ asitliği ve yağ oksidasyonu (TBA reaktifleri, peroksit sayısı analizleri uygulanmıştır. Çizelge 4.15'te raf ömrü boyunca keklerin nem içeriği ve a_w analiz sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.15. Depolama süresince keklerin nem içeriği (%) ve a_w analiz sonuçları

Nem içeriği %								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	14,51	± 1,20	15,87	± 1,80	15,84	± 0,30	15,41	± 1,20
7.gün	14,28	± 0,10	15,80	± 0,05	15,63	± 0,45	15,23	± 0,77
14.gün	14,31	± 0,08	15,78	± 0,14	15,38	± 0,23	15,16	± 0,69
21.gün	14,31	± 0,63	16,10	± 1,57	15,53	± 0,11	15,31	± 1,12
28.gün	14,90	± 1,97	15,41	± 0,37	16,07	± 0,77	15,46	± 1,10
Örnek Ort.	14,46	± 0,84	b ^y	15,79	± 0,84	a	15,69	± 0,41 a
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,009	**						
Depolama (D)	0,978	p>0,05						
MKS x D	0,989	p>0,05						
a_w								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	0,713	± 0,028	0,732	± 0,001	0,731	± 0,001	0,725	± 0,016 c ^z
7.gün	0,683	± 0,016	0,708	± 0,004	0,708	± 0,004	0,700	± 0,015 d
14.gün	0,727	± 0,003	0,743	± 0,001	0,737	± 0,001	0,736	± 0,007 bc
21.gün	0,732	± 0,012	0,758	± 0,015	0,759	± 0,002	0,749	± 0,016 a
28.gün	0,737	± 0,010	0,746	± 0,000	0,758	± 0,006	0,747	± 0,011 ab
Örnek Ort.	0,718	± 0,024	b ^y	0,737	± 0,018	a	0,738	± 0,020 a
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,001	**						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,989	p>0,05						

* p<0,05, ** p<0,01, *** p<0,001

y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama depolama boyunca örnek kek ortalama nem ve a_w değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama a_w değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen değerler istatistiksel olarak değerlendirildiğinde nem içeriği değerlerinin %14,28-16,10 aralığında değiştiği MKS kullanımının nem içeriği üzerine etkisinin önemli ($p<0,01$) olduğu, depolamanın ve iki faktörün interaksiyonunun nem içeriği üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi olmadığı ($p>0,05$) belirlenmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda MKS eklenen örneklerin nem içeriğindeki farkın önemli olmadığı ($p>0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük nem içerdiği (%14,46) gözlenmiştir. Kek örneklerine ait a_w değerlerinin 0,683-0,759 aralığında değiştiği MKS kullanımının ($p<0,01$) ve depolamanın ($p<0,001$) a_w üzerine etkisinin önemli olduğu ve iki faktörün interaksiyonunun a_w üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi ($p>0,05$) olmadığı belirlenmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda MKS eklenen örneklerin a_w 'lerindeki farkın önemli olmadığı ($p>0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük a_w 'ne sahip olduğu (0,718) gözlenmiştir.

Çizelge 4.16'da depolama süresince keklerin dış renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE) analiz sonuçları verilmiştir. Renk analizi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde dış renk L^* değerlerinin 57,49-64,27, dış renk a^* değerlerinin 11,63-27,68, dış renk b^* değerlerinin 37,00-42,16, dış renk ΔE^* değerlerinin 50,69-55,51 aralığında değiştiği gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.16. Depolama süresince keklerin dış renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE) analiz sonuçları

Dış Renk L*								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	60,92	± 2,19	61,28	± 0,83	61,09	± 0,26	61,09	± 1,07 ab
7.gün	60,63	± 1,72	62,46	± 0,42	64,27	± 3,37	62,45	± 2,36 a
14.gün	58,52	± 0,30	59,85	± 2,23	62,04	± 1,75	60,13	± 2,03 b
21.gün	61,39	± 0,94	62,77	± 0,49	62,66	± 2,05	62,27	± 1,24 a
28.gün	57,49	± 1,85	60,50	± 1,40	60,22	± 0,63	59,40	± 1,83 b
Örnek Ort.	59,79	± 1,97	61,37	± 1,51	62,05	± 2,06	61,07	± 2,04
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,020	*						
Depolama (D)	0,021	*						
MKS x D	0,768	p>0,05						
Dış Renk a*								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	13,32	± 1,46	27,68	± 18,31	14,00	± 0,16	18,33	± 10,95
7.gün	13,86	± 1,28	12,85	± 0,92	11,63	± 3,49	12,78	± 1,98
14.gün	15,28	± 0,04	13,94	± 1,32	12,95	± 1,03	14,06	± 1,29
21.gün	11,82	± 0,19	12,75	± 0,47	12,04	± 0,19	12,20	± 0,50
28.gün	14,69	± 0,95	12,38	± 1,27	12,25	± 1,00	13,10	± 1,49
Örnek Ort.	13,79	± 1,45	15,92	± 8,74	12,57	± 1,54	14,09	± 5,20
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,329	p>0,05						
Depolama (D)	0,246	p>0,05						
MKS x D	0,376	p>0,05						
Dış Renk b*								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	42,16	± 1,03	40,02	± 1,00	41,65	± 0,16	41,27	± 1,19
7.gün	41,22	± 0,41	41,09	± 0,51	41,42	± 0,76	41,24	± 0,47
14.gün	41,13	± 0,42	40,65	± 1,76	37,00	± 3,40	39,59	± 2,66
21.gün	40,57	± 0,80	39,38	± 0,62	39,37	± 0,74	39,77	± 0,83
28.gün	38,46	± 2,57	40,20	± 0,22	40,33	± 0,27	39,66	± 1,49
Örnek Ort.	40,71	± 1,63	40,26	± 0,95	39,95	± 2,14	40,31	± 1,62
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,458	p>0,05						
Depolama (D)	0,079	p>0,05						
MKS x D	0,107	p>0,05						
Dış Renk ΔE*								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	53,91	± 0,78	50,99	± 2,36	52,29	± 1,36	52,93	± 0,02 a
7.gün	52,70	± 0,62	52,32	± 1,84	50,69	± 0,21	53,62	± 1,57 ab
14.gün	53,95	± 0,79	55,51	± 0,25	50,98	± 0,71	54,16	± 1,57 a
21.gün	53,52	± 0,85	53,90	± 3,12	51,32	± 1,03	52,42	± 1,57 b
28.gün	53,81	± 1,82	51,62	± 1,02	55,29	± 1,66	52,09	± 1,54 a
Örnek Ort.	52,17	± 0,08	53,67	± 2,28	52,65	± 1,06	52,89	± 1,76
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,008	**						
Depolama (D)	0,032	*						
MKS x D	0,605	p>0,05						

*p<0,05, **p<0,01, ***p<0,001

y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama dış renk değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama dış renk değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Çizelge 4.17. Depolama süresince keklerin iç renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE) analiz sonuçları

İç Renk L^*								
Depolama	Kontrol	$\pm SS$	M-M25	$\pm SS$	T-M25	$\pm SS$	Depolama Ort.	$\pm SS$
1.gün	72,74	$\pm 0,76$	73,62	$\pm 1,41$	72,54	$\pm 0,42$	72,96	$\pm 0,90$ a
7.gün	73,50	$\pm 0,01$	71,81	$\pm 2,16$	75,47	$\pm 0,15$	73,59	$\pm 1,90$ a
14.gün	74,75	$\pm 1,24$	71,78	$\pm 0,11$	74,14	$\pm 0,50$	73,55	$\pm 1,53$ a
21.gün	71,78	$\pm 0,02$	73,88	$\pm 0,49$	73,44	$\pm 0,41$	73,03	$\pm 1,03$ a
28.gün	72,00	$\pm 2,69$	69,28	$\pm 0,23$	66,98	$\pm 0,61$	69,42	$\pm 2,57$ b
Örnek Ort.	72,95	$\pm 1,53$	72,07	$\pm 1,95$	72,51	$\pm 3,10$	72,51	$\pm 2,24$
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,219	$p>0,05$						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,002	**						
İç Renk a^*								
Depolama	Kontrol	$\pm SS$	M-M25	$\pm SS$	T-M25	$\pm SS$	Depolama Ort.	$\pm SS$
1.gün	-1,14	$\pm 0,29$	-0,84	$\pm 0,08$	-0,62	$\pm 0,01$	-0,86	$\pm 0,27$ c
7.gün	-0,89	$\pm 0,10$	-0,64	$\pm 0,18$	-0,54	$\pm 0,01$	-0,69	$\pm 0,19$ bc
14.gün	-0,92	$\pm 0,26$	-0,40	$\pm 0,62$	-0,53	$\pm 0,21$	-0,61	$\pm 0,40$ bc
21.gün	-0,66	$\pm 0,13$	-0,12	$\pm 0,17$	0,04	$\pm 0,21$	-0,25	$\pm 0,35$ b
28.gün	0,53	$\pm 1,13$	1,62	$\pm 0,40$	1,70	$\pm 0,42$	1,28	$\pm 0,82$ a
Örnek Ort.	-0,61	$\pm 0,74$ b	-0,07	$\pm 0,96$ a	0,01	$\pm 0,94$ a	-0,23	$\pm 0,90$
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,006	**						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,831	$p>0,05$						
İç Renk b^*								
Depolama	Kontrol	$\pm SS$	M-M25	$\pm SS$	T-M25	$\pm SS$	Depolama Ort.	$\pm SS$
1.gün	29,80	$\pm 0,98$	29,31	$\pm 0,18$	29,51	$\pm 0,75$	29,54	$\pm 0,60$ b
7.gün	30,26	$\pm 0,25$	30,90	$\pm 0,59$	29,79	$\pm 0,21$	30,32	$\pm 0,58$ b
14.gün	29,98	$\pm 0,64$	30,06	$\pm 0,00$	29,33	$\pm 0,55$	29,79	$\pm 0,52$ b
21.gün	30,01	$\pm 0,65$	30,54	$\pm 1,24$	29,92	$\pm 0,59$	30,15	$\pm 0,74$ b
28.gün	33,91	$\pm 1,46$	32,11	$\pm 0,52$	32,32	$\pm 0,57$	32,78	$\pm 1,15$ a
Örnek Ort.	30,79	$\pm 1,78$	30,58	$\pm 1,10$	30,17	$\pm 1,22$	30,51	$\pm 1,37$
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,183	$p>0,05$						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,426	$p>0,05$						
İç Renk ΔE^*								
Depolama	Kontrol	$\pm SS$	M-M25	$\pm SS$	T-M25	$\pm SS$	Depolama Ort.	$\pm SS$
1.gün	35,22	$\pm 0,27$	34,30	$\pm 0,76$	35,14	$\pm 0,31$	34,89	$\pm 0,60$ b
7.gün	35,10	$\pm 0,14$	35,37	$\pm 1,53$	33,50	$\pm 0,08$	34,66	$\pm 1,14$ b
14.gün	34,12	$\pm 0,25$	36,00	$\pm 0,02$	33,85	$\pm 0,59$	34,66	$\pm 1,08$ b
21.gün	36,27	$\pm 0,86$	35,15	$\pm 1,37$	34,85	$\pm 0,70$	35,42	$\pm 1,04$ b
28.gün	37,08	$\pm 3,10$	39,26	$\pm 0,56$	40,98	$\pm 0,81$	39,10	$\pm 2,27$ a
Örnek Ort.	35,56	$\pm 1,52$	36,01	$\pm 1,95$	35,66	$\pm 2,90$	35,74	$\pm 2,14$
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,619	$p>0,05$						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,035	*						

* $p\leq 0,05$, ** $p\leq 0,01$, *** $p\leq 0,001$

y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama iç renk değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama iç renk değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen sonuçlar istatistiksel olarak değerlendirildiğinde dış renk a^* ve b^* değerleri üzerine MKS kullanımının, depolamanın ve bu iki faktörün interaksyonunun önemli anlamda etkisi ($p>0,05$) olmadığı, dış renk L^* ve dış renk ΔE^* değerleri üzerine

ise MKS kullanımı ve depolama süresi faktörlerinin etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu ve iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli ($p > 0,05$) olmadığı belirlenmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda MKS eklenen örneklerin dış renk L^* değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p > 0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük dış renk L^* değerine sahip olduğu (59,79) gözlenmiştir. Depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise örneklerin dış renk L^* değerindeki değişiminin depolama süresinden etkilenmediği belirtilebilir. MKS eklenen örneklerin dış renk ΔE^* değerlerindeki farkın önemli olmadığı ($p > 0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük dış renk ΔE^* değerine (52,17) sahip olduğu gözlenmiştir, depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise örneklerin dış renk ΔE^* değerindeki değişimin depolama süresinden etkilenmediği belirtilebilir.

Çizelge 4.17’de depolama süresince keklerin iç renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE) analiz sonuçları verilmiştir. Renk analizi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde iç renk L^* değerlerinin 66,98-75,47, iç renk a^* değerlerinin -1,14-1,70, iç renk b^* değerlerinin 29,31-33,91, iç renk ΔE^* değerlerinin 33,50-40,98 aralığında değiştiği gözlemlenmiştir.

Elde edilen sonuçlar istatistiksel olarak değerlendirildiğinde iç renk L^* ve ΔE^* değerleri üzerine MKS kullanımının etkisinin önemli olmadığı ($p > 0,05$), depolamanın ve iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu, iç renk a^* değerleri üzerine ise MKS kullanımı ve depolama etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu, iki faktörün interaksiyonunun faktörleri etkisinin ise önemli ($p > 0,05$) olmadığı, iç renk b^* değerleri üzerine ise MKS kullanımı ve iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli ($p > 0,05$) olmadığı, depolama etkisinin ise önemli ($p \leq 0,001$) olduğu belirlenmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde örneklerin iç renk L^* değerindeki değişimin depolamanın 21. gününe kadar etkilenmediği, 28. günde değerin daha düşük (69,42) olduğu gözlenmektedir. İç renk ΔE^* değerindeki değişimin depolamanın 21. gününe kadar etkilenmediği, 28. günde değerin daha yüksek (39,10) olduğu gözlenmektedir. İç renk b^* değerindeki değişimin depolamanın 21. gününe kadar etkilenmediği, 28. günde değerin daha yüksek (32,78) olduğu gözlenmektedir. MKS eklenen örneklerin dış renk a^* değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p > 0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük dış renk a^* değerine sahip olduğu (-0,61) gözlenmiştir.

Çizelge 4.18’de depolama süresince keklerin tekstür (sertlik, esneklik ve kohezif yapışkanlık), Çizelge 4.19’da tekstür (sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve esneklik) analizi sonuçları verilmiştir. Tekstür analizi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde sertlik değerinin 2.028,34-4.268,69 g, kohezif yapışkanlık değerlerinin 0,437-0,655, sakızimsılık değerlerinin 1265,46-2052,68, çiğnenebilirlik değerlerinin 1072,76-1610,35, elastikiyet değerlerinin 0,263-0,147 esneklik değerlerinin 0,727-0,859 aralığında değiştiği gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.18. Depolama süresince keklerin tekstür (sertlik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık ve çiğnenebilirlik) analiz sonuçları

Sertlik (g)								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	2028,34	± 234,68	2714,30	± 169,85	2592,18	± 194,40	2444,94	± 362,57 d
7.gün	2921,57	± 148,93	3402,85	± 166,33	3594,23	± 322,65	3306,22	± 356,21 c
14.gün	2927,52	± 114,30	3864,86	± 193,48	3943,93	± 107,49	3578,77	± 517,82 b
21.gün	3004,97	± 192,17	4165,88	± 126,50	4002,78	± 151,28	3724,54	± 575,46 ba
28.gün	3132,10	± 223,88	4103,14	± 272,85	4268,69	± 111,23	3834,64	± 573,59 a
Örnek Ort.	2802,90	± 439,05 b	3650,20	± 586,22 a	3680,36	± 633,42 a	3377,82	± 679,79
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,262	p>0,05						
Kohezif Yapışkanlık								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	0,624	± 0,000	0,655	± 0,032	0,630	± 0,021	0,636	± 0,022 a
7.gün	0,496	± 0,023	0,512	± 0,020	0,458	± 0,006	0,489	± 0,028 bc
14.gün	0,534	± 0,038	0,502	± 0,006	0,486	± 0,006	0,507	± 0,028 b
21.gün	0,475	± 0,007	0,494	± 0,019	0,450	± 0,005	0,473	± 0,022 cd
28.gün	0,478	± 0,006	0,450	± 0,016	0,437	± 0,000	0,455	± 0,020 d
Örnek Ort.	0,521	0,060 a	0,522	0,075 a	0,492	± 0,075 b	0,512	± 0,069
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,002	**						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,172	p>0,05						
Sakızimsılık								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	1265,46	± 148,03	1773,03	± 21,45	1628,25	± 66,30	1555,58	± 245,05 c
7.gün	1448,07	± 138,74	1718,81	± 48,12	1644,50	± 124,47	1603,79	± 151,87 bc
14.gün	1563,58	± 172,34	1934,11	± 110,51	1914,11	± 74,01	1803,93	± 210,29 d
21.gün	1427,24	± 110,96	2052,68	± 17,91	1801,28	± 89,51	1760,40	± 288,73 d
28.gün	1498,39	± 92,89	1842,57	± 190,59	1866,29	± 52,64	1735,75	± 208,48 cd
Örnek Ort.	1440,55	± 145,50 b	1864,24	± 146,17 a	1770,88	± 137,38 a	1691,89	± 230,73
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,005	**						
MKS x D	0,447	p>0,05						
Çiğnenebilirlik								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	1072,76	± 109,64	1464,26	± 41,23	1394,58	± 51,48	1310,53	± 195,36 ab
7.gün	1178,71	± 82,49	1256,46	± 216,03	1357,21	± 108,07	1264,13	± 139,42 b
14.gün	1276,59	± 127,48	1550,35	± 76,74	1488,10	± 30,40	1438,34	± 145,22 a
21.gün	1170,62	± 99,40	1610,35	± 87,99	1451,08	± 55,56	1410,68	± 209,27 a
28.gün	1232,79	± 73,64	1502,93	± 160,94	1506,03	± 16,71	1413,92	± 161,26 a
Örnek Ort.	1186,29	± 104,03 b	1476,87	± 160,96 a	1439,40	± 74,57 a	1367,52	± 174,23
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,040	*						
MKS x D	0,458	p>0,05						

*p<0,05, ** p<0,01, ***p<0,001

y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama tekstür değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama tekstür değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Çizelge 4.19. Depolama süresince keklerin tekstür (elastikiyet ve esneklik) analiz sonuçları

Elastikiyet								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	0,240	± 0,013	0,263	± 0,000	0,248	± 0,016	0,250	± 0,014 a
7.gün	0,169	± 0,006	0,186	± 0,006	0,158	± 0,003	0,171	± 0,013 bc
14.gün	0,188	± 0,014	0,184	± 0,008	0,172	± 0,003	0,181	± 0,010 bc
21.gün	0,159	± 0,004	0,173	± 0,011	0,152	± 0,002	0,161	± 0,011 cd
28.gün	0,162	± 0,008	0,159	± 0,011	0,147	± 0,002	0,156	± 0,010 d
Örnek Ort.	0,184	± 0,032 c	0,193	± 0,039 b	0,175	± 0,040 a	0,184	± 0,037
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,001	**						
Depolama (D)	0,040	*						
MKS x D	0,000	***						
Esneklik								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	0,849	± 0,013	0,830	± 0,027	0,859	± 0,000	0,846	± 0,019
7.gün	0,815	± 0,021	0,727	± 0,110	0,825	± 0,003	0,789	± 0,070
14.gün	0,817	± 0,008	0,801	± 0,007	0,780	± 0,016	0,799	± 0,019
21.gün	0,820	± 0,006	0,785	± 0,036	0,806	± 0,009	0,803	± 0,023
28.gün	0,821	± 0,004	0,816	± 0,004	0,807	± 0,013	0,815	± 0,009
Örnek Ort.	0,824	± 0,016	0,792	± 0,055	0,815	± 0,029	0,810	± 0,038
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,092	p>0,05						
Depolama (D)	0,063	p>0,05						
MKS x D	0,366	p>0,05						

*p≤0,05, ** p≤0,01, ***p≤0,001

y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama elastikiyet değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama elastikiyet değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen sonuçlar istatistiksel olarak değerlendirildiğinde sertlik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık ve çiğnenebilirlik değerleri üzerine MKS kullanımı ve depolama etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu, iki faktörün interaksiyonunun değerlere etkisinin ise önemli ($p > 0,05$) olmadığı, elastikiyet değerleri üzerine MKS kullanımının, depolamanın ve her iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu belirlenmiştir. Esneklik değerleri üzerine ise MKS kullanımı, depolama ve iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli ($p > 0,05$) olmadığı belirlenmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda; MKS eklenen örneklerin sertlik değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p > 0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük sertlik değerine sahip olduğu (2802,90 g) gözlenmiştir, depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise örneklerin sertlik değerinin depolama sürecince arttığı belirlenmiştir. 28. gün örnek ortalamalarının en yüksek sertlik değerine (3834,64 g) sahip olduğu gözlenmiştir. T-M25 örneğinin kohezif yapışkanlık değerleri ortalamasının en düşük olduğu (0,522), M-M25 eklenen keklerle ait değerlerin kontrol örneklerinden farklı olmadığı ($p > 0,05$) gözlenmiştir, depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise örneklerin kohezif yapışkanlık değerinin depolama ile azaldığı belirlenmiştir. MKS eklenen örneklerin sakızimsılık değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p > 0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük sakızimsılık değerine sahip olduğu (1440,55) gözlenmiştir. MKS eklenen örneklerin çiğnenebilirlik değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p > 0,05$) ancak kontrol örneğinin daha düşük çiğnenebilirlik değerine sahip olduğu (1186,29)

gözlenmiştir. Depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise örneklerin çıĖnenebilirlik deęerinin depolama sürecince arttıęı belirlenmiştir. 28. gün örnek ortalamalarının en yüksek sertlik deęerine (1413,92 g) sahip olduęu gözlenmiştir. Elastikiyet deęerleri incelendiğinde T-M25 örneęinin en düşük (0,184) M-M25 içeren örneklerin en yüksek (0,193) deęere sahip olduęu belirlenmiştir. Depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise örneklerin kohezif yapışkanlık deęerinin depolama ile azaldıęı belirlenmiştir.

Çizelge 4.20’de depolama süresince keklerin duyuşal (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı, tekstür), Çizelge 4.21’de duyuşal (koku, tat, ağızda bıraktıęı his, genel beęeni) analiz sonuçları verilmiştir. Duyusal analizi sonucu elde edilen deęerler incelendiğinde dış görünüş deęerlerinin 6,30-7,75, iç renk deęerlerinin 7,15-7,96, gözenek yapısı deęerlerinin 6,50-7,49, tekstür deęerlerinin 6,17-7,96, koku deęerlerinin 7,13-7,73, ağızda bıraktıęı his deęerlerinin 6,61-7,84, beęeni durumu deęerlerinin 6,78-7,88 aralığında deęiştıęi gözlemlenmiştir.

Elde edilen duyuşal analiz sonuçları istatıksel olarak deęerlendirildiğinde dış görünüş ve beęeni durumu deęerleri üzerine MKS kullanımı ve depolama etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduęu, iki faktörün interaksiyonunun deęerlere etkisinin ise önemli ($p > 0,05$) olmadığı, gözenek yapısı, tekstür, tat ve ağızda bıraktıęı his deęerleri üzerine MKS kullanımının etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduęu, depolamanın ve iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli olmadığı ($p > 0,05$) belirlenmiştir. İç renk ve koku deęerleri üzerine ise MKS kullanımı, depolama ve iki faktörün interaksiyonunun etkisinin önemli ($p > 0,05$) olmadığı belirlenmiştir.

Çizelge 4.20. Depolama süresince keklerin duyuşal (Dış görünüş, İç renk, Gözenek yapısı, Tekstür) analiz sonuçları

Dış görünüş								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,54	± 0,37	6,94	± 0,47	7,38	± 0,03	7,28	± 0,39 a
7.gün	7,42	± 0,35	7,21	± 0,18	7,25	± 0,00	7,29	± 0,20 a
14.gün	7,75	± 0,11	6,50	± 0,00	6,96	± 0,30	7,07	± 0,58 a
21.gün	7,52	± 0,22	6,99	± 0,62	6,87	± 0,19	7,12	± 0,43 a
28.gün	7,05	± 0,18	6,30	± 0,18	6,54	± 0,06	6,63	± 0,36 b
Örnek Ort.	7,45	± 0,31 a	6,78	± 0,45 b	7,00	± 0,33 b	7,08	± 0,46
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,005	**						
MKS x D	0,337	p>0,05						
İç renk								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,85	± 0,21	7,72	± 0,02	7,76	± 0,08	7,78	± 0,12
7.gün	7,96	± 0,18	7,67	± 0,12	7,71	± 0,06	7,78	± 0,17
14.gün	7,88	± 0,29	7,67	± 0,12	7,80	± 0,18	7,78	± 0,19
21.gün	7,69	± 0,20	7,15	± 0,57	7,60	± 0,21	7,48	± 0,38
28.gün	7,71	± 0,18	7,67	± 0,00	7,83	± 0,00	7,74	± 0,11
Örnek Ort.	7,82	± 0,19	7,57	± 0,30	7,74	± 0,13	7,71	± 0,23
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,059	p>0,05						
Depolama (D)	0,112	p>0,05						
MKS x D	0,754	p>0,05						
Gözenek yapısı								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,42	± 0,31	6,84	± 0,48	7,49	± 0,30	7,25	± 0,43
7.gün	7,46	± 0,18	7,00	± 0,35	7,17	± 0,59	7,21	± 0,38
14.gün	7,38	± 0,06	7,29	± 0,41	7,25	± 0,11	7,31	± 0,20
21.gün	7,47	± 0,28	6,50	± 0,46	7,13	± 0,18	7,03	± 0,51
28.gün	7,38	± 0,18	6,88	± 0,53	7,13	± 0,06	7,13	± 0,34
Örnek Ort.	7,42	± 0,17	6,90	± 0,43	7,23	± 0,27	7,18	± 0,37
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,013	*						
Depolama (D)	0,669	p>0,05						
MKS x D	0,746	p>0,05						
Tekstür								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,63	± 0,25	6,62	± 0,03	7,54	± 0,51	7,26	± 0,56
7.gün	7,59	± 0,47	6,59	± 0,12	6,96	± 0,06	7,04	± 0,50
14.gün	7,96	± 0,06	6,25	± 0,11	6,79	± 0,06	7,00	± 0,78
21.gün	7,51	± 0,59	6,83	± 1,30	6,32	± 0,96	6,89	± 0,94
28.gün	7,54	± 0,06	6,17	± 0,23	6,63	± 0,18	6,78	± 0,64
Örnek Ort.	7,64	± 0,32 a	6,49	± 0,51 b	6,85	± 0,56 b	6,99	± 0,67
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,529	p>0,05						
MKS x D	0,548	p>0,05						
*p<0,05, ** p<0,01, ***p<0,001								
y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama duyuşal analiz değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.								
z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama duyuşal analiz değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.								

Çizelge 4.21. Depolama süresince keklerin duyuşal (Koku, Tat, Ağızda bıraktığı his, Genel beğeni) analiz sonuçları

Koku								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,73	± 0,39	7,53	± 0,11	7,35	± 0,50	7,53	± 0,33
7.gün	7,42	± 0,59	7,54	± 0,41	7,42	± 0,47	7,46	± 0,39
14.gün	7,38	± 0,06	7,59	± 0,59	7,33	± 0,00	7,43	± 0,29
21.gün	7,47	± 0,28	7,14	± 0,19	7,13	± 0,07	7,25	± 0,23
28.gün	7,42	± 0,12	7,29	± 0,30	7,55	± 0,18	7,42	± 0,20
Örnek Ort.	7,48	± 0,29	7,42	± 0,32	7,35	± 0,28	7,42	± 0,29
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,717	p>0,05						
Depolama (D)	0,684	p>0,05						
MKS x D	0,903	p>0,05						
Tat								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,53	± 0,24	7,48	± 0,04	7,57	± 0,10	7,53	± 0,12
7.gün	7,58	± 0,00	6,84	± 0,12	7,46	± 0,06	7,29	± 0,36
14.gün	7,75	± 0,11	7,25	± 0,11	7,38	± 0,06	7,46	± 0,25
21.gün	7,55	± 0,40	6,87	± 0,06	7,03	± 0,67	7,15	± 0,47
28.gün	7,63	± 0,18	7,21	± 0,06	7,42	± 0,12	7,42	± 0,21
Örnek Ort.	7,61	± 0,19 a	7,13	± 0,26 c	7,37	± 0,30 b	7,37	± 0,32
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,001	**						
Depolama (D)	0,079	p>0,05						
MKS x D	0,418	p>0,05						
Ağızda bıraktığı his								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,44	± 0,23	7,34	± 0,23	7,63	± 0,11	7,47	± 0,20
7.gün	7,67	± 0,12	6,71	± 0,41	7,46	± 0,18	7,28	± 0,49
14.gün	7,84	± 0,12	7,13	± 0,18	7,29	± 0,30	7,42	± 0,37
21.gün	7,55	± 0,64	6,61	± 0,44	6,91	± 0,72	7,02	± 0,64
28.gün	7,75	± 0,11	6,88	± 0,06	7,21	± 0,06	7,28	± 0,40
Örnek Ort.	7,65	± 0,28 a	6,93	± 0,36 c	7,30	± 0,37 b	7,29	± 0,44
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,001	**						
Depolama (D)	0,210	p>0,05						
MKS x D	0,525	p>0,05						
Beğeni durumu								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	7,48	± 0,04	7,48	± 0,04	7,82	± 0,25	7,59	± 0,21 a
7.gün	7,63	± 0,18	6,88	± 0,06	7,58	± 0,00	7,36	± 0,39 ab
14.gün	7,88	± 0,18	7,12	± 0,30	7,30	± 0,04	7,43	± 0,39 ab
21.gün	7,69	± 0,55	6,78	± 0,25	6,88	± 0,53	7,12	± 0,57 b
28.gün	7,54	± 0,06	6,92	± 0,12	7,09	± 0,12	7,18	± 0,30 b
Örnek Ort.	7,64	± 0,25 a	7,03	± 0,30 c	7,33	± 0,41 b	7,34	± 0,40
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,028	*						
MKS x D	0,091	p>0,05						

*p≤0,05, ** p≤0,01, ***p≤0,001

y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama duyuşal analiz değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama duyuşal analiz değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda MKS eklenen örneklerin dış görünüş değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p>0,05$); ancak kontrol örneğinin daha yüksek dış görünüş değerine sahip olduğu (7,45) gözlenmiştir. Depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise değişimin depolamanın 21. gününe kadar etkilenmediği, 28. günde değer daha düşük (6,63) olduğu gözlenmektedir. MKS eklenen örneklerin beğeni durumu değerlerinde farkın önemli olduğu ($p\leq 0,05$), kontrol örneğinin daha yüksek beğeni durumu değerine (7,45) ve en düşük iç renk değerine (7,03) ise M-MKS eklenen ürünlerin sahip olduğu gözlenmiştir, depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise beğeni durumu değerinde düşme meydana geldiği görülmektedir. MKS eklenen örneklerin tekstür değerlerinde farkın önemli olmadığı ($p>0,05$) ancak kontrol örneğinin daha yüksek dış görünüş değerine sahip olduğu (7,64) gözlenmiştir. MKS eklenen örneklerin tat değerlerinde farkın önemli olduğu ($p\leq 0,05$), kontrol örneğinin daha yüksek iç renk değerine (7,61) ve en düşük tat değerine (7,13) ise M-MKS eklenen ürünlerin sahip olduğu gözlenmiştir. MKS eklenen örneklerin ağızda bıraktığı his değerlerinde farkın önemli olduğu ($p\leq 0,05$), kontrol örneğinin daha yüksek ağızda bıraktığı his değerine (7,65) ve en düşük tat değerine (6,93) ise M-MKS eklenen ürünlerin sahip olduğu gözlenmiştir. Gözenek yapısı değerleri ortalamalarının gruplar arasındaki farkın önemli olmadığı ($p>0,05$) gözlenmiştir.

Çizelge 4.22’de depolama süresince keklerin serbest yağ asitliği (%) ve TBA reaktifleri, peroksit sayısı analiz sonuçları verilmiştir. Serbest asitlik sonucu elde edilen değerler incelendiğinde dış görünüş değerlerinin %0,04-0,28, TBA değerlerinin 12,44-33,54 mg malonaldehit eş değer/g örnek, peroksit değerlerinin 3,25-6,75 mili-eş peroksit /kg örnek aralığında değiştiği gözlemlenmiştir.

Elde edilen serbest yağ asitliği (%) ve TBA reaktifleri, peroksit sayısı analiz sonuçları istatistiksel olarak değerlendirildiğinde; serbest yağ asitliği analiz sonuçları üzerine MKS kullanımı interaksiyonunun değerlere etkisinin önemli olmadığı ($p>0,05$), depolama etkisinin önemli ($p\leq 0,05$) olduğu belirlenmiştir. ve TBA reaktifleri, peroksit sayısı analiz sonuçları üzerine MKS kullanımının ve depolamanın etkisinin önemli ($p\leq 0,05$) olduğu, interaksiyonunun etkisinin önemli olmadığı ($p>0,05$) belirlenmiştir.

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda MKS eklenen örneklerin yağ asitliği (%) ve TBA reaktifleri değerlerinin daha düşük olduğu gözlenmektedir. Depolama grupları arasındaki farklar incelendiğinde ise depolama ile serbest yağ asitliği (%) ve TBA reaktifleri, peroksit sayısında artış olduğu gözlenmektedir.

Çizelge 4.22. Depolama süresince keklerin serbest yağ asitliği (%) ve TBA reaktifleri, peroksit sayısı analiz sonuçları

Serbest Asitlik (%)								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	0,13	± 0,01	0,05	± 0,03	0,04	± 0,01	0,07	± 0,05 c
7.gün	0,20	± 0,05	0,22	± 0,06	0,23	± 0,10	0,21	± 0,06 b
14.gün	0,20	± 0,03	0,19	± 0,04	0,18	± 0,01	0,19	± 0,02 b
21.gün	0,24	± 0,01	0,23	± 0,01	0,22	± 0,00	0,23	± 0,01 ab
28.gün	0,26	± 0,01	0,27	± 0,01	0,28	± 0,04	0,27	± 0,02 a
Örnek Ort.	0,20	± 0,05	0,19	± 0,08	0,19	± 0,10	0,19	± 0,08
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,623							
Depolama (D)	0,000							
MKS x D	0,525							
TBA (mg malonaldehit eş değer/g örnek)								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	12,44	± 0,62	15,45	± 5,10	13,03	± 0,59	13,64	± 2,72 c
7.gün	17,82	± 2,72	18,32	± 1,46	14,97	± 3,53	17,04	± 2,65 c
14.gün	27,81	± 2,14	20,41	± 0,73	18,34	± 1,57	22,19	± 4,62 b
21.gün	27,99	± 4,17	18,93	± 0,83	19,45	± 0,71	22,12	± 4,94 b
28.gün	33,54	± 0,81	28,73	± 4,10	26,46	± 5,67	29,58	± 4,51 a
Örnek Ort.	23,92	± 8,28 a	20,37	± 5,24 b	18,45	± 5,39 b	20,91	± 6,64
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,002	**						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,141	p>0,05						
Peroksit Değeri (milieş peroksit /kg örnek)								
Depolama	Kontrol	± SS	M-M25	± SS	T-M25	± SS	Depolama Ort.	±SS
1.gün	4,50	± 0,14	3,25	± 0,21	3,30	± 0,00	3,68	± 0,64 c
7.gün	5,30	± 0,14	3,60	± 0,57	3,50	± 0,71	4,13	± 0,99 bc
14.gün	6,20	± 0,57	3,40	± 0,57	3,75	± 0,49	4,45	± 1,43 ab
21.gün	6,40	± 0,14	3,75	± 0,64	3,65	± 0,49	4,60	± 1,44 ab
28.gün	6,75	± 0,07	3,85	± 0,21	3,95	± 0,35	4,85	± 1,48 a
Örnek Ort.	5,83	± 0,89 a	3,57	± 0,42 b	3,63	± 0,42 b	4,34	± 1,22
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,000	***						
Depolama (D)	0,002	**						
MKS x D	0,118	p>0,05						

*p<0,05, ** p<0,01, ***p<0,001

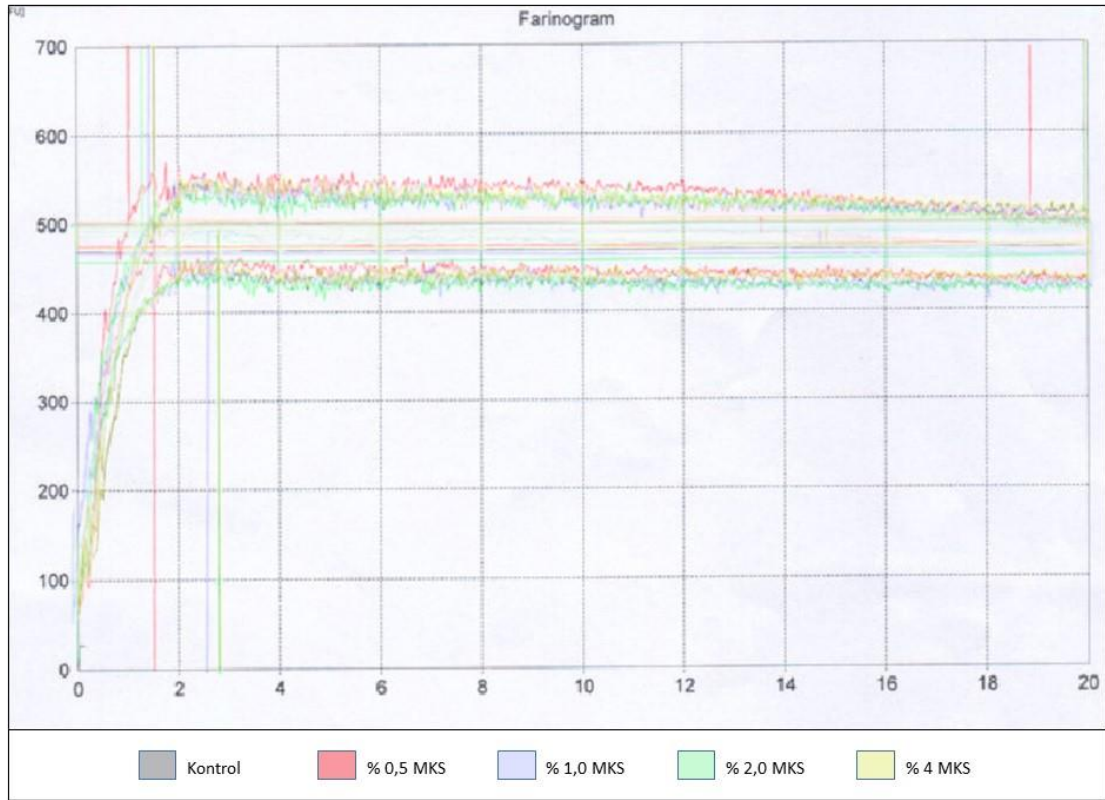
y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama yağ analizi değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama yağ analizi değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

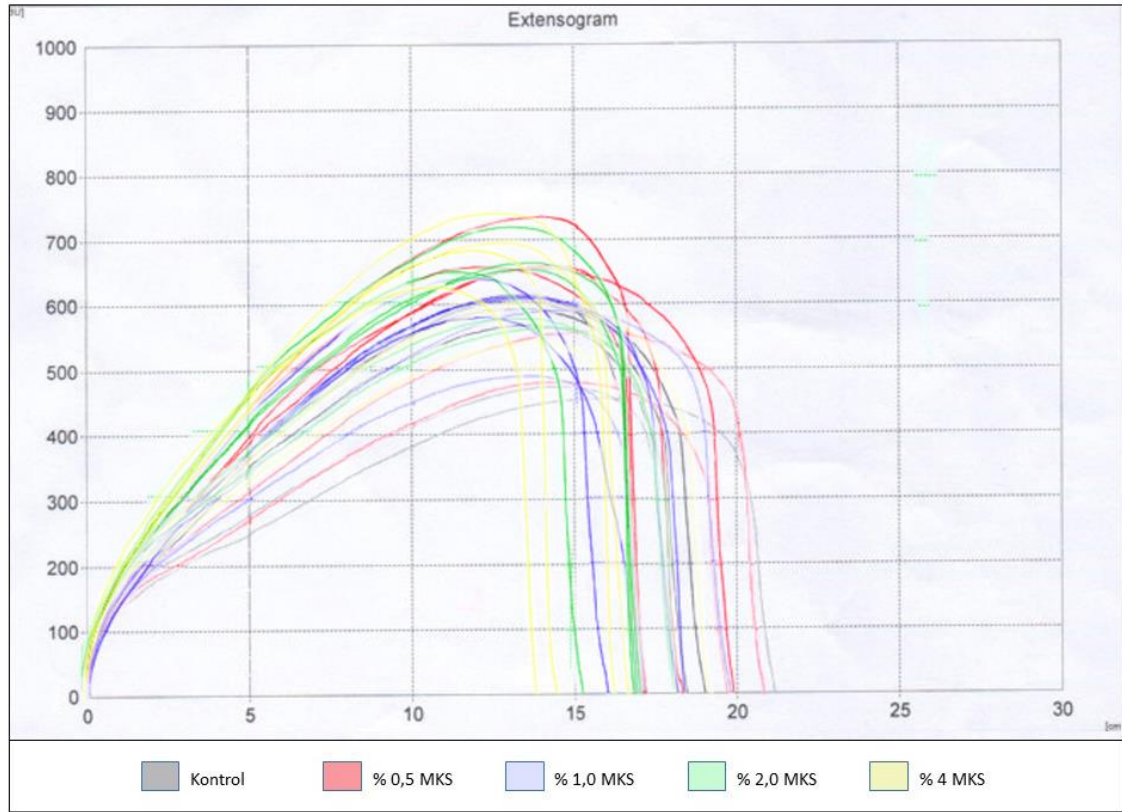
4.7. MKS Kullanımının Ekmek Özelliklerine Etkisi

Ekmek üretimi için geleneksel francala ekmek formülasyonu kullanılmıştır. Una (askorbik asit, enzimler (hemislülaz, selülaz, glikoz oksidaz, lipaz ve α -amilaz) içeren) oranla %3 yaş maya, %1,2 tuz, %0,5, 1, 2 ve 4 oranlarında MKS eklenerek ve kontrol olarak MKS içermeyen ekmekler üretilmiştir. Kullanılan unların yaş gluten değeri %26,93 $\pm$ 0,60, gluten indeks değeri %96 $\pm$ 2,68, Zeleny Sedimentasyon 47,33 $\pm$ 3,01 aralığındadır.

MKS kullanımının ekmek hamur oluşumu üzerine etkisinin incelenmesi amacıyla Farinograf ve Ekstensograf analizleri gerçekleştirilmiştir (Her örnek için ayrı ayrı elde edilen farinogram ve ekstensogramlar için Bkz. EK-8 ve EK-9). Kontrol unu ve MKS içeren karışımlarına ait farinogramları Şekil 4.31’de ekstensogramları Şekil 4.32’de verilmiştir. Elde edilen farinograf ve ekstensograf analizleri sonucu elde edilen değerler sırasıyla Çizelge 4.23’te ve 4.24’te verilmiştir.



Şekil 4.31. Farinograf analizi sonucu kontrol unu ve MKS içeren (una oranla ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren) unlara ait farinogramlar



Şekil 4.32. Ekstensograf analizi sonucu kontrol unu ve MKS içeren (una oranla ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren) unlara ait ekstensogramlar

Çizelge 4.23. Ekmek üretiminde kullanılan kontrol unu ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren unlara ait farinograf analiz sonuçları

Örnek	Su absorpsiyon derecesi	Hamur gelişme süresi (dk)	Stabilite (dk)	10 dk işlem sonrası Yumuşama Derecesi (BU)	12 dk işlem sonrası Yumuşama Derecesi (BU)	Farinograf kalite Değeri
Kontrol	56,7	2,20	17,0	11	20	162
%0,5 MKS	57,3	1,50	17,9	12	18	178
%1,0 MKS	57,3	2,70	18,5	12	15	200
%2,0 MKS	57,4	2,08	18,6	11	15	199
%4,0 MKS	58,3	2,80	18,4	13	16	200

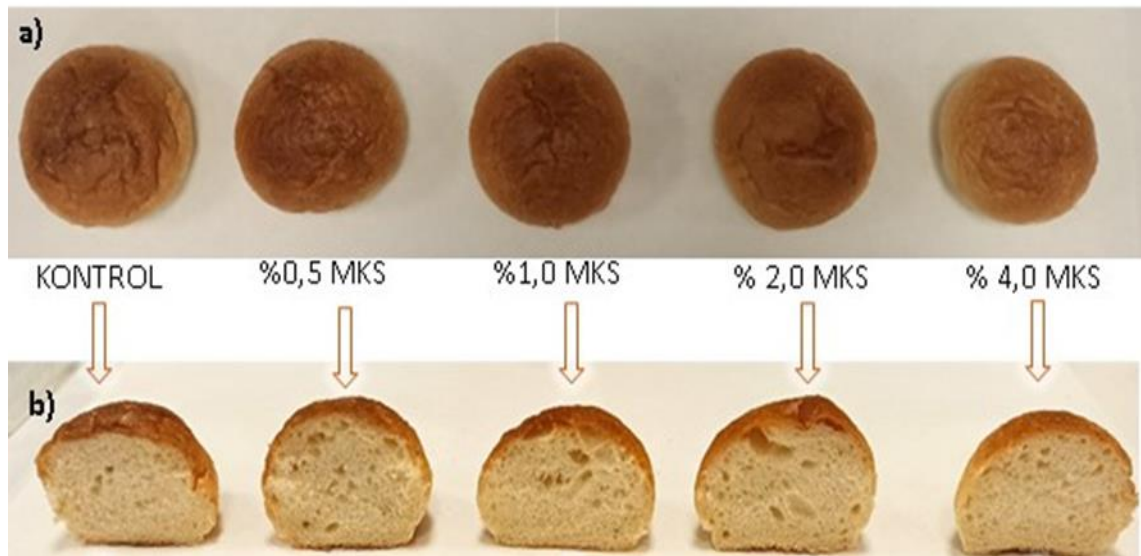
Elde edilen farinograf değerleri incelendiğinde Su absorpsiyon derecesi değerinin 56,7-58,3 aralığında olduğu ve MKS oranı arttıkça arttığı görülmektedir. Hamur gelişme süresinin 1,50-2,80 değerleri arasında olduğu ve genel olarak MKS oranının %1'e çıkması ile arttığı gözlenmiştir. Stabilite süresinin 2,2-2,8 aralığında, 10 dk işlem sonrası yumuşama derecesinin 11-13 aralığında değiştiği, 12 dk işlem sonrası yumuşama derecesinin ise 16-20 aralığında değiştiği gözlenmektedir. Farinograf kalite değerinin ise 162-200 aralığında olduğu ve MKS oranı artışıyla arttığı görülmüştür.

Çizelge 4.24. Ekmek üretiminde kullanılan kontrol unu ve %0,5, 1, 2, 4 MKS içeren unlara ait ekstensograf analiz sonuçları

Örnek	Enerji			Uzama Direnci			Uzama Kabiliyeti			Maksimum (BU)		
	45	90	135	45	90	135	45	90	135	45	90	135
<i>Bekleme süresi (dk)</i>												
Kontrol	118	133	145	264	363	368	197	177	187	464	591	598
%0,5 MKS	129	144	126	324	376	406	184	182	164	537	607	606
%1,0 MKS	135	144	142	353	408	459	182	171	162	570	658	682
%2,0 MKS	137	161	154	294	396	444	202	191	172	520	658	697
%4,0 MKS	132	151	118	346	452	458	177	165	142	571	717	653

Elde edilen ekstensograf değerleri incelendiğinde ise enerji değerinin 45 ve 90 dk bekletilme aşamasında MKS oranı ile pozitif yönde arttığı ancak 135 dk bekletme sonrası bu durumun negatif yönde değiştiği gözlenmektedir. %MKS oranı arttıkça uzama direncinin arttığı, uzama kabiliyetinin azaldığı görülmektedir.

500 BU (farinograf ve ekstensograf) değeri için gerekli miktarda su (hamur yoğurma makinesi hızı ve tuz eklenmesi dikkate alınarak kontrol ekmeğine %69 oranında ve MKS eklenen hamurlara sırasıyla %69, %69, %70 ve %71 oranlarında) eklenerek ekmek hamuru hazırlanmıştır. Ekmek hamuru gluten ağı oluşana, hamur parlak ve yapışmayan kıvam alana kadar yoğurulmuş (25 ± 2 C°) (kontrol 17 dk ve MKS eklenen hamurlara sırasıyla) 17, 19, 21, 21 dk) ve gerekli kıvama ulaştıktan sonra hamur oda sıcaklığında (25 ± 2 C°) 10 dk mayalamaya bırakılmıştır. Mayalanma süresi dolan ekmekler 90 g tartılarak şekillendirilerek 32 °C’de %70 nem içeren fermantasyon kabinde pişme hacmine ulaşana kadar (kontrol 60 dk ve MKS eklenen hamurlara sırasıyla) 60, 70, 70, 75 dk) mayalandıktan sonra 250 C° sıcaklığında 200 ml buhar verilen fırında 14 dk pişirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucu elde edilen ekmeğe ait görüntüler Şekil 4.33’te verilmiştir.



Şekil 4.33. Ekmeklerin a) Genel görüntüleri ve b) kesit görüntüleri

Üretilen ekmeklerin 2 saat soğuması beklenmiş ve ardından poşetlenerek raf ömrü analizleri için oda koşullarında (13,4 -16,6 °C) (sıcaklık değişim grafiği Şekil 4.34) mufaza edilmiştir.

Üretilen ekmeklerin genel özelliklerini incelemek amacıyla ilk pişirme sonrası ağırlık kaybı, hacim, spesifik hacim, nem içeriği ve su aktivitesi (a_w) analizleri gerçekleştirilmiştir. Ekmeklerin pişirme sonrası ağırlık kaybı, hacim, nem içeriği, a_w ve renk analiz sonuçları Çizelge 4.25'te verilmiştir. Elde edilen değerler incelendiğinde pişme sonrası ağırlık kaybı değerlerinin 15,25-16,73 g, hacim değerlerinin 410,00-469,00 ml, spesifik hacim değerlerinin 5,51-6,35 ml/g, nem değerlerinin %35,32-36,10 ve a_w değerlerinin 0,882-0,912 aralığında değiştiği belirlenmiştir.

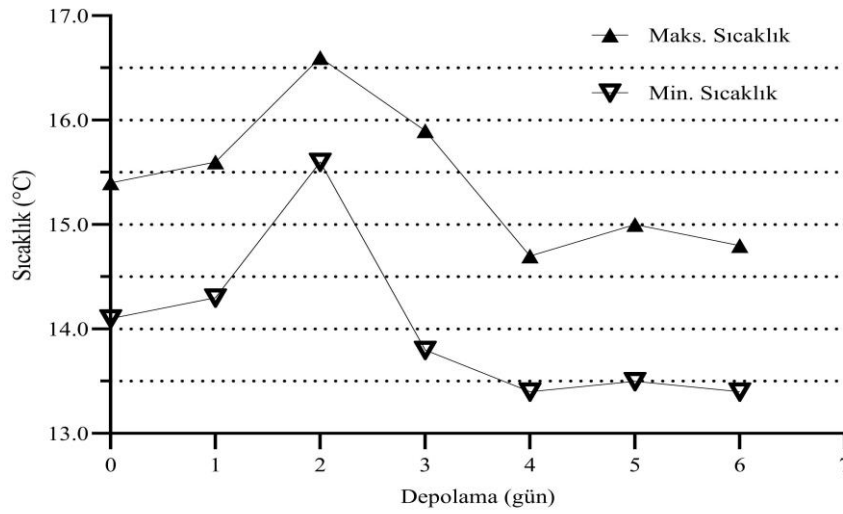
Çizelge 4.25. Ekmeklerin pişirme sonrası ağırlık kaybı, hacim, nem içeriği, a_w ve renk analiz sonuçları

Örnek	Ağırlık Kaybı (g) ±SS	Hacim (ml) ±SS	Spesifik Hacim (ml/g) ±SS	Nem (%) ±SS	a_w ±SS
Kontrol	15,25 ± 3,52	425,50 ± 3,54	5,70 ± 0,32	35,44 ± 0,11 b^z	0,882 ± 0,008 c
%0,5 MKS	16,10 ± 1,63	469,00 ± 26,87	6,35 ± 0,50	35,32 ± 0,04 bc	0,897 ± 0,004 ab
%1,0 MKS	16,73 ± 1,27	464,00 ± 29,70	6,34 ± 0,52	34,78 ± 0,46 c	0,894 ± 0,000 bc
%2,0 MKS	15,92 ± 1,24	458,00 ± 14,14	6,18 ± 0,30	35,72 ± 0,08 ab	0,904 ± 0,008 ab
%4,0 MKS	15,55 ± 0,50	410,00 ± 14,14	5,51 ± 0,23	36,10 ± 0,04 a	0,912 ± 0,001 a
Önem düzeyi (p)	0,944	0,108	0,239	0,012*	0,019*

*p≤0,05, ** p≤0,01, ***p≤0,001

^z:Sütunlarda (nem içeriği % ve a_w) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Ekmek üretiminde MKS kullanımının nem içeriği ve a_w etkisinin önemli ($p \leq 0,05$) olduğu, eklenen MKS oranı arttıkça elde edilen ekmeklerin nem içeriğinde artış olduğu görülmektedir. Nem içeriği değerinin %35,32 ile 36,10 aralığında değiştiği %4,0 MKS içeren ekmeğin en yüksek nem içeriğine sahip olduğu görülmektedir. Örneklere ait a_w değerinin 0,882 ile 0,912 aralığında olduğu %4,0 MKS içeren ekmeğin en yüksek su aktivitesine sahip olduğu gözlenmektedir. Bu ise ekmek hamuru oluşumunda MKS eklenmesi ile su absorpsiyon derecesinde meydana gelen artışı dikkate alarak ekmek hamuru hazırlanması sonrası MKS'nin pişme sırasında suyu alıkoyduğunu ve bu nedenle fazla eklenen suyun pişme sırasında kaybedilmediğini göstermektedir. Ancak alıkonulan suyun nem içeriği değerini arttırdığı ve MKS'nin a_w 'deki artışı engellemediği şeklinde yorumlanabilir.



Şekil 4.34. Ekmek depolama sıcaklık değişimi (gün içinde ölçülen minimum ve maksimum sıcaklıklar)

Depolama süresince (1-7 gün) belirtilen sıcaklıklarda depolanan ekmek örneklerinde MKS kullanımının bayatlamaya etkisini belirlemek üzere nem kaybı, su aktivitesi, renk, TPA (sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızimsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet), duyu analizi (kabuk rengi, iç rengi, gözenek yapısı, ağızda çiğnenebilirliği, tadı, aroması ve genel beğeni) ve retrogradasyon indeksi değerleri 7 gün boyunca (1, 3, ve 7. günlerde analizler gerçekleştirilerek) takip edilmiştir. Çizelge 4.26'da depolama süresince ekmeklerin nem içeriği (%) miktarı analiz sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.26. Depolama süresince ekmeklerin nem içeriği (%) analiz sonuçları

Örnek	1.gün ± SS	3.gün ± SS	7.gün ± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	35,44 ± 0,11	35,44 ± 1,19	35,96 ± 0,96	35,61 ± 0,74
%0,5 MKS	35,32 ± 0,04	35,81 ± 0,87	35,88 ± 0,94	35,67 ± 0,63
%1,0 MKS	34,78 ± 0,46	35,40 ± 0,35	35,28 ± 0,95	35,15 ± 0,58
%2,0 MKS	35,72 ± 0,08	35,83 ± 0,30	35,96 ± 0,04	35,84 ± 0,18
%4,0 MKS	36,10 ± 0,04	36,20 ± 1,26	36,50 ± 0,74	36,27 ± 0,68
Depolama Ort.	35,47 ± 0,49	35,73 ± 0,73	35,92 ± 0,73	35,71 ± 0,66
Düzeyi (p)				
MKS oranı (MKS)	0,152	p>0,05		
Depolama (D)	0,388	p>0,05		
MKS x D	0,999	p>0,05		

Elde edilen değerler incelendiğinde nem değerlerinin %34,78-36,50 aralığında değiştiği MKS kullanımının, depolamanın ve bu iki faktörün interaksyonunun nem içeriği değerleri üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi ($p>0,05$) olmadığı belirlenmiştir. Çizelge 4.27'de depolama süresince ekmeklerin a_w analiz sonuçları verilmiştir.

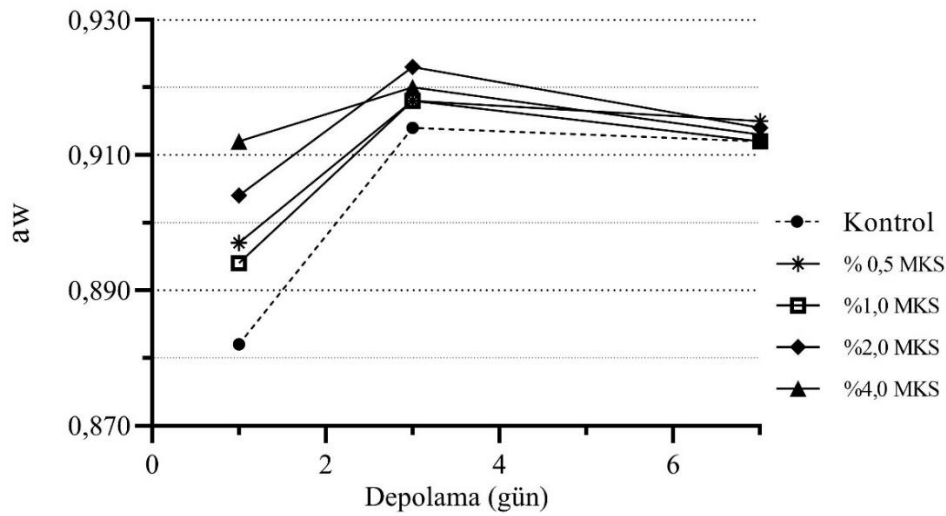
Çizelge 4.27. Depolama süresince ekmeğin a_w analiz sonuçları

Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	0,882	± 0,008	0,914	± 0,001	0,912	± 0,006	0,902	± 0,017 ^c
%0,5 MKS	0,897	± 0,004	0,918	± 0,002	0,915	± 0,007	0,910	± 0,011 ^{ab}
%1,0 MKS	0,894	± 0,000	0,918	± 0,001	0,912	± 0,001	0,908	± 0,011 ^b
%2,0 MKS	0,904	± 0,008	0,923	± 0,003	0,914	± 0,003	0,914	± 0,009 ^a
%4,0 MKS	0,912	± 0,001	0,920	± 0,001	0,913	± 0,006	0,915	± 0,005 ^a
Depolama Ort.	0,898	± 0,011 ^c	0,918	± 0,003 ^b	0,913	± 0,004 ^a	0,910	± 0,011
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,002	**						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,022	*						

*p≤0,05, ** p≤0,01, ***p≤0,001

^y: Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca ortalama a_w değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.^z: Sütunlarda (Depolama süreleri için ortalama a_w değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Elde edilen değerler incelendiğinde örneklere ait a_w değerlerinin 0,882-0,923 aralığında değiştiği, MKS kullanımının ($p\leq 0,01$), depolamanın ($p\leq 0,001$) ve bu iki faktörün interaksiyonunun ($p\leq 0,05$) etkisinin istatistiksel anlamda önemli olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.35'te depolama süresince a_w değişim grafiği verilmiştir.

Şekil 4.35. Depolama süresince ekmeğin a_w değişim grafiği

MKS kullanımının ekmeğin a_w değerine etkisi incelendiğinde MKS eklenme oranı arttıkça a_w değerinin arttığı, depolama süresince elde edilen verilerin ortalama değerleri incelendiğinde en yüksek a_w değerinin %4 MKS içeren ekmeğine (0,915), en düşük a_w değerinin ise kontrol ekmeğine (0,902) ait olduğu gözlemlenmiştir. Depolamanın ekmeğin a_w değerine etkisi incelendiğinde ise en yüksek değerin 3. gün örneklerine (0,913), en düşük a_w değerinin 1. gün örneklerine (0,902) ait olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.28’de depolama süresince ekmeklerin dış renk analiz sonuçları verilmiştir. Renk analizi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde dış renk L* değerlerinin 49,02-55,37, dış renk a* değerlerinin 29,15-32,40, dış renk b* değerlerinin 29,15-32,40, dış renk ΔE^* değerlerinin 49,89-54,75 aralığında değiştiği, MKS kullanımının, depolamanın ve bu iki faktörün interaksiyonunun dış renk değerleri üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi ($p>0,05$) olmadığı belirlenmiştir.

Çizelge 4.29’da depolama süresince ekmeklerin iç renk analiz sonuçları verilmiştir. Renk analizi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde iç renk L* değerlerinin 64,10-69,70, iç renk ΔE^* değerlerinin 26,32-31,75 aralığında değiştiği MKS kullanımının, depolamanın ve bu iki faktörün interaksiyonunun iç renk L* ve ΔE^* üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi ($p>0,05$) olmadığı belirlenmiştir. İç renk a* değerlerinin -1,62-(-0,55), iç renk b* değerlerinin 8,09-10,21 aralığında değiştiği, MKS kullanımının ve iki faktörün interaksiyonunun iç renk a*(yeşil-kırmızı) ve b*(mavi-sarı) üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi ($p>0,05$) olmadığı, depolamanın etkisinin ise istatistiksel olarak önemli ($p\leq 0,01$) olduğu belirlenmiştir. Depolama etkisi incelendiğinde a* ve b* değerinin 1. gün en düşük olduğu (sırasıyla -1,41 ve 9,00) depolama süresi arttıkça artış gösterdiği (sırasıyla kırmızı ve sarı yönünde), ancak 3. gün sonrası artışın istatistiksel olarak önemli ($p>0,05$) olmadığı gözlenmektedir.

Çizelge 4.28. Depolama süresince ekmeklerin dış renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE^*) analiz sonuçları

Dış Renk L^*								
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	54,61	± 2,85	53,36	± 1,37	52,87	± 4,47	53,61	± 2,58
%0,5 MKS	51,37	± 4,43	55,37	± 1,51	54,81	± 1,62	53,85	± 2,94
%1,0 MKS	55,07	± 1,29	52,26	± 1,47	51,06	± 2,29	52,80	± 2,28
%2,0 MKS	53,08	± 0,48	54,76	± 0,15	49,02	± 2,82	52,28	± 2,93
%4,0 MKS	50,14	± 0,25	52,14	± 4,24	51,40	± 2,79	51,23	± 2,45
Depolama Ort.	52,85	± 2,68	53,58	± 2,14	51,83	± 3,00	52,75	± 2,64
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,421	p>0,05						
Depolama (D)	0,333	p>0,05						
MKS x D	0,362	p>0,05						
Dış Renk a^*								
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	30,42	± 4,24	30,29	± 1,24	32,40	± 0,36	29,73	± 2,40
%0,5 MKS	30,05	± 0,08	30,70	± 1,60	31,55	± 0,04	29,80	± 1,32
%1,0 MKS	31,15	± 2,16	32,17	± 1,15	29,44	± 0,26	31,24	± 1,84
%2,0 MKS	30,54	± 2,18	29,51	± 1,93	31,13	± 1,38	30,27	± 1,50
%4,0 MKS	30,87	± 1,86	29,15	± 1,48	30,38	± 0,11	29,95	± 1,46
Depolama Ort.	30,94	± 2,72	30,28	± 1,90	29,31	± 1,34	30,49	± 1,65
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,532	p>0,05						
Depolama (D)	0,184	p>0,05						
MKS x D	0,411	p>0,05						
Dış Renk b^*								
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	30,42	± 4,24	30,05	± 1,24	31,15	± 0,36	30,54	± 2,40
%0,5 MKS	30,87	± 1,86	30,94	± 1,60	30,29	± 0,04	30,70	± 1,32
%1,0 MKS	32,17	± 1,15	29,51	± 1,15	29,15	± 0,26	30,28	± 1,84
%2,0 MKS	32,40	± 0,36	31,55	± 1,93	29,44	± 1,38	31,13	± 1,50
%4,0 MKS	30,38	± 0,11	29,31	± 1,48	29,73	± 0,11	29,80	± 1,46
Depolama Ort.	31,24	± 1,84	30,27	± 1,90	29,95	± 1,34	30,49	± 1,65
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,781	p>0,05						
Depolama (D)	0,285	p>0,05						
MKS x D	0,820	p>0,05						
Dış Renk ΔE^*								
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	51,35	± 0,12	52,01	± 1,53	53,05	± 3,29	52,13	± 1,80
%0,5 MKS	54,35	± 2,67	49,89	± 1,97	50,94	± 2,12	51,72	± 2,73
%1,0 MKS	51,64	± 0,52	52,20	± 1,90	53,05	± 2,27	52,30	± 1,48
%2,0 MKS	53,66	± 0,04	51,67	± 0,25	52,79	± 6,00	52,71	± 2,83
%4,0 MKS	54,75	± 0,16	52,13	± 3,73	53,60	± 1,01	53,49	± 2,09
Depolama Ort.	53,15	± 1,73	51,58	± 1,87	52,68	± 2,70	52,47	± 2,17
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,767	p>0,05						
Depolama (D)	0,359	p>0,05						
MKS x D	0,825	p>0,05						

Çizelge 4.29. Depolama süresince ekmeklerin iç renk (L^* , a^* , b^* ve ΔE^*) analiz sonuçları

İç Renk L^*							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	65,80	± 2,64	69,70	± 1,67	67,99	± 6,19	67,83 ± 3,56
%0,5 MKS	65,81	± 0,91	66,98	± 1,65	64,93	± 2,86	65,91 ± 1,79
%1,0 MKS	68,67	± 7,87	69,20	± 2,45	65,50	± 1,97	67,79 ± 4,19
%2,0 MKS	64,10	± 1,51	68,23	± 0,57	66,26	± 0,37	66,19 ± 1,99
%4,0 MKS	68,97	± 4,24	69,17	± 1,82	66,15	± 4,97	68,09 ± 3,39
Depolama Ort.	66,67	± 3,72	68,66	± 1,65	66,16	± 3,09	67,16 ± 3,05
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,718	p>0,05					
Depolama (D)	0,267	p>0,05					
MKS x D	0,953	p>0,05					
İç Renk a^*							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	-1,24	± 0,17	-1,19	± 0,48	-1,05	± 0,06	-1,16 ± 0,25
%0,5 MKS	-1,62	± 0,04	-1,19	± 0,01	-0,97	± 0,18	-1,26 ± 0,31
%1,0 MKS	-1,53	± 0,08	-1,03	± 0,26	-1,12	± 0,08	-1,22 ± 0,27
%2,0 MKS	-1,50	± 0,01	-1,04	± 0,20	-1,00	± 0,15	-1,18 ± 0,27
%4,0 MKS	-1,15	± 0,01	-1,14	± 0,01	-0,55	± 0,66	-0,95 ± 0,43
Depolama Ort.	-1,41	± 0,20 b^y	-1,12	± 0,21 a	-0,93	± 0,32 a	-1,15 ± 0,31
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,244	p>0,05					
Depolama (D)	0,002	**					
MKS x D	0,540	p>0,05					
İç Renk b^*							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	8,95	± 0,91	9,89	± 0,36	9,97	± 0,49	9,60 ± 0,71
%0,5 MKS	8,95	± 0,54	9,82	± 0,28	9,73	± 0,17	9,50 ± 0,51
%1,0 MKS	9,14	± 0,59	9,55	± 0,07	10,21	± 0,10	9,63 ± 0,55
%2,0 MKS	8,09	± 0,04	10,02	± 0,20	10,03	± 0,84	9,38 ± 1,07
%4,0 MKS	9,91	± 0,22	9,38	± 0,08	9,95	± 0,32	9,74 ± 0,33
Depolama Ort.	9,00	± 0,74 b^y	9,73	± 0,30 a	9,98	± 0,38 a	9,57 ± 0,65
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,667	p>0,05					
Depolama (D)	0,000	**					
MKS x D	0,067	p>0,05					
İç Renk ΔE^*							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	30,22	± 2,79	26,32	± 1,04	28,40	± 5,91	28,31 ± 3,44
%0,5 MKS	30,24	± 1,00	28,91	± 1,00	31,27	± 2,84	30,14 ± 1,77
%1,0 MKS	27,54	± 7,50	27,44	± 2,81	30,82	± 1,87	28,60 ± 4,06
%2,0 MKS	31,75	± 1,49	28,02	± 0,73	29,90	± 0,33	29,89 ± 1,83
%4,0 MKS	27,22	± 3,85	26,96	± 1,90	30,15	± 4,84	28,11 ± 3,30
Depolama Ort.	29,39	± 3,53	27,53	± 1,56	30,11	± 2,97	29,01 ± 2,93
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,753	p>0,05					
Depolama (D)	0,234	p>0,05					
MKS x D	0,955	p>0,05					

*p<0,05, ** p<0,01, ***p<0,001

 ^{y} : Satırlarda (MKS içeren örnekleri için depolama boyunca depolama ortalama iç renk a^* ve b^* değerleri) farklı harflerle gösterilen ortalamalar arası fark 0,05 önem düzeyinde Duncan testine göre önemlidir.

Çizelge 4.30'da depolama süresince ekmeklerin TPA (sertlik, esneklik ve kohezif yapışkanlık), Çizelge 4.31'de depolama süresince ekmeklerin TPA (sakızimsılık, çignenebilirlik ve elastikiyet) sonuçları verilmiştir. TPA analiz sonuçları değerlendirildiğinde sertlik değerlerinin 337,02-1273,76 g, esneklik değerlerinin 0,850-0,967, kohezif yapışkanlık değerlerinin 0,517-0,778, sakızimsılık değerlerinin 242,58-656,57, çignenebilirlik değerlerinin 234,31-594,22, elastikiyet değerlerinin 0,225-0,402 aralığında değiştiği belirlenmiştir.

Çizelge 4.30. Depolama süresince ekmeklerin TPA (sertlik, esneklik ve kohezif yapışkanlık) analiz sonuçları

Sertlik (g)							Örnek	
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	ort.	±SS
Kontrol	454,90	± 172,84	1088,14	± 35,40	1066,81	± 4,60	869,95	± 331,18
%0,5 MKS	530,88	± 272,83	967,56	± 82,47	1116,35	± 127,63	871,60	± 305,92
%1,0 MKS	337,02	± 27,35	1074,27	± 129,03	1008,79	± 122,56	806,69	± 373,76
%2,0 MKS	471,54	± 210,36	1273,76	± 152,69	1190,32	± 65,86	978,54	± 412,31
%4,0 MKS	642,14	± 176,14	981,23	± 88,61	1135,63	± 185,87	919,67	± 256,25
Depolama Ort.	487,29	± 176,34	1076,99	± 139,78	1103,58	± 109,71	889,29	± 321,18
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,350	p>0,05						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,491	p>0,05						
Esneklik							Örnek	
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	ort.	±SS
Kontrol	0,947	± 0,002	0,850	± 0,053	0,869	± 0,006	0,888	± 0,052
%0,5 MKS	0,942	± 0,040	0,875	± 0,011	0,873	± 0,005	0,897	± 0,040
%1,0 MKS	0,967	± 0,016	0,892	± 0,067	0,850	± 0,006	0,903	± 0,061
%2,0 MKS	0,933	± 0,015	0,898	± 0,008	0,885	± 0,008	0,905	± 0,024
%4,0 MKS	0,930	± 0,037	0,913	± 0,016	0,874	± 0,049	0,906	± 0,038
Depolama Ort.	0,944	± 0,024	0,885	± 0,037	0,870	± 0,021	0,900	± 0,042
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,840	p>0,05						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,560	p>0,05						
Kohezif yapışkanlık							Örnek	
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	ort.	±SS
Kontrol	0,778	± 0,001	0,557	± 0,010	0,540	± 0,001	0,625	± 0,119
%0,5 MKS	0,732	± 0,100	0,545	± 0,019	0,532	± 0,030	0,603	± 0,111
%1,0 MKS	0,765	± 0,027	0,555	± 0,016	0,521	± 0,020	0,614	± 0,119
%2,0 MKS	0,729	± 0,117	0,517	± 0,031	0,519	± 0,037	0,588	± 0,123
%4,0 MKS	0,689	± 0,043	0,576	± 0,087	0,557	± 0,018	0,607	± 0,078
Depolama Ort.	0,738	± 0,063	0,550	± 0,038	0,534	± 0,023	0,607	± 0,104
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,782	p>0,05						
Depolama (D)	0,000	***						
MKS x D	0,811	p>0,05						

Çizelge 4.31. Depolama süresince ekmeklerin TPA (sakızımsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet) analiz sonuçları

Sakızımsılık							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	352,24	± 133,37	599,65	± 36,90	574,20	± 1,72	508,69 ± 136,56
%0,5 MKS	369,42	± 143,19	527,91	± 63,18	590,36	± 38,25	495,90 ± 124,78
%1,0 MKS	242,58	± 9,79	595,20	± 86,96	518,24	± 40,04	452,01 ± 171,33
%2,0 MKS	330,46	± 97,96	656,57	± 33,86	619,99	± 76,82	535,67 ± 169,89
%4,0 MKS	437,82	± 93,06	561,51	± 37,91	614,51	± 63,85	537,94 ± 97,02
Depolama Ort.	346,50	± 103,58 b	588,17	± 61,38 a	583,46	± 54,18 a	506,04 ± 136,30
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,314	p>0,05					
Depolama (D)	0,000	***					
MKS x D	0,522	p>0,05					
Çiğnenebilirlik							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	334,48	± 133,37	506,19	± 36,90	499,05	± 1,72	446,57 ± 136,56
%0,5 MKS	345,28	± 143,19	463,38	± 63,18	518,21	± 38,25	442,29 ± 124,78
%1,0 MKS	234,31	± 9,79	533,57	± 86,96	441,25	± 40,04	403,04 ± 171,33
%2,0 MKS	307,03	± 97,96	594,22	± 33,86	549,23	± 76,82	483,49 ± 169,89
%4,0 MKS	408,90	± 93,06	511,88	± 37,91	541,98	± 63,85	487,59 ± 97,02
Depolama Ort.	326,00	± 103,58 b	521,85	± 61,38 a	509,94	± 54,18 a	452,60 ± 136,30
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,302	p>0,05					
Depolama (D)	0,000	***					
MKS x D	0,571	p>0,05					
Elastikiyet							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	0,402	± 0,004	0,249	± 0,001	0,233	± 0,008	0,295 ± 0,083
%0,5 MKS	0,358	± 0,043	0,245	± 0,022	0,235	± 0,003	0,279 ± 0,065
%1,0 MKS	0,396	± 0,016	0,246	± 0,023	0,225	± 0,023	0,289 ± 0,085
%2,0 MKS	0,364	± 0,093	0,227	± 0,022	0,225	± 0,029	0,272 ± 0,084
%4,0 MKS	0,337	± 0,030	0,249	± 0,032	0,248	± 0,004	0,278 ± 0,050
Depolama Ort.	0,371	± 0,044 a	0,243	± 0,019 b	0,233	± 0,016 b	0,282 ± 0,070
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,740	p>0,05					
Depolama (D)	0,000	***					
MKS x D	0,732	p>0,05					

MKS kullanımının ve iki faktörün interaksiyonunun sertlik, esneklik, kohezif yapışkanlık, sakızımsılık, çiğnenebilirlik ve elastikiyet üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi ($p>0,05$) olmadığı, depolamanın etkisinin ise istatistiksel olarak önemli ($p\leq 0,001$) olduğu belirlenmiştir. Depolama etkisi incelendiğinde sertlik, sakızımsılık ve çiğnenebilirlik değerlerinin depolama ile arttığı, 1. gün sertlik, sakızımsılık ve

çığnenebilirlik özelliklerinde en düşük değerlerin kontrol örneğine ait olduğu (sırasıyla 487,29 g, 346,50 ve 326,00) gözlenmektedir. Esneklik, kohezif yapışkanlık ve elastikiyet değerlerinin ise depolama ile azaldığı en yüksek değerlerin ise kontrol örneğine ait olduğu (sırasıyla 0,944, 0,738 ve 0,371) belirlenmiştir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda ise ilk aşamada depolamanın değer artış ve azalışın önemli olduğu ($p \leq 0,05$) ancak 3. gün sonrası değişimin istatistiksel olarak önemli olmadığı ($p > 0,05$) belirlenmiştir. Çizelge 4.32’de ve 4.33’te depolama süresince ekmeklerin duyu analizi (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı ile tadı, aroması, çığnenebilirliği ve genel beğeni) sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.32. Ekmeklerin duyu (dış görünüş, iç renk, gözenek yapısı) özellik değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Dış Görünüş							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,75	± 0,21	6,85	± 0,50	7,55	± 0,35	7,38 ± 0,51
%0,5 MKS	8,10	± 0,42	7,45	± 0,07	7,50	± 0,42	7,68 ± 0,42
%1,0 MKS	8,00	± 0,28	7,55	± 0,35	7,35	± 1,20	7,63 ± 0,65
%2,0 MKS	7,95	± 0,21	7,65	± 0,21	7,50	± 0,71	7,70 ± 0,40
%4,0 MKS	7,95	± 0,50	7,65	± 0,21	7,60	± 0,57	7,73 ± 0,39
Depolama Ort.	7,95	± 0,28	7,43	± 0,39	7,50	± 0,54	7,63 ± 0,47
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,742	p>0,05					
Depolama (D)	0,065	p>0,05					
MKS x D	0,946	p>0,05					
İç Renk							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,95	± 0,07	7,65	± 0,07	7,60	± 0,57	7,73 ± 0,31
%0,5 MKS	8,05	± 0,35	7,55	± 0,21	7,75	± 0,35	7,78 ± 0,33
%1,0 MKS	8,10	± 0,00	7,65	± 0,21	7,50	± 0,42	7,75 ± 0,35
%2,0 MKS	8,15	± 0,07	7,45	± 0,21	7,65	± 0,21	7,75 ± 0,35
%4,0 MKS	8,20	± 0,14	7,40	± 0,28	7,75	± 0,35	7,78 ± 0,42
Depolama Ort.	8,09	± 0,16	7,54	± 0,19	7,65	± 0,31	7,76 ± 0,33
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,997	p>0,05					
Depolama (D)	0,001	***					
MKS x D	0,897	p>0,05					
Gözenek Yapısı							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,15	± 0,35	6,85	± 0,50	6,45	± 1,34	6,82 ± 0,73
%0,5 MKS	7,15	± 0,50	7,45	± 0,35	6,65	± 1,34	7,08 ± 0,75
%1,0 MKS	7,40	± 0,00	7,55	± 0,21	6,65	± 0,50	7,20 ± 0,49
%2,0 MKS	7,60	± 0,28	7,35	± 0,21	6,85	± 0,78	7,27 ± 0,51
%4,0 MKS	7,05	± 0,50	7,00	± 0,00	7,25	± 0,07	7,10 ± 0,25
Depolama Ort.	7,27	± 0,35	7,24	± 0,36	6,77	± 0,76	7,09 ± 0,56
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,755	p>0,05					
Depolama (D)	0,157	p>0,05					
MKS x D	0,912	p>0,05					

Çizelge 4.33. Ekmeklerin duyuşal (tadı, aroması, çiğnenebilirliği ve beğeni durumu) özellik değerlerinin depolama süresine bağlı değişimi

Tadı							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,45	± 0,21	6,85	± 0,78	6,70	± 0,14	7,00 ± 0,51
%0,5 MKS	7,60	± 0,28	7,10	± 0,14	5,85	± 0,92	6,85 ± 0,92
%1,0 MKS	7,80	± 0,00	6,85	± 0,21	6,70	± 0,42	7,12 ± 0,57
%2,0 MKS	7,85	± 0,35	6,85	± 0,78	6,55	± 0,07	7,08 ± 0,72
%4,0 MKS	7,85	± 0,50	7,00	± 1,13	6,80	± 0,28	7,22 ± 0,75
Depolama Ort.	7,71	± 0,29 a	6,93	± 0,54 b	6,52	± 0,51 b	7,05 ± 0,67
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,800	p>0,05					
Depolama (D)	0,001	***					
MKS x D	0,912	p>0,05					
Aroması							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,35	± 0,35	7,05	± 0,78	6,70	± 0,42	7,03 ± 0,52
%0,5 MKS	7,50	± 0,42	6,95	± 0,35	5,95	± 0,78	6,80 ± 0,82
%1,0 MKS	7,70	± 0,14	6,85	± 0,78	6,60	± 0,28	7,05 ± 0,64
%2,0 MKS	7,60	± 0,28	6,65	± 1,34	6,65	± 0,07	6,97 ± 0,79
%4,0 MKS	7,75	± 0,50	6,75	± 1,48	6,90	± 0,14	7,13 ± 0,85
Depolama Ort.	7,58	± 0,31 a	6,85	± 0,78 b	6,56	± 0,46 b	7,00 ± 0,69
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,800	p>0,05					
Depolama (D)	0,001	**					
MKS x D	0,845	p>0,05					
Çiğnenebilirliği							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,00	± 0,42	6,95	± 0,64	6,25	± 0,35	6,73 ± 0,53
%0,5 MKS	7,30	± 0,42	7,10	± 0,14	6,15	± 0,21	6,85 ± 0,59
%1,0 MKS	7,25	± 0,21	6,55	± 0,21	6,45	± 0,07	6,75 ± 0,41
%2,0 MKS	7,75	± 0,64	6,50	± 0,99	6,30	± 0,14	6,85 ± 0,88
%4,0 MKS	7,50	± 0,85	6,80	± 1,13	6,50	± 0,42	6,93 ± 0,80
Depolama Ort.	7,36	± 0,49 a	6,78	± 0,60 b	6,33	± 0,25 b	6,82 ± 0,62
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,932	p>0,05					
Depolama (D)	0,012	*					
MKS x D	0,959	p>0,05					
Genel beğeni							
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort. ±SS
Kontrol	7,40	± 0,28	6,95	± 0,64	6,45	± 0,07	6,93 ± 0,53
%0,5 MKS	7,65	± 0,64	7,00	± 0,28	6,05	± 0,35	6,90 ± 0,80
%1,0 MKS	7,60	± 0,14	7,05	± 0,35	6,40	± 0,28	7,02 ± 0,58
%2,0 MKS	7,85	± 0,21	6,60	± 0,57	6,55	± 0,07	7,00 ± 0,71
%4,0 MKS	7,75	± 0,64	6,70	± 0,71	6,65	± 0,21	7,03 ± 0,71
Depolama Ort.	7,65	± 0,36 a	6,86	± 0,44 b	6,42	± 0,27 c	6,98 ± 0,63
Önem Düzeyi (p)							
MKS oranı (MKS)	0,969	p>0,05					
Depolama (D)	0,003	**					
MKS x D	0,858	p>0,05					

Duyusal analiz sonuçları değerlendirildiğinde dış görünüş değerlerinin 6,85-8,10, iç renk değerlerinin 7,40-8,20, gözenek yapısı değerlerinin 6,45-7,60, tat değerlerinin 5,85-7,85, aroma değerlerinin 5,95-7,75, çiğnenebilirlik değerlerinin 6,5-7,75, genel beğeni değerlerinin 6,05-7,85 aralığında değiştiği belirlenmiştir.

MKS kullanımının, depolamanın ve iki faktörün (MKS x D) interaksiyonunun duyusal analiz parametrelerinden dış görünüş ve gözenek yapısı üzerine etkisinin istatistiksel anlamda önemli olmadığı ($p>0,05$) belirlenmiştir.

MKS kullanımının ve iki faktörün interaksiyonunun duyusal analiz parametrelerinden iç renk, tat, aroma, çiğnenebilirlik ve genel beğeni durumu değerleri üzerine istatistiksel anlamda önemli etkisi olmadığı ($p>0,05$), depolamanın etkisinin ise istatistiksel olarak önemli olduğu ($p\leq 0,05$) belirlenmiştir. Depolama etkisi incelendiğinde duyusal analiz parametrelerinden iç renk, tat, aroma, çiğnenebilirlik ve genel beğeni durumu değerlerinin depolama ile azaldığı, her bir parametre için en yüksek değerlerin 1. gün örnekleri ortalama değerine ait olduğu (sırasıyla 8,09, 7,71, 7,58, 7,36, 7,65) gözlenmektedir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda ise 3. güne kadar depolama süresince değer azalışının önemli olduğu ($p\leq 0,05$) ancak 3. gün sonrası değişimin istatistiksel olarak önemli olmadığı ($p>0,05$) belirlenmiştir.

Ekmek üretiminde MKS kullanımının depolama sırasında ekmeğin termal davranışına etkisinin incelenmesi amacıyla DSC analizi gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.34'te depolanan ekmeklerde DSC analizi sonucu elde edilen T_g (°C) ve entalpi değerleri (ΔH) (J/g) verilmiştir. Elde edilen termogramlar incelendiğinde termal geçiş sıcaklık değerlerinin (T_g) 58,5-65,16 °C, ΔH değerlerinin ise 0,197-0,376 J/g aralığında değişim gösterdiği gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.34. DSC analizi sonucu elde edilen Tg (°C) ve ΔH (j/g) değerleri

Tg (°C)								
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	60,59	± 0,36	63,86	± 0,33	63,87	± 1,10	62,77	± 1,77
%0,5 MKS	59,96	± 1,68	63,77	± 0,71	61,31	± 1,28	61,68	± 1,99
%1,0 MKS	60,42	± 0,71	62,22	± 0,37	65,16	± 2,11	62,60	± 2,37
%2,0 MKS	58,35	± 1,93	62,80	± 0,30	62,63	± 3,84	61,26	± 2,97
%4,0 MKS	61,02	± 1,08	61,52	± 1,36	61,44	± 0,47	61,32	± 0,84
Depolama Ort.	60,06	± 1,37	62,83	± 1,09	62,88	± 2,21	61,92	± 2,06
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,291	p>0,05						
Depolama (D)	0,001	**						
MKS x D	0,251	p>0,05						
ΔH (j/g)								
Örnek	1.gün	± SS	3.gün	± SS	7.gün	± SS	Örnek ort.	±SS
Kontrol	0,210	± 0,021	0,251	± 0,005	0,376	± 0,074	0,279	± 0,085
%0,5 MKS	0,247	± 0,016	0,309	± 0,031	0,248	± 0,129	0,268	± 0,068
%1,0 MKS	0,231	± 0,129	0,277	± 0,002	0,299	± 0,045	0,269	± 0,068
%2,0 MKS	0,197	± 0,031	0,312	± 0,001	0,325	± 0,103	0,278	± 0,079
%4,0 MKS	0,231	± 0,001	0,256	± 0,059	0,337	± 0,023	0,275	± 0,057
Depolama Ort.	0,223	± 0,049	0,281	± 0,035	0,317	± 0,077	0,274	± 0,067
Önem Düzeyi (p)								
MKS oranı (MKS)	0,997	p>0,05						
Depolama (D)	0,014	**						
MKS x D	0,555	p>0,05						

Depolama etkisi incelendiğinde Tg (°C) ve ΔH (j/g) değerlerinin depolama ile arttığı, en düşük değerlerin 1. gün örnekleri ortalama değerine ait olduğu (sırasıyla 60,06 ve 0,223) gözlenmektedir. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonucunda ise 3. güne kadar depolama süresince Tg (°C) değer artışının önemli olduğu (p≤0,05) ancak 3. gün sonrası değişimin istatistiksel olarak önemli olmadığı (p>0,05) belirlenmiştir.

5. SONUÇLAR

Bitkilerin iskelet bileşeni olan selüloz, doğada yüksek miktarda bulunan bir hammaddedir. Selülozun asit ya da enzimle hidrolize edilmesi ve bu işlem ile içeriğindeki amorf yapının uzaklaştırılması sonucunda kristal yapıdaki materyal elde edilmektedir. Selülozun hidrolizi ile elde edilen bu kristal yapıya MKS adı verilmekte ve sahip olduğu önemli özellikler nedeniyle çeşitli sanayi dallarında kullanılmaktadır. Endüstride MKS elde edilmesinde kullanılan başlıca hammaddeler, ağaç lifi ve pamuk lifidir. Bunlarla birlikte literatürde odun menşeli olmayan zirai atıkların da kaynak olarak kullanım potansiyelini araştıran birçok çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalarda farklı kaynaklardan MKS elde edilmesinin mümkün olduğu ancak elde edilen ürünün bazı kalite özelliklerinde farklılıklar oluşabildiği rapor edilmektedir. Ancak elde edilen MKS'nin karakteristik özelliklerinin incelendiği birçok çalışma mevcut iken, gıda katkı maddesi olarak kullanılması için gerekli yasal koşullara uygunluğunun araştırıldığı çalışmaların oldukça sınırlı olduğu gözlemlenmiştir.

Eczacılık sektöründe daha yaygın olarak kullanılmasının yanında, MKS gıda endüstrisinde de birçok alanda gıdaların kalite özelliklerini geliştirmek için kullanılmaktadır. Et ürünlerinde (sis, dana köftesi), fırın ürünlerinde (ekmek, kek vb.), emülsiyon bazlı ürünlerde yağ ikame maddesi olarak; içecekler için süspansiyon maddesi ve emülsiyonlar ile süspansiyonlar için koyulaştırıcı madde olarak kullanılmaktadır. Katkılandığı ürünlerde MKS'nin varlığı, daha iyi tekstürel, duysal ve organoleptik özellikler için nihai ürünün mekanik ve reolojik özelliklerini etkilemekle kalmamakta, aynı zamanda kalori seviyelerinin düşürülmesini de sağlamaktadır. MKS'nin yiyecek ve içeceklerde sayısız uygulaması olsa da endüstriyel tüketimi söz konusu olduğunda farmasötik kullanımı ilk sırayı alır.

Bir tarım atığı olan muz gövde lifinin kaynak olarak kullanıldığı bu çalışmada asit hidrolizi ile MKS üretim koşullarının optimizasyonu ve ticari bir ürün ile karşılaştırılması gerçekleştirilmiş ve M-MKS'nin kekte katkı maddesi olarak değerlendirilme imkanları araştırılmıştır. Çalışma kapsamında hammadde olarak kullanılan muz gövde lifinin %92,69 KM içeriğine sahip olduğu, muz gövde lifi partikül boyut dağılımı incelendiğinde boyut dağılımı aralığının 2,5-2000 µm arasında olduğu, %11 lignin, %66,09 holoselüloz, %42,29 α-selüloz ve %23,80 hemiselüloz içerdiği belirlenmiştir.

Optimizasyon çalışmasıyla elde edilen verilerin değerlendirilmesi sonucu belirlenen MKS üretimi asit hidrolizi için optimum üretim koşulları, öğütülmüş muz lifine 1/25 (materyal/asit çözeltisi) oranında 2,06 M HCl çözeltisi eklenmesi, 80 °C'de su banyosunda 75 dk muamele edilmesi olarak belirlenmiştir. TKG'de belirtilen analizlerin gerçekleştirilmesi ile, optimizasyon sonucu elde edilen yöntemle üretilen MKS (M-MKS)'nin TKG'de belirtilen özelliklere sahip olduğu belirlenmiştir. Yapılan çalışmalar sırasında elde edilen optimum yöntemle üretilen MKS'nin mevzuata uygun olduğu karakteristik özellikler açısından T-MKS ile yüksek benzerliğe sahip olduğu genel olarak gözlenmiştir. Ancak elde edilen MKS'nin PD daha düşük olmasına rağmen kristallik indeksinin düşük olduğu bunun ise hammadde olarak kullandığımız muz lifinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Karakteristik özellikleri incelendiğinde; T-MKS ve M-MKS'nin, polimerizasyon derecelerinin (PD) sırasıyla 390,90 ve 197,30 olduğu, örneklerin taramalı elektron

mikroskobu (SEM) görüntülerinde M-MKS örneğinin T-MKS'ye göre daha fazla lifli yapıya sahip olduğu gözlenmiştir. Kristallik indeksi (CrI) değerlerinin sırasıyla %76,28 ve 74,39 olduğu, M-MKS'nin kristallik değerinin daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) spektrumları incelendiğinde özelliklerin benzer özellikler gösterdiği gözlemlenmiştir. Isıl davranış özellikleri incelendiğinde ise MKS örneklerinde selüloz ayrışmasının 315 °C'de başladığı ve 400 °C'ye kadar devam ettiği, maksimum ağırlık kaybı hızına 355 °C'de ulaşıldığı gözlemlenmiştir.

Elde edilen MKS'nin akışkanlığının düşük olduğu gözlenmiştir ve bu durumun kristallik indeksi değeri düşük ve lifsi yapıda olmasından kaynaklandığı öngörülmektedir. Literatürde selüloz kaynağı kristallik indeksi ve MKS'nin arasındaki farkın yaklaşık %15 oranında olduğu belirtilmiştir. Bu durum ise üretim için kullanılan hammaddenin MKS'nin düşük kristallik indeksi değerine sahip olmasına yol açabileceği öngörülmektedir. Ek olarak asit muamele uygulama koşullarının da bu özellik üzerine etki etme ihtimali de bulunmaktadır. Bunlarla birlikte aynı koşullar kullanılarak yüksek selüloz içeriğine sahip farklı kaynaklar kullanılması ile daha yüksek verime ve daha yüksek kristallik indeksi değerine sahip MKS elde edebilir. Bu olasılıklar dikkate alınarak gelecekte gerçekleştirilecek çalışmaların mevzuata uygunlukları yanında kristallik indeksi değeri de dikkate alınarak geliştirilebileceği düşünülmektedir.

Tez çalışması kapsamında kekte yapılan çalışmalar iki aşamadan oluşmaktadır. Öncelikle T-MKS kullanılarak kontrol kek formülasyonu yağ içeriğinin %15, 20, 25, 30 ve 50 oranlarında MKS ile ikame edilerek kullanımının kek üzerine etkileri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar dikkate alındığında; duyu analizin beğeni durumu değerleri ile tekstür analizinin çiğnenebilirlik değerleri incelendiğinde, kontrol örneğinden önemli farklılık göstermeyen ($p>0,05$) en yüksek MKS oranına sahip M25 kek formülasyonu; MKS kullanımının kek özellikleri ve raf ömrü üzerine etkisinin belirlenmesi için seçilmiştir. Kekte raf ömrüne MKS kullanımının etkisinin belirlenmesi amacıyla, M25 kek formülasyonuna T-MKS (T-M25) ve M-MKS (M-M25) eklenerek kek üretimleri gerçekleştirilmiş ve ayrıca yağ ikamesi (MKS) içermeyen (kontrol) kek üretimi yapılmıştır. Üretilen kekler modifiye atmosferde paketlenmiş, 28 gün boyunca sıcaklığı takip edilerek depolanmıştır. Depolama boyunca keklerin fiziksel, kimyasal, organoleptik özellikleri değerlendirilmiştir. Kek depolanması süresince, MKS'nin yağ ikamesi olarak kullanımı ile kek formülasyonunda yağ miktarı azalması sonucunda yağ bozulmalarını olumlu yönde etkilediği ancak formülasyonda katı madde miktarının artması ve yağ azalmasıyla kek sertliğinin ilk aşamadan itibaren yüksek olduğu ve depolama süresince de yüksek değerlerde seyrettiği gözlemlenmiştir. Kekte yağ miktarının azaltılmasının depolama sırasında kek kalitesine olumlu etkisi olduğu belirlenmiş ve sindirilemez lif oranının artırılması sağlanmıştır.

Ekmekte yapılan çalışmalarda ise T-MKS kullanılarak, MKS kullanımının ekmek kalite ve bayatlama özelliklerine etkisi incelenmiştir. Yapı düzenleyici olarak MKS kullanımının, farinograf analizleri sonucunda gözlenmiş ancak ihtiyaç duyulan ekmek hamuru yoğurulması sırasında MKS kullanımının su ihtiyacını arttırdığı ancak kullanılan oranlarda ekmek kalite ve bayatlama özellikleri üzerine etkisinin önemli olmadığı belirlenmiştir.

Yapılan çalışmalar değerlendirildiğinde mevcut tarım atığı olan muz gövdesinin MKS üretimi için kullanılabileceği ancak farklı kaynaklar denenerek ürün kalitesini arttırmaya yönelik çalışmalar yapılabileceği düşünülmektedir. MKS'nin keklerde yağ ikamesi olarak kullanımının uygun olduğu bazı kalite kaybı yaşanmasına rağmen depolama üzerine olumlu etkiye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Kekte yağ miktarını azaltılması ve lif içeriğini de arttırması nedeniyle sağlıklı bir ürün alternatifi sunarak bu amaçla kullanıma uygun olduğu gözlemlenmiştir. Bu aşamada üretilen MKS'nin kristallik indeksi düşük olması dolayısıyla da akışkanlığın düşük olması sonucu bazı kalite özelliklerinin aynı olmadığı ancak yakın özelliklere sahip olmasıyla kullanılabileceği düşünülmektedir. Bu sorunun giderilmesi amacıyla daha yüksek kristallik indeksi değerine sahip tarım atıkları kullanılabilir. Ekmekte ise yapılan çalışmalar sonucunda MKS'nin bayatlama üzerine etkisini olmadığı gözlenmiştir ancak MKS içeren ekmeğin lif içeriğinin ve su içeriğinin artması ile enerji değerinin düşürmesi ve kalite kaybı olmaması nedeniyle sağlıklı bir ürün alternatifi olarak önerilebilir.

Yapılan çalışma sonucunda T-MKS'ye fonksiyonel açıdan eş değerde ve benzer saflık değerine sahip bir ürün elde edilmiştir. Ayrıca MKS üretiminde tarım atığı olan muz lifinin kullanımı için yöntem geliştirilmesi, bu atık için alternatif bir alan oluşturmaktadır. Sonuçta ülkemizde mevcut bir tarımsal atıktan yüksek katma değere sahip ürün elde edilmiş olup bu ürünün endüstriyel üretiminin yaygınlaşmasıyla da ekonomik ve sağlıklı bir katkı maddesi alternatifi kazandırılmış olacaktır.

6. KAYNAKLAR

- AACC. 2003a. Approved Methods of Analysis, 11th Ed. "Method 10-05: 1-4. Guidelines for Measurement of Volume by Rapeseed Displacement." Approved (17) (10), (2001). AACC International, St. Paul, MN, U.S.A. <http://methods.aaccnet.org/methods/10-05.pdf> [Son erişim tarihi: 22.02.2019].
- AACC. 2003b. Approved Methods of Analysis, 11th Ed. "Method 10-91:1-1. Use of Layer Cake Measuring Template." Approved (03) (11), (1999). AACC International, St. Paul, MN, U.S.A. <http://methods.aaccnet.org/methods/10-91.pdf> [Son erişim tarihi: 22.02.2019].
- Adel, A. M., Abd El-Wahab, Z. H., Ibrahim, A. A., and Al-Shemy, M. T. 2011. Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part II: Physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, 83(2): 676–687.
- Adel, A. M., El-Wahab, Z. H. A., Ibrahim, A. A., and Al-Shemy, M. T. 2010. Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part I. Acid catalyzed hydrolysis. *Bioresource Technology*, 101(12): 4446–4455.
- Adel, A. M., ve El-Shinnawy, N. A. 2012. Hypolipidemic applications of microcrystalline cellulose composite synthesized from different agricultural residues. *International journal of biological macromolecules*, 51(5): 1091-1102.
- Afifah, F., Kuthi, A., Rabbi'atul, N., Norzali, A., and Haji Badri, K. 2016. Thermal Characteristics Of Microcrystalline Cellulose From Oil Palm Biomass. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 20(5): 1112–1122.
- Agblevor, F. A., Ibrahim, M. M., and El-Zawawy, W. K. 2007. Coupled acid and enzyme mediated production of microcrystalline cellulose from corn cob and cotton gin waste. *Cellulose*, 14(3): 247–256.
- Akatwijuka, O., Gepreel, M. A. H., Abdel-Mawgood, A., Yamamoto, M., Saito, Y., & Hassanin, A. H. 2022. Overview of banana cellulosic fibers: agro-biomass potential, fiber extraction, properties, and sustainable applications. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1:1–17.
- Akhabue, C. E., and Osubor, N. T. 2017. Optimization of extraction of microcrystalline cellulose from orange peel waste using response surface methodology. *Ife Journal of Science*, 19(2): 227–235.
- Anderson, S. R., Esposito, D., Gillette, W., Zhu, J. Y., Baxa, U., and Mcneil, S. E. 2014. Enzymatic preparation of nanocrystalline and microcrystalline cellulose. *Tappi Journal*, 13(5): 35–42.

- AOAC, 2005a. Official Methods of Analysis of AOAC, international 18th Ed. Method 41.1.16. Peroxide value of oils and fats. Titration method. AOAC Official Method 965.33. ch41, p.12-13.
- AOAC, 2005b. Official Methods of Analysis of AOAC, international 18th Ed. Method 41.1.21. Fatty acids (free) in crude and refined oils. Titration method. AOAC Official Method 940.28. ch41, p.11-12.
- Audu-Peter, J. D., Ojile, J. E., and Bhatia, P. G. 2005. Physicochemical and powder properties of alpha- and microcrystalline-cellulose derived from maize cobs. *Journal of Pharmacy and Bioresources*, 1(1): 41–45.
- Azubuiké, C., Odulaja, O., and Okhamafe, A. 2012a. Physicotechnical, spectroscopic and thermogravimetric properties of powdered cellulose and microcrystalline cellulose derived from groundnut shells. *International Pharmaceutical Excipients Council*, 3(3): 106–115.
- Azubuiké, C., Silva, B., and Okhamafe, A. 2012b. Pharmacopoeial and physicochemical properties of a-cellulose and microcrystalline cellulose powders derived from cornstalks. *International Journal of Green Pharmacy*, 6(3): 193–193.
- Baltacıoğlu, C., ve Uyar, M. 2017. Kabak (*Cucubita pepo* L.) Tozunun Kek Üretiminde Potansiyel Kullanımı ve Kek Kalite Parametrelerine Etkisi. *Akademik Gıda*, 15(3): 274–280.
- Bennion, E. B., Bamford, G. S., & Bent, A. J. 1997. Cake-making processes. In A. J. Bent (Ed.), *The Technology of Cake Making* (Sixth edition). Springer-Science+Business media, B.V. pp. 251–274.
- Carrier, M., Loppinet-Serani, A., Denux, D., Lasnier, J.-M., Ham-Pichavant, F., Cansell, F., and Aymonier, C. 2011. Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic composition of biomass. *Biomass and Bioenergy*, 35(1): 298–307.
- Chowdhury, A., Rana, A. A., and Rashid, M. A. 2015. Synthesis of microcrystalline cellulose from pretreated cotton obtained from *Bombax ceiba* L. and its characterization View project. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 50(3): 199–204.
- Chowdhury, Z. Z., Bee, S., and Hamid, A. 2016. Preparation and Characterization of Nanocrystalline Cellulose using Ultrasonication Combined with a Microwave-assisted Pretreatment Process. *BioResources*, 11(2): 3397–3415.
- Correa, M. J., and Ferrero, C. 2015. A Comparative Study of Commercial Modified Celluloses as Bread Making Additives. *International Journal of Food Properties*, 18(4):849–861.
- Das, K., Ray, D., Bandyopadhyay, N. R., and Sengupta, S. 2010. Study of the Properties of Microcrystalline Cellulose Particles from Different Renewable Resources by

- XRD, FTIR, Nanoindentation, TGA and SEM. *Journal of Polymers and the Environment*, 18(3): 355–363.
- Das, K., Ray, D., Bandyopadhyay, N. R., Ghosh, T., Mohanty, A. K., and Misra, M. 2009. A study of the mechanical, thermal and morphological properties of microcrystalline cellulose particles prepared from cotton slivers using different acid concentrations. *Cellulose*, 16(5): 783–793.
- Deepa, B., Abraham, E., Cherian, B. M., Bismarck, A., Blaker, J. J., Pothan, L. A., Leao, A. L., de Souza, S. F., and Kottaisamy, M. 2011. Structure, morphology and thermal characteristics of banana nano fibers obtained by steam explosion. *Bioresource Technology*, 102(2): 1988–1997.
- Dhakshinamoorthy, S., Mariama, K., Elsen, A., and De Waele, D. 2014. Phenols and lignin are involved in the defence response of banana (*Musa*) plants to *Radopholus similis* infection. *Nematology*, 16(5): 565–576.
- Elanthikkal, S., Gopalakrishnapanicker, U., Varghese, S., and Guthrie, J. T. 2010. Cellulose microfibrils produced from banana plant wastes: Isolation and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 80(3): 852–859.
- Elgün, A., Certel, M., Ertugay, Z. ve Kotancılar, H.G. 2012. Tahıl ve ürünlerinde analitik kalite kontrolü ve laboratuvar uygulama kılavuzu (Dördüncü baskı). Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 270 s.
- El-Sakhawy, M., and Hassan, M. L. 2007. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues. *Carbohydrate Polymers*, 67(1): 1–10.
- Gamble, J. F., Chiu, W. S., and Tobyn, M. 2011. Investigation into the impact of sub-populations of agglomerates on the particle size distribution and flow properties of conventional microcrystalline cellulose grades. *Pharmaceutical development and technology*, 16(5): 542–548.
- Gaonkar, S. M., and Kulkarni, P. R. 1986. Microcrystalline cellulose from water hyacinth. *Acta Polymerica*, 37(3): 189–190.
- Gökalp, H. Y., Certel, M., ve Nas, S. 2002. Biyokimya 1 Temel yapılar ve kavramlar. 3. Baskı. Pamukkale Üniversitesi, Denizli, 400 s.
- Haafiz, M. K. M., Eichhorn, S. J., Hassan, A., and Jawaid, M. 2013. Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from oil palm biomass residue. *Carbohydrate Polymers*, 93(2): 628–634.
- Habibi, Y., A. Lucia, L., and J. Rojas, O. 2010. Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications. *Chemical Reviews*, 110(6): 3479–3500.
- Hassan, T. M., Hossain, M. S., Kassim, M. H. M., Ibrahim, M., Rawi, N. F. M., and Hussin, M. H. 2020. Optimizing the Acid Hydrolysis Process for the Isolation of

- Microcrystalline Cellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunches Using Response Surface Methods. *Waste and Biomass Valorization*, 11(6), 2755–2770.
- Ibrahim, M. and. El-Zawawy, W. K. 2007. Production of microcrystalline cellulose from tropical agricultural residues. The 29th Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals, p. 6–32. National Renewable Energy Laboratory, April 29-May 2, Denver, Colombia.
- Ibrahim, M. M., Agblevor, F. A., and El-Zawawy, W. K. 2010. Isolation and characterization of cellulose and lignin from steam-exploded lignocellulosic biomass. *BioResources*, 5(1): 397–418.
- Ibrahim, M. M., El-Zawawy, W. K., Jüttke, Y., Koschella, A., and Heinze, T. 2013. Cellulose and microcrystalline cellulose from rice straw and banana plant waste: preparation and characterization. *Cellulose*, 20(5): 2403–2416.
- Ibrahim, M. I., Abd El-Ghany, M. E., and Ammar, M. S. 2013. Effect of Clove Essential Oil as Antioxidant and Antimicrobial Agent on Cake Shelf Life. *World Journal of Dairy and Food Sciences*, 8(2): 140–146.
- Ilindra, A., and Dhake, J. D. 2008. Microcrystalline cellulose from bagasse and rice straw. *Indian Journal of Chemistry*, 15(5): 497-499.
- Imeson, A. 2010. Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents. In Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents. Blackwell Publishing Ltd. pp. 218–235.
- Imeson, A. P., and Humphreys, W. 1997. Microcrystalline cellulose. In A. Imeson (Ed.), *Thickening and Gelling Agents for Food*. Springer US. pp. 180–198.
- Jahan, M. S., Saeed, A., He, Z., and Ni, Y. 2011. Jute as raw material for the preparation of microcrystalline cellulose. *Cellulose*, 18(2): 451–459.
- Jianan, C., Shaoqiong, Y., and Jinyue, R. 1996. A Study on the Preparation, Structure, and Properties of Microcrystalline Cellulose. *Journal of Macromolecular Science, Part A*, 33(12): 1851–1862.
- Jinbao, L., Huiling, D., Huijuan, X., Meiyun, Z., Reddy, K. S., Xuefei, Z., and Yun, J. 2016. Extraction, separation and refining of microcrystalline cellulose from wheat straw using various pretreatments. *International Journal of Agricultural and Biological Engineering*, 9(2): 137–145.
- Kalashnikova, I., Bizot, H., Cathala, B., and Capron, I. 2011. New pickering emulsions stabilized by bacterial cellulose nanocrystals. *Langmuir*, 27(12): 7471–7479.
- Kale, R. D., Bansal, P. S., and Gorade, V. G. 2018. Extraction of Microcrystalline Cellulose from Cotton Sliver and Its Comparison with Commercial Microcrystalline Cellulose. *Journal of Polymers and the Environment*, 26(1): 355–364.
- Kalita, R. D., Nath, Y., Ochubiojo, M. E., and Buragohain, A. K. 2013. Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from fodder grass; *Setaria glauca* (L)

- P. Beauv, and its potential as a drug delivery vehicle for isoniazid, a first line antituberculosis drug. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 108: 85–89.
- Keshk, S. M. A. S., & Haija, M. A. 2011. A new method for producing microcrystalline cellulose from *Gluconacetobacter xylinus* and kenaf. *Carbohydrate Polymers*, 84(4): 301–1305.
- Klemm, D., Heublein, B., Fink, H.-P., and Bohn, A. 2005. Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. *Angewandte Chemie International Edition*, 44(22): 3358–3393.
- Leppänen, K., Andersson, S., Torkkeli, M., Knaapila, M., Kotelnikova, N., and Serimaa, R. 2009. Structure of cellulose and microcrystalline cellulose from various wood species, cotton and flax studied by X-ray scattering. *Cellulose*, 16(6): 999–1015.
- Li, J., Zhang, X., Zhang, M., Xiu, H., and He, H. 2014. Optimization of Selective Acid Hydrolysis of Cellulose for Microcrystalline Cellulose using FeCl₃. *BioResources*, 9(1): 1334–1345.
- Lin, S. P., Loira Calvar, I., Catchmark, J. M., Liu, J. R., Demirci, A., and Cheng, K. C. 2013. Biosynthesis, production and applications of bacterial cellulose. *Cellulose* 20(5): 2191–2219.
- Liu, Y., Liu, A., Ibrahim, S. A., Yang, H., and Huang, W. 2018. Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from pomelo peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111: 717–721.
- Merci, A., Urbano, A., Grossmann, M. V. E., Tischer, C. A., and Mali, S. 2015. Properties of microcrystalline cellulose extracted from soybean hulls by reactive extrusion. *Food Research International*, 73: 38–43.
- Nsor-Atindana, J., Chen, M., Goff, H. D., Zhong, F., Sharif, H. R., and Li, Y. 2017. Functionality and nutritional aspects of microcrystalline cellulose in food. *Carbohydrate Polymers*, 172: 159–174.
- Nwadiogb, J. O., Igwe, A. A., Okoye, H. N., and C.C, C. 2015. Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from mango kernel: A waste management approach. *Scholars Research Library Der Pharma Chemica* 7(11): 1-7.
- Ohwoavworhwa, F. O., Adelakun, T. A., and Okhamafe, A. O. 2009. Processing pharmaceutical grade microcrystalline cellulose from groundnut husk: Extraction methods and characterization. *International Journal of Green Pharmacy (IJGP)*, 3(2): 97-104.
- Ohwoavworhwa, F. O., and Okhamafe, A. O. 2004. Microcrystalline cellulose obtained from corn stalk as a potential pharmaceutical excipient, extraction and characterization.pdf. *Journal of Phytomedicine and Therapeutics*, 9: 7–14.

- Ohwoavworhwa, F., and Adelakun, T. 2010. Non-wood fibre production of microcrystalline cellulose from *Sorghum caudatum*: Characterisation and tableting properties. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 72(3): 295.
- Okorie, O., and Ibezim, C. N. E. 2010. Processing and Evaluation of Microcrystalline Cellulose Obtained from the Tender Shoot of *Bambosa vulgaris*. *Journal of Pharmaceutical Research*, 9(4): 162.
- Okwonna, O. O. 2013. The effect of pulping concentration treatment on the properties of microcrystalline cellulose powder obtained from waste paper. *Carbohydrate Polymers*, 98(1): 721-725.
- Oliveira, R. L. de, Barud, H. da S., Assuncao, R. M. N. de, Meireles, C. da S., Carvalho, G. O., Filho, G. R., Messaddeq, Y., and Ribeiro, S. J. L. 2011. Synthesis and characterization of microcrystalline cellulose produced from bacterial cellulose. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 106(3): 703–710.
- Oluwasina, O. O., Lajide, L., and Owolabi, B. 2014. Microcrystalline Cellulose from Plant Wastes through Sodium Hydroxide-Anthraquinone-Ethanol Pulping. *BioResources*, 9(4): 6166–6192.
- Oyeniya, Y. J., and Itiola, O. A. 2012. The physicochemical characteristic of microcrystalline cellulose, derived from sawdust, agricultural waste products. *International Journal of Pharmaceutics*, 4(1): 197-200.
- Parakilar, K. M., and Bhatawdekar, S. P. 1988. Microcrystalline cellulose from Bagasse pulp. *Biological Wastes*, 24(1): 75–77.
- Pegg, R. B. 2001. Spectrophotometric Measurement of Secondary Lipid Oxidation Products. *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*, 1(1): D2.4.1-D2.4.18.
- Phillips, G. O., and Williams, P. A. 2009. Microcrystalline cellulose. In G. O. Phillips and P. A. Williams (Eds.), *Handbook of Hydrocolloids*. CRC Press. p. 944.
- Ramlı, M. S. B. 2015. Microcrystalline cellulose from biomass-palm oil frond. PHD thesis, Universiti Malaysia Pahang, Pahang, Malaysia, p.16.
- Rånby, B. G. 1951. Fibrous macromolecular systems. Cellulose and muscle. The colloidal properties of cellulose micelles. *Discussions of the Faraday Society*, 11(0): 158–164.
- Sainorudin, M. H., Mohammad, M., Kadir, N. H. A., Abdullah, N. A., and Yaakob, Z. 2018. Characterization of Several Microcrystalline Cellulose (MCC)-Based Agricultural Wastes via X-Ray Diffraction Method. *Solid State Phenomena*, 280: 340–345.
- Sakurada, I., Nukushina, Y., and Ito, T. 1962. Experimental determination of the elastic modulus of crystalline regions in oriented polymers. *Journal of Polymer Science*, 57(165):651–660.

- Sarkar, S., Liew, C. V., Soh, J. L. P., Heng, P. W. S., and Wong, T. W. 2017. Microcrystalline Cellulose: An Overview. In C. H. Chia, C. H. Chan, and S. Thomas (Eds.), *Functional Polymeric Composites, Macro to Nanoscales*. Apple Academic Press. pp. 55–74.
- Segal, L., Creely, J. J., Martin, A. E., and Conrad, C. M. 1959. opportunity for new developments in all phases of textile manufacturing. Literature Cited An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal*, 29(10): 786–794.
- Shanmugam, N., Nagarkar, R. D., & Manisha, K. 2015. Microcrystalline cellulose powder from banana pseudostem fibres using bio-chemical route. *Indian Journal of Natural Products and Resources*, 6(1): 42-50.
- Shanmugam, N., Nagarkar, R. D., and Kurhade, M. 2015. Microcrystalline cellulose powder from banana pseudostem fibres using bio-chemical route. *Indian Journal of Natural Products and Resources*, 6(1): 42–50.
- Sözer, S., and Yaldız, O. 2011. A research on determination of biogas production from mixture of banana greenhouse wastes and cattle manure under mesophilic conditions. *Ziraat Fakültesi Dergisi, Akdeniz Üniversitesi*, 24(2): 75–78.
- Suchaiya, V., and Aht-Ong, D. 2011. Effect of Microcrystalline Cellulose from Banana Stem Fiber on Mechanical Properties and Crystallinity of PLA Composite Films. *Materials Science Forum*, 695: 170–173.
- TGK 2017: Türk Gıda Kodeksi Gıda Katkı Maddelerinin Spesifikasyonları Hakkında Yönetmelik (Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı). <https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2017/04/20170403M1-1.htm> [Son erişim tarihi: 02.05.2023].
- Thoorens, G., Krier, F., Leclercq, B., Carlin, B., & Evrard, B. 2014. Microcrystalline cellulose, a direct compression binder in a quality by design environment—A review. *International Journal of Pharmaceutics*, 473(1–2): 64–72.
- Trache, D. 2017. Microcrystalline Cellulose and Related Polymer Composites: Synthesis, Characterization and Properties. In Thakur, V. K., Thakur, M. K. and Kessler M. R. (Eds.), *Handbook of Composites from Renewable Materials*. Wiley. pp. 61–92.
- Trache, D., Donnot, A., Khimeche, K., Benelmir, R., & Brosse, N. 2014. Physico-chemical properties and thermal stability of microcrystalline cellulose isolated from Alfa fibres. *Carbohydrate Polymers*, 104: 223–230.
- Trache, D., Hussin, M. H., Hui Chuin, C. T., Sabar, S., Fazita, M. R. N., Taiwo, O. F. A., Hassan, T. M., and Haafiz, M. K. M. 2016. Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93: 789–804.
- Trache, D., Khimeche, K., Donnot, A., and Benelmir, R. 2013. Thermal analysis of microcrystalline cellulose prepared from esparto grass. In *MATEC Web of Conferences*, 3: 01067.

- Tuason, D. C., Krawczyk, G. R., and Buliga, G. 2010. Microcrystalline Cellulose. In *Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents*. Wiley-Blackwell. pp. 218–236.
- TÜİK 2023: Türk İstatistik Kurumu. Bitkisel Üretim İstatistikleri, Örtü altı sebze ve meyve üretimi (ton) : Muz. <https://biruni.tuik.gov.tr/bolgeselistatistik/degiskenlerUzerindenSorgula.do?d-4326216-p=1#> [Son erişim tarihi: 12.05.2023].
- Uesu, N. Y., Pineda, E. A. G., and Hechenleitner, A. A. W. 2000. Microcrystalline cellulose from soybean husk: effects of solvent treatments on its properties as acetylsalicylic acid carrier. *International Journal of Pharmaceutics*, 206(1–2): 85–96.
- Vallejos, M. E., Olmos, G. V., Taleb, M. C., Felissia, F. E., Ehman, N. V., Peresin, M. S., Area, M. C., and Maximino, M. G. 2022. Dissolving pulp from eucalyptus sawdust for regenerated cellulose products. *Cellulose*, 29(8): 4645–4659.
- Vanhatalo, K. M., and Dahl, O. P. 2014. Effect of Mild Acid Hydrolysis Parameters on Properties of Microcrystalline Cellulose. *BioResources*, 9(3): 4729–4740.
- Virtanen, T., Svedström, K., Andersson, S., Tervala, L., Torkkeli, M., Knaapila, M., Kotelnikova, N., Maunu, S. L., and Serimaa, R. 2012. A physico-chemical characterisation of new raw materials for microcrystalline cellulose manufacturing. *Cellulose*, 19(1): 219–235.
- Vora, R. S., and Shah, Y. D. 2015. Production of Micro Crystalline Cellulose from Corn Husk and Its Evaluation as pharmaceutical Excipient. *International Journal of Research and Scientific Innovation*, 2(11): 69–74.
- Wang, D., Shang, S., Song, Z., and Lee, M.-K. 2010. Evaluation of microcrystalline cellulose prepared from kenaf fibers. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 16(1): 152–156.
- Wüstenberg, T. 2015. Microcrystalline Cellulose. In *Cellulose and cellulose derivatives in the food industry: fundamentals and applications*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH. pp. 143–184.
- Yokoyama, T., Kadla, J. F., and Chang, H. M. 2002. Microanalytical method for the characterization of fiber components and morphology of woody plants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(5): 1040–1044.
- Zahn, S., Pepke, F., and Rohm, H. 2010. Effect of inulin as a fat replacer on texture and sensory properties of muffins. *International Journal of Food Science and Technology*, 45(12): 2531–2537.
- Zailani, I. S. A., and Jimad, D. N. 2016. Extraction of microcrystalline cellulose (MCC) from cocoa pod husk via alkaline pretreatment combined with ultrasonication. *Journal of Applied Engineering*, 11(19): 9876–9879.

- Zeug, A., Zimmermann, J., Röder, B., Gabriela Lagorio, M., and San Román, E. 2002. Microcrystalline cellulose as a carrier for hydrophobic photosensitizers in water. *Photochemical and Photobiological Sciences*, 1(3): 198–203.
- Zuluaga, R., Putaux, J.-L., Restrepo, A., Mondragon, I., and Gañán, P. 2007. Cellulose microfibrils from banana farming residues: isolation and characterization. *Cellulose*, 14(6): 585–592.

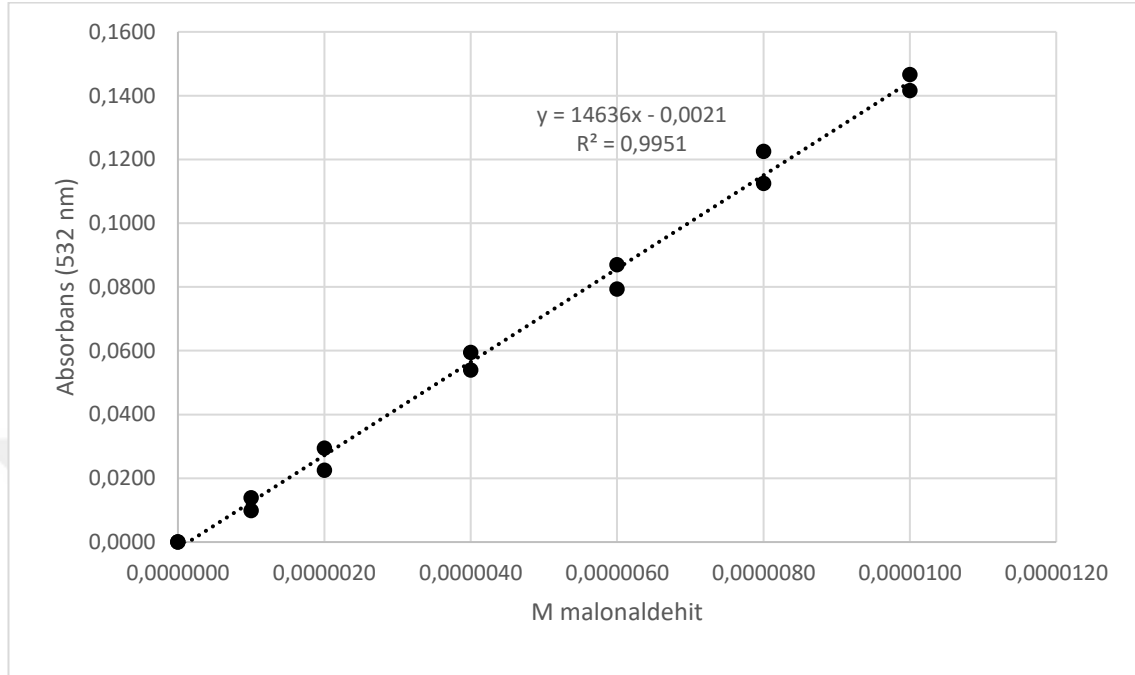


7. EKLER**EK-1. Kek Duyusal Değerlendirme Formu**

Tarih: .../.../20...

Panelist:

Örnek	Özellik							
	Dış Görünüş	İç Renk	Gözenek yapısı	Tekstür	Koku	Tat	Ağızda bıraktığı his	Beğeni durumu
	1: çok kötü; 2-3: kötü; 4-5: orta; 6-7: iyi; 8-9: çok iyi							

EK-2. Kek Raf Ömrü TBA Analizi Kalibrasyon Grafiği

EK-3. Ekmek Duyusal Değerlendirme Formu

Tarih: .../.../20...

Panelist:

Örnek	Özellik						
	Dış Görünüş	İç Renk	Gözenek yapısı	Tadı	Aroması	Ağızda çiğnenebilirliği	Beğeni durumu
	1: çok kötü; 2-3: kötü; 4-5: orta; 6-7: iyi; 8-9: çok iyi						

EK-4. Optimizasyon Çalışmaları Randıman (%) ANOVA Testi Sonuç Tablosu

Kaynak	Kareler toplamı	s.d.	Kareler ortalaması	F-değeri	p-değeri	
Model	100,79	4	25,20	6,08	0,0015	önemli
A-HCl Konsantrasyonu	21,09	1	21,09	5,09	0,0331	
B-Materyal/asit çözeltisi oranı	3,01	1	3,01	0,7263	0,4022	
C-Hidroliz Sıcaklığı	75,29	1	75,29	18,17	0,0003	
D-Hidroliz Süresi	1,40	1	1,40	0,3389	0,5657	
Artık	103,59	25	4,14			
Model uygunsuzluğu	65,26	20	3,26	0,4257	0,9215	önemli değil
Hata	38,33	5	7,67			
Toplam korelasyon	204,38	29				

EK-5. Optimizasyon Çalışmaları Polimerizasyon derecesi ANOVA Testi Sonuç Tablosu

Kaynak	Kareler toplamı	s.d.	Kareler ortalaması	F-değeri	p-değeri	
Model	80327,77	14	5737,70	29,14	< 0,0001	önemli
A-HCl Konsantrasyonu	17162,35	1	17162,35	87,17	< 0,0001	
B-Materyal/asit çözeltisi oranı	2046,29	1	2046,29	10,39	0,0057	
C-Hidroliz Sıcaklığı	35956,71	1	35956,71	182,64	< 0,0001	
D-Hidroliz Süresi	1119,74	1	1119,74	5,69	0,0307	
AB	2252,24	1	2252,24	11,44	0,0041	
AC	3308,22	1	3308,22	16,80	0,0009	
AD	109,32	1	109,32	0,5553	0,4677	
BC	211,66	1	211,66	1,08	0,3162	
BD	611,63	1	611,63	3,11	0,0983	
CD	1540,47	1	1540,47	7,82	0,0135	
A ²	23,81	1	23,81	0,1209	0,7328	
B ²	0,3309	1	0,3309	0,0017	0,9678	
C ²	15516,94	1	15516,94	78,82	< 0,0001	
D ²	79,35	1	79,35	0,4031	0,5351	
Artık	2953,13	15	196,88			
Model uygunsuzluğu	1847,94	10	184,79	0,8360	0,6228	önemli değil
Hata	1105,19	5	221,04			
Toplam korelasyon	83280,90	29				

EK-6. Optimizasyon Çalışmaları 5 µm Altı Partikül Çapına Sahip Tanecik Oranı (%) ANOVA Testi Sonuç Tablosu

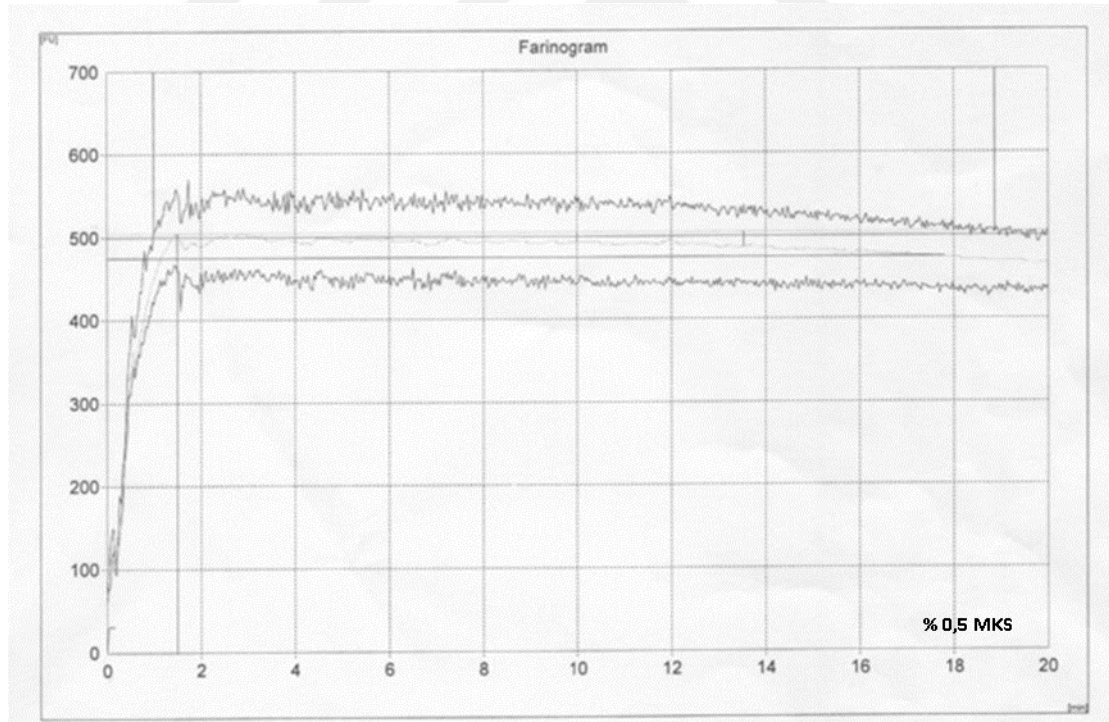
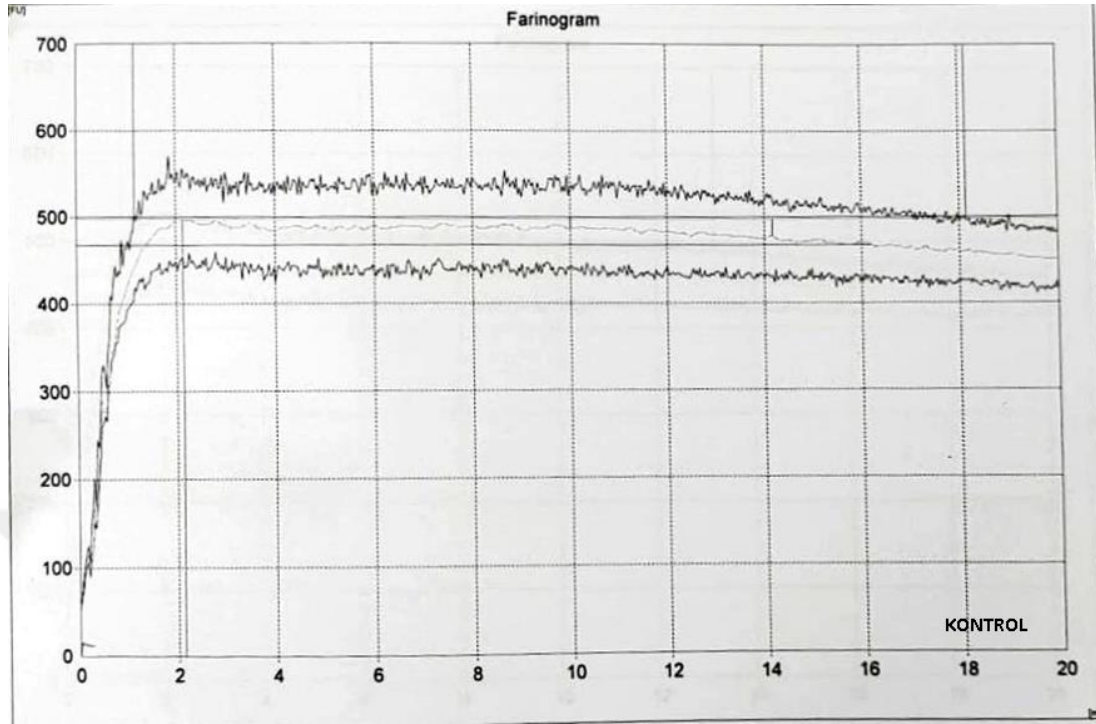
Kaynak	Kareler toplamı	s.d.	Kareler ortalaması	F-değeri	p-değeri	
Model	87,69	4	21,92	48,00	< 0,0001	önemli
A-HCl Konsantrasyonu	8,40	1	8,40	18,39	0,0002	
B-Materyal/asit çözeltisi oranı	0,4231	1	0,4231	0,9264	0,3450	
C-Hidroliz Sıcaklığı	72,22	1	72,22	158,12	< 0,0001	
D-Hidroliz Süresi	6,64	1	6,64	14,54	0,0008	
Artık	11,42	25	0,4567			
Model uygunsuzluğu	10,17	20	0,5083	2,03	0,2224	önemli değil
Hata	1,25	5	0,2506			
Toplam korelasyon	99,11	29				

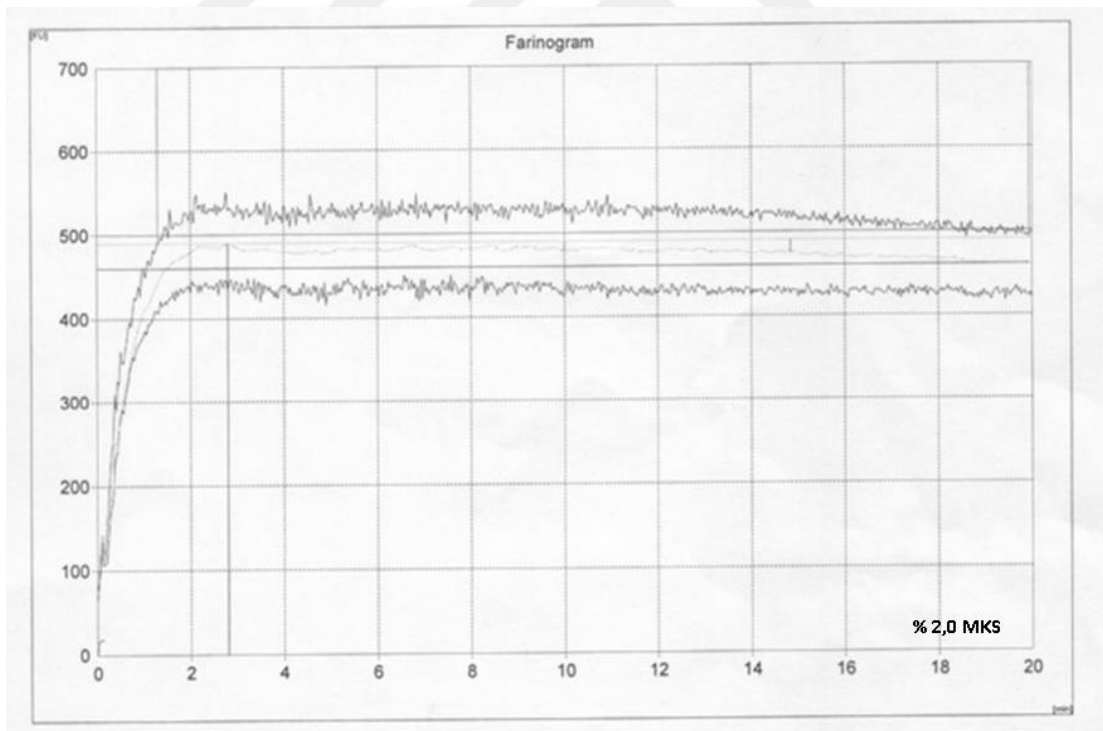
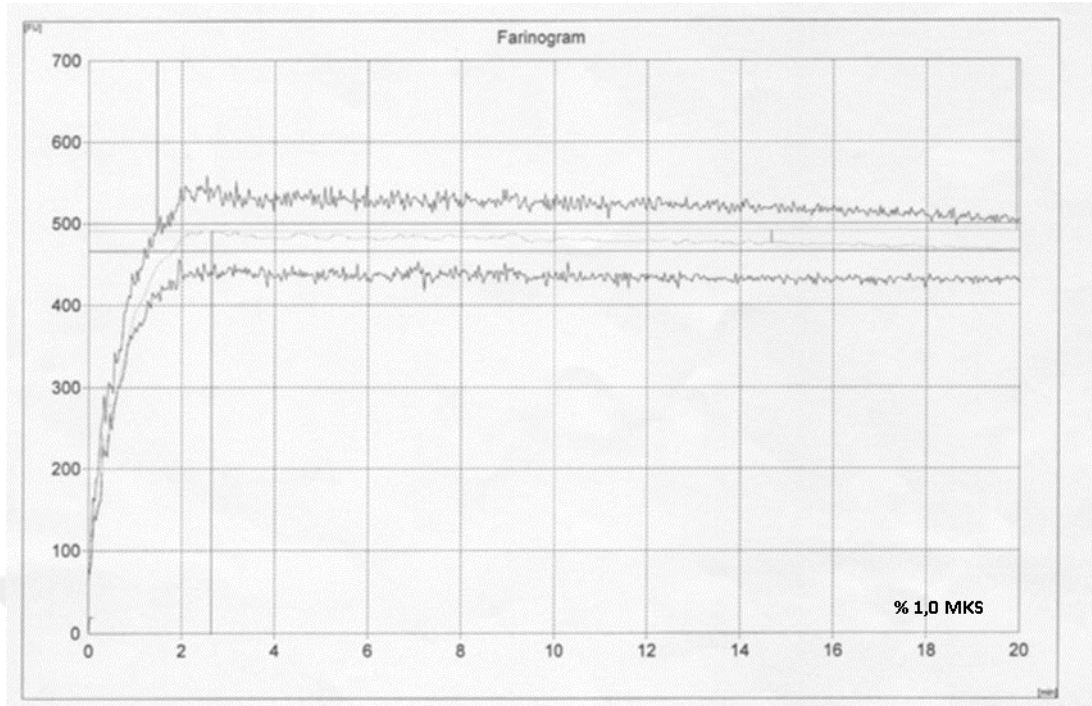
EK-7. Asit Hidrolizi Optimizasyon Çalışmaları Katsayılar Tablosu

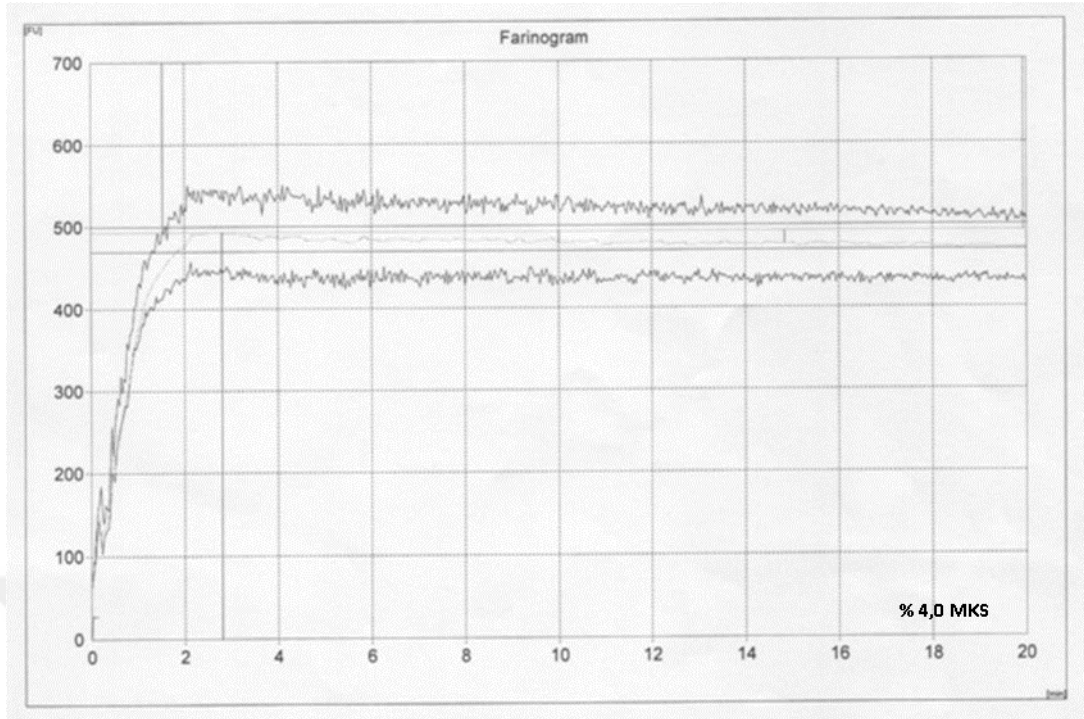
	Intercept	A	B	C	D	AB	AC	AD	BC	BD	CD	A ²	B ²	C ²	D ²
Randıman	905.603	-0.937359	0.354105	-17.712	-0.241897										
p değeri		0.0331	0.4022	0.0003	0.5657										
Polimerizasyon Derecesi	220.542	-267.413	-923.375	-387.065	-683.051	-118.644	143.793	-261.388	-363.712	618.277	981.219	0.931722	-0.10984	237.849	170.089
p değeri		< 0.0001	0.0057	< 0.0001	0.0307	0.0041	0.0009	0.4677	0.3162	0.0983	0.0135	0.7328	0.9678	< 0.0001	0.5351
5 µm altı partikül çapı oranı %	424.867	0.591667	-0.132778	173.472	0.526111										
p değeri		0.0002	0.3450	< 0.0001	0.0008										

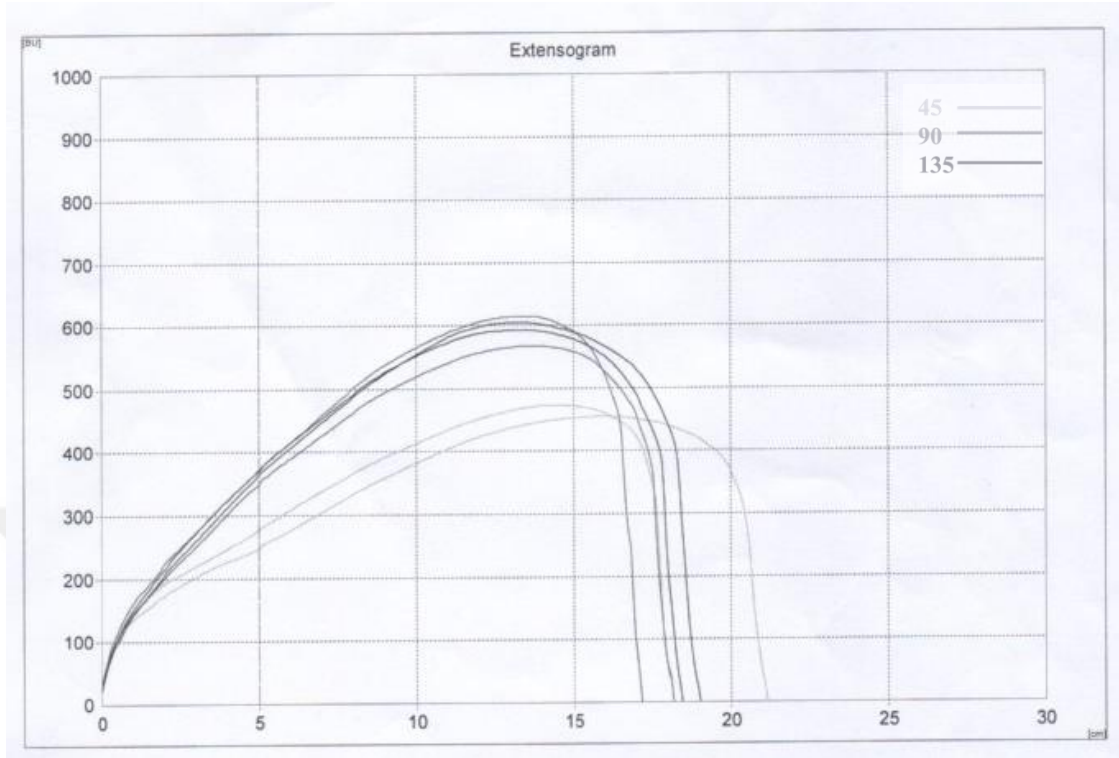
A: HCl Konsantrasyonu, B: Asit coz./materyal oranı, C: Hidroliz Sıcaklığı, D: Hidroliz Süresi

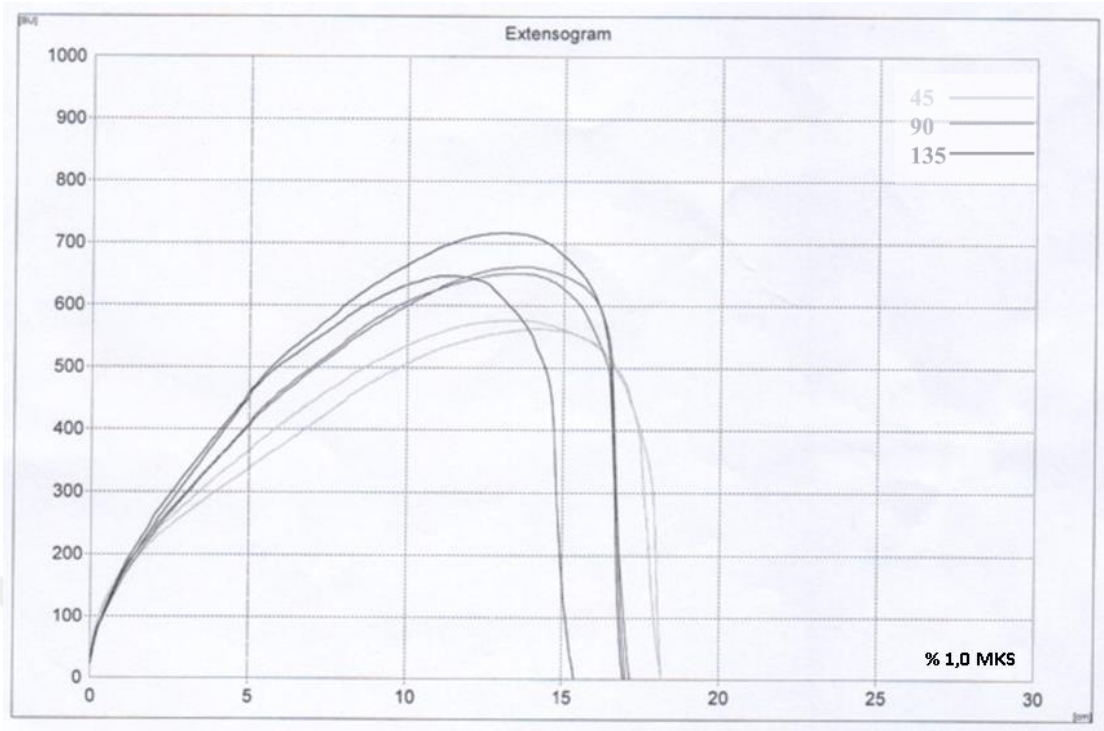
p değeri renkleri: p≤0.05, p>0.05

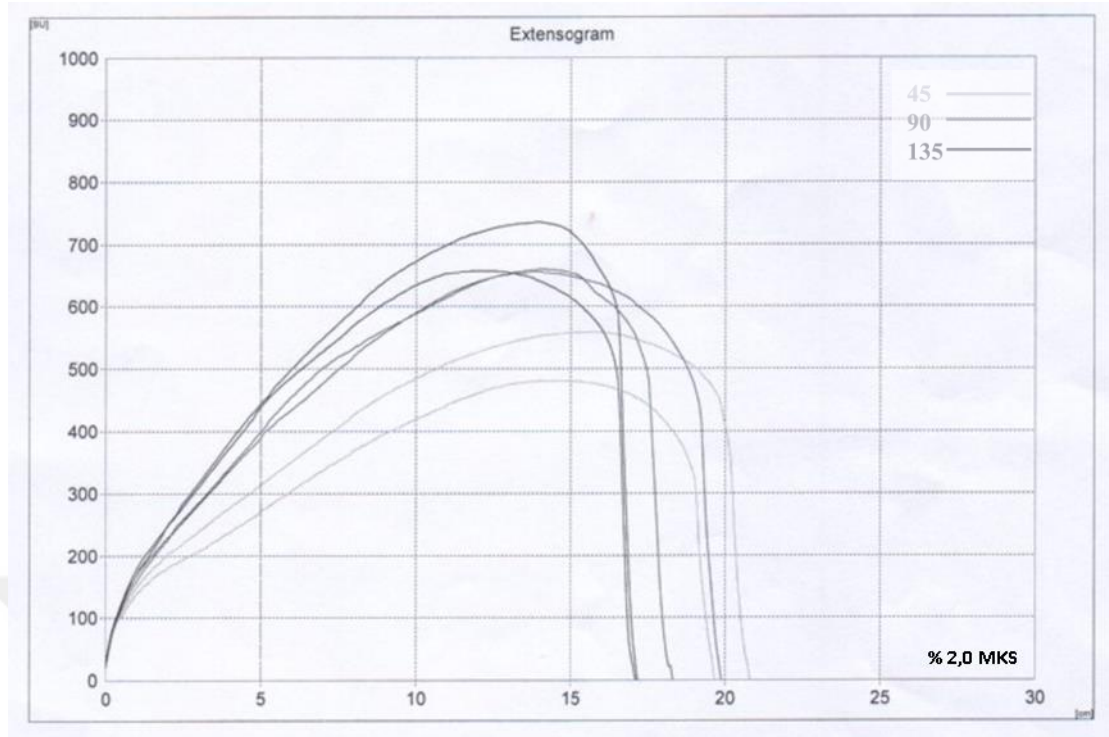
EK-8. Ekmek Üretiminde kullanılan unların Farinograf Grafikleri





EK-9. Ekmek Üretiminde kullanılan unların Ekstensograf Grafikleri





ÖZGEÇMİŞ

Nisa DURAK

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Doktora 2013-2023	Akdeniz Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya
Yüksek Lisans 2009-2013	Akdeniz Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya
Lisans 2002-2006	Akdeniz Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya

MESLEKİ AND İDARİ GÖREVLER

Proje yürütücüsü 2015- 2017	<u>Rasaorganik Yaşam Ürünleri Sağlık Gıda Tarım Turizm San. Tic. Ltd. Şti., Konya</u> 1511- Tübitak Öncelikli Alanlar Araştırma Teknoloji Geliştirme and Yenilik Projeleri Destekleme Programı
Proje Danışmanı 2015-2016	<u>Srp Sağlık Eğitim Hiz. Gıda San And Tic. Ltd. Şti., İstanbul</u> 1507-Tübitak Kobi Ar-Ge Başlangıç Destek Programı
Arge Çalışanı 2013-2014	<u>Kudret Akpınar Şahıs Şirketi, Antalya</u> Bilim, Sanayi and Teknoloji Bakanlığı tarafından sağlanan Tekno girişim Sermayesi Desteği
Proje Sorumlusu 2010-2011	<u>Bahar Tavukçuluk, Antalya</u> 1501- TÜBİTAK Sanayi Ar-Ge Projeleri Destekleme Programı

ESERLER

Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan and bildiri kitaplarında basılan bildiriler

- 1- Certel M., Gökmen G.N., **Durak N.**, Demir R. 2018. The effect of stevia and isomalt on the quality of cakes as a sugar substitute. 13 st International Conference of Food Physicists, 23-25 October, Antalya.
- 2- **N. Durak**, M. Certel. 2018. Determination methods of food colorants in foodstuffs by high performance liquid chromatography (HPLC) and as an alternative ultra high Pressure Chromatography (UHPLC). 3 st International Congress on Food Technology, O290, 10-12 October, Nevşehir.
- 3- **N.Durak**, S.Kılıç, K. Akpınar, M. Certel. 2018. Determination of trace element contents in *Stevia rebaudiana* leaves and extracts. 3 st International Congress on Food Technology, P384, 10-12 October, Nevşehir.
- 4- Erem, F., Konak, Ü. İ., Karakaş, B., **Durak, N.**, Altındağ, G. 2010. Physical, Textural and Sensory Evaluation of Noodles Produced from Semolina, Wheat and Buckwheat Flour. 1st International Congress On Food Technology, p365, 3-6 November, Antalya.
- 5- Altındağ, G. **and Durak, N.**, Certel, M. 2010. Kerebiç Tatlısı. 1. Uluslararası “Adriyatik’ten Kafkaslar’a Geleneksel Gıdalar” Sempozyumu, p780-781, 15-17 Nisan, Tekirdağ.