

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**NAR SUYU VE ADA ÇAYI EKSTRAKT TOZU ÜRETİMİNDE KEKLEŞME
PROBLEMİNİN ÇÖZÜMÜNE YÖNELİK ALTERNATİF UYGULAMALAR**

Emrah EROĞLU

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

TEMMUZ 2024

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**NAR SUYU VE ADA ÇAYI EKSTRAKT TOZU ÜRETİMİNDE KEKLEŞME
PROBLEMİNİN ÇÖZÜMÜNE YÖNELİK ALTERNATİF UYGULAMALAR**

Emrah EROĞLU

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GIDA MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

DOKTORA TEZİ

TEMMUZ 2024

ANTALYA

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NAR SUYU VE ADA ÇAYI EKSTRAKT TOZU ÜRETİMİNDE KEKLEŞME
PROBLEMİNİN ÇÖZÜMÜNE YÖNELİK ALTERNATİF UYGULAMALAR**

Emrah EROĞLU
GIDA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

**Bu tez Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi
tarafından FDK-2021-2780 nolu proje ile desteklenmiştir.**

TEMMUZ 2024

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NAR SUYU VE ADAÇAYI EKSTRAKT TOZU ÜRETİMİNDE KEKLEŞME
PROBLEMİNİN ÇÖZÜMÜNE YÖNELİK ALTERNATİF UYGULAMALAR

Emrah EROĞLU
GIDA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Bu tez 12/07/2024 tarihinde jüri tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Ayhan TOPUZ (Danışman)

Prof. Dr. Figen ERTEKİN

Prof. Dr. Mustafa Kemal USLU

Doç. Dr. Mehmet TORUN

Doç. Dr. Engin DEMİRAY

ÖZET

NAR SUYU VE ADA ÇAYI EKSTRAKT TOZU ÜRETİMİNDE KEKLEŞME PROBLEMİNİN ÇÖZÜMÜNE YÖNELİK ALTERNATİF UYGULAMALAR

Emrah EROĞLU

Doktora Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof Dr. Ayhan TOPUZ

Temmuz 2024; 99 sayfa

Püskürterek kurutma sıvı formdaki ürünlerin kurutularak, toz ürünlerin eldesi amacıyla yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Kurutulan ürünün yüksek sıcaklıklara kısa süreli olarak maruz kalması, üretim kolaylığı, ekonomik olarak uygulanabilir olması ve altyapı masraflarının kısmen düşük olması gibi sebepler bu tekniğin yaygınlaşmasında rol oynamıştır. Her ne kadar üretim yöntemi açısından ürünler birçok avantaja sahip olsa da ürünlerin fizikokimyasal özellikleri çevresel faktörlere bağlı olarak büyük değişimler gösterebilmektedir. Kekleşme toz formdaki ürünlerin depolanması aşamasında karşılaşılan en yaygın problemlerden biri olup, ürünün teknolojik özelliklerini değiştirmekte ve kullanımını sınırlamaktadır.

Bu çalışmada, toz ürünlerin kalite karakteristiklerini olumsuz yönde etkileyen kekleşme probleminin giderilmesi ve ürünün akış özelliklerinin geliştirilebilmesi amacıyla kekleşme önleyici ajan kullanımı ve akışkan yatak kurutucuda aglomerasyon uygulamaları ayrı ayrı ele alınmıştır. Model gıda olarak ada çayı ekstraktının ve nar suyunun püskürterek kurutulmuş tozları seçilmiş olup her iki ürün için de hem belirlenen kekleşme önleyici ajan kullanım oranları hem de aglomerasyon şartlarının optimize edilmesi çalışılmıştır.

Çalışmada kekleşme önleyici ajan olarak silikon dioksit, tri-kalsiyum fosfat ve kalsiyum karbonat kullanılmış olup, bu ajanların en uygun kombinasyonu karışım deneme deseni yardımıyla optimize edilmeye çalışılmıştır. Maksimum kekleşme önleyici ajan kullanım oranı yasal düzenlemeler sebebiyle %2 olarak belirlenmiştir. Test edilen kekleşme önleyici ajanların ve kullanım oranlarının her iki ürünlerdeki hedef özellikler olan kekleşme derecesi ve akış özellikleri üzerinde etkisi, test edilen optimizasyon modelleri açısından önemsiz bulunmuş ve kullanılan kekleşme önleyici ajanlar arasında etki açısından bir farklılık belirlenememiştir. Bu sebeple tez çalışmasında kekleşme önleyici ajan olarak hammadde maliyetleri de göz önüne alınarak silikon dioksit tercih edilmiştir.

Gerçekleştirilen aglomerasyon çalışmalarında ada çayı ekstraktı tozlarının aglomerasyonu sadece sıcaklığa bağlı değişim göstermiş olup, bağlayıcı sıvı olarak test edilen Arabik gam ve maltodekstrin (DE 18) çözeltileri kullanılarak aglomerasyon sağlanamamış ve bağlayıcı ajan olarak sadece su kullanımıyla, 75°C kurutma sıcaklığında aglomerasyon gerçekleştirilebilmiştir. Nar suyu tozlarının optimum aglomerasyon şartları ise merkezi kompozit deneme desenine göre 78.5 °C kurutma sıcaklığı ve bağlayıcı sıvı olarak %25 Arabik gam çözeltisi olarak belirlenmiştir.

Gerçekleştirilen analizlerinde püskürterek kurutulmuş, kekleşme önleyici ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme dereceleri sırasıyla %35.6, %34.8 ve %7.6 olarak belirlenmiş ve kekleşme derecesi üzerinde aglomerasyon uygulamasının yaklaşık 5 kat ve azaltıcı yönde etki gösterdiği, kekleşme önleyici ajan kullanımının ise çalışmada test edilen oranlarda bir etkisi olmadığı belirlenmiştir. Püskürterek kurutulmuş, kekleşme önleyici ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş nar suyu tozlarının kekleşme dereceleri ise sırasıyla %71.7, %46.5 ve %17.9 olarak belirlenmiş olup, kekleşme önleyici ajan kullanımının ve aglomerasyon uygulamasının ürünlerin kekleşme eğilimlerini sırasıyla yaklaşık 1.5 ve 4 kat azalttığı tespit edilmiştir. Akış özellikleri üzerinde ise uygulanan proseslerin sadece nar suyu tozları üzerinde önemli seviyede etkili olduğu ve akış özelliklerini iyileştirdiği belirlenmiştir. Ayrıca aglomere edilmiş örneklerin dış etkenlerden daha az etkilendiği ve buna bağlı olarak depolama süresi boyunca daha az higroskopik özellik gösterdiği, biyoaktif bileşenlerinin daha iyi korunduğu belirlenmiştir.

Tez kapsamında elde edilen sonuçlar genel olarak değerlendirildiğinde test edilen ürünlerin kekleşme derecesinin önlenmesinde akışkan yatak kurutucuda aglomerasyon uygulaması diğer yöntemlere kıyasla daha başarılı bulunmuştur. Ürünlerin stabilitesi açısından ise düşük sıcaklıkta depolamanın daha uygun olacağı değerlendirilmiştir.

ANAHTAR KELİMELEER: Aglomerasyon, Kekleşme, Püskürterek kurutma, Toz akış özellikleri

JÜRİ: Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Prof. Dr. Figen ERTEKİN

Prof. Dr. Mustafa Kemal USLU

Doç. Dr. Mehmet TORUN

Doç. Dr. Engin DEMİRAY

ABSTRACT

ALTERNATIVE APPLICATIONS TO OVERCOME CAKING PROBLEM FOR POMEGRANATE JUICE AND SAGE EXTRACT POWDER PRODUCTION

Emrah EROĞLU

PhD Thesis in Food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

July 2024; 99 pages

Spray drying is a widely used technique for drying liquids and obtaining powdered products. The short exposure of the product to high temperatures, ease of production, economic feasibility and relatively low infrastructure costs have played a role in the wide-scale use of this technique. Although the products have many advantages in terms of production method, the physicochemical properties of the products can show large variations depending on environmental factors. Caking is one of the most common problems encountered during the storage of powdered products, altering the technological properties of the product and limiting its use.

In this study, the use of anti-caking agents and agglomeration applications in fluidized bed dryer were aimed separately to eliminate the caking problem, which negatively affects the quality characteristics of powdered products, and to improve the flow properties of the product. Spray-dried powders of sage extract and pomegranate juice were selected as model foods, since they have high caking tendency, and both anti-caking agent dosage rates and agglomeration conditions were attempted to be optimized for each product.

Silicon dioxide, tri-calcium phosphate and calcium carbonate were selected as anti-caking agents in the study and a mixture design was used to optimize the optimum combination of these agents. The maximum anti-caking agent usage rate was fixed at 2% due to legal regulations. The impact of the anti-caking agents and usage rates tested in the study on the target properties of both products, specifically the degree of caking and flow properties, was found to be insignificant in terms of the optimization models tested and no difference between the anti-caking agents used could be determined in terms of their effectiveness. For this reason, silica was preferred as an anti-caking agent in the study, considering the raw material costs.

In the fluidized bed dryer experiments, the agglomeration of sage extract powders showed only a temperature-dependent change, and agglomeration could not be achieved with the tested gum Arabic and maltodextrin (DE 18) solutions as binder liquids. Agglomeration could be achieved at a drying temperature of 75 °C using only water as binder liquid. The optimum agglomeration conditions for pomegranate juice powders were determined to be 78.5 °C drying temperature and 25% gum Arabic solution as the binding liquid according to the central composite experimental design.

In the analyses carried out, the degree of caking was determined to be 35.6%, 34.8% and 7.6% for spray-dried, anti-caking agent added and agglomerated sage extract powders, respectively. It was found that the use of agglomeration had a 5-fold and decreasing effect on the degree of caking, while the use of anti-caking agent had no significant effect on the dosages tested in the study. The degree of caking was determined to be 71.7%, 46.5% and 17.9% for spray-dried, anti-caking agent added and agglomerated pomegranate juice powders, and it was determined that the use of anti-caking agent and agglomeration application reduced the caking tendency of the products by approximately 1.5 and 4 times, respectively. In terms of flow properties, it was found that the processes applied were only significantly effective in improving the flow properties of pomegranate juice powder. In addition, as a result of the processes carried out, it was determined that the agglomerated samples were less affected by external factors and accordingly showed a less hygroscopic structure during the storage period and the bioactive components were better preserved.

According to the results obtained within the scope of the thesis, agglomeration application in fluidized bed dryer was found to be more successful in preventing the degree of caking on the tested products compared to other methods. With regard to the stability of the products, it was assessed that storage at low temperatures would be more appropriate.

KEYWORDS: Agglomeration, Powder caking, Powder flowability, Spray Drying

COMMITTEE: Prof. Dr. Ayhan TOPUZ

Prof. Dr. Figen ERTEKİN

Prof. Dr. Mustafa Kemal USLU

Assoc. Prof. Dr. Mehmet TORUN

Assoc. Prof. Dr. Engin DEMİRAY

ÖNSÖZ

Gıda endüstrisi, hızla büyüyen ve sürekli gelişen bir alan olarak, tüketicilere çeşitli yenilikler sunmaktadır. Bu yeniliklerin başında gelen toz gıda ürünleri, kullanım kolaylığı ve uzun raf ömrü gibi avantajlarıyla modern yaşamın vazgeçilmez bir parçası haline gelmiştir. Toz gıda ürünleri hem endüstriyel hem de bireysel tüketim için ideal bir çözüm sunarken, aynı zamanda taşınabilirlik ve saklama koşulları açısından da büyük fayda sağlamaktadır. Toz gıdalarda genel olarak test edilen kalite kriterleri arasında nem içeriği, yoğunluğu, parçacık boyutu ve dağılımı, besinsel içeriği vb. faktörler yer almakta olup, bu kriterler ürünlerin raf ömrü ve tüketici memnuniyeti açısından büyük önem taşımaktadır. Ancak, toz ürünlerde kekleşme ve akış özellikleri gibi bazı kriterler, yeterince dikkate alınmamaktadır. Kekleşme problemi, toz formdaki gıdaların depolanması ve kullanımı sırasında karşılaşılan başlıca zorluklardan biridir. Kekleşme problemi ürünlerin akışkanlık özelliklerini olumsuz etkileyerek teknolojik kullanımını sınırlamaktadır. Akışkanlık, özellikle endüstriyel süreçlerde, üretim verimliliği ve ürün kalitesi için kritik bir parametredir. Bu nedenle, kekleşmenin önlenmesi ve akış özelliklerinin iyileştirilmesi, toz gıda ürünlerinin kalitesini artırmak ve endüstriyel uygulamalarda etkinliğini sağlamak açısından büyük önem arz etmektedir. Toz gıdalardaki kekleşme probleminin giderilmesi/azaltılması ve akış özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla gerçekleştirilen bu tez çalışmasının gerçekleştirilmesinde;

- Fikir ve deneyimleriyle daima yol gösteren, çalışmanın tüm aşamalarında desteğini esirgemeyen, tüm bunların yanı sıra etik ilkelere bağlı, iyi bir bilim insanı olmam konusunda gelişmeye katkı sağlayan danışman hocam Sayın Prof. Dr. Ayhan TOPUZ'a (Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi),
- Deneyimleriyle çalışmalarına yön veren ve tez izleme süreçlerinde desteklerini esirgemeyen değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Figen ERTEKİN (Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi) ve Sayın Prof. Dr. Mustafa Kemal USLU'ya (Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi)
- Tezin değerlendirilmesi aşamalarında öneri ve katkılarıyla teze katkıda bulunan Sayın Doç. Dr. Mehmet TORUN ve Sayın Doç. Dr. Engin DEMİRAY'a
- Bu uzun ve zorlu süreçte motivasyonumu kaybettiğim her anda moral ve motivasyon sağlayan değerli arkadaşlarım Sayın Dr. Öğretim Üyesi Ferhan BALCI TORUN'a ve Sayın Öğr. Gör. Dr. Kadriye BALCI TOMBAK'a
- Tez kapsamında yürütülen laboratuvar çalışmalarının her sürecinde yardımlarını esirgemeyen değerli çalışma arkadaşlarım Sayın Araş. Gör. Serenay AŞIK AYGÜN'e, Sayın Nida PINARBAŞI'ya, Sayın Gülderen COŞGUN'a, Sayın Kübra GÜNGÖR'e
- Araştırmamı maddi olarak destekleyen Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi ve çalışanlarına,
- Son olarak tüm hayatım boyunca maddi manevi büyük fedakârlıklar yaparak beni yetiştiren, bu noktaya gelmemi sağlayan AİLEME, sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

AKADEMİK BEYAN

Doktora Tezi olarak sunduğum “Nar Suyu ve Ada çayı Ekstrakt Tozu Üretiminde Kekleşme Probleminin Çözümüne Yönelik Alternatif Uygulamalar” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

12/07/2024

Emrah EROĞLU

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
ÖNSÖZ	v
AKADEMİK BEYAN	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1. Ada Çayı	3
2.2. Nar	3
2.3. Toz Gıdalar	4
2.3.1. Nem içeriği ve moleküler yapısı	5
2.3.2. Partikül özellikleri	6
2.3.3. Yığın özellikleri	7
2.4. Toz Gıdalarda Kekleşme	10
2.4.1. Amorf yapılı gıdalarda kekleşme	11
2.4.2. Kristal yapılı gıdalarda kekleşme	13
2.5. Kekleşme Önleyici Ajanlar	15
2.6. Aglomerasyon/Granülasyon Teknikleri	16
2.6.1. Basınç aglomerasyonu	18
2.6.2. Yaş aglomerasyon	19
2.6.2.1. Akışkan yatak kurutucu	20
3. MATERYAL VE METOT	23
3.1. Materyal	23
3.2. Metot	23
3.2.1. Hammaddelerin püskürterek kurutma için hazırlanması	24
3.2.2. Püskürterek kurutma	25
3.2.3. Kekleşme önleyici ajan bileşiminin optimizasyonu	25
3.2.4. Akışkan yatak kurutucuda aglomerasyon optimizasyonu	26
3.3. Depolama	27

3.4. Analizler	28
3.4.1. Verim.....	28
3.4.2. Nem ve su aktivitesi	28
3.4.3. Renk analizi	28
3.4.4. Esmerleşme indeksi	28
3.4.5. Çözünürlük	29
3.4.6. Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk	29
3.4.7. Partikül boyutu	29
3.4.8. Akış özellikleri	30
3.4.9. Higroskopisite	30
3.4.10. Kekleşme derecesi	30
3.4.11. Termal Özellikler	31
3.4.12. Fenolik bileşen analizleri için ekstrakt hazırlama	31
3.4.13. Toplam fenolik madde miktarı	31
3.4.14. Antioksidan aktivite	32
3.4.15. Fenolik bileşik kompozisyonu	33
3.4.16. İstatistiksel analizler	33
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	34
4.1. Kekleşme Önleyici Ajan Bileşimi Optimizasyonu	34
4.2. Aglomerasyon Optimizasyonu	35
4.2.1. Ada çayı ekstraktı tozu aglomerasyon şartları	35
4.2.2. Nar suyu tozu aglomerasyon optimizasyonu.....	36
4.3. Optimum Şartlarda Üretilen Ürünlerin Karakterizasyonu	41
4.3.1. Verim.....	41
4.3.2. Nem içeriği ve su aktivitesi	41
4.3.3. Renk özellikleri	42
4.3.4. Esmerleşme indeksi	44
4.3.5. Çözünürlük	45
4.3.6. Yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk	45
4.3.7. Partikül boyutu	46
4.3.8. Higroskopisite	49
4.3.9. Akış özellikleri	50
4.3.10. Kekleşme derecesi	52
4.3.11. Termal özellikler	55

4.3.12. Toplam fenolik madde	56
4.3.13. Antioksidan aktivite	59
4.3.14. Fenolik bileşik kompozisyonu	60
4.4. Depolama Testleri	64
4.4.1. Nem içeriği ve su aktivitesi	65
4.4.2. Renk özellikleri	66
4.4.3. Yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk	68
4.4.4. Çözünürlük	70
4.4.5. Higroskopisite	71
4.4.6. Akış özellikleri	72
4.4.7. Kekleşme derecesi	74
4.4.8. Partikül boyutu	75
4.4.9. Toplam fenolik madde.....	79
4.4.10. Antioksidan aktivite	80
5. SONUÇLAR	82
6. KAYNAKLAR.....	85
7. EKLER	98
EK-1 Ada çayı ekstraktı tozlarına ait DSC grafikleri.....	98
EK-2 Nar suyu tozlarına ait DSC grafikleri	99
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Adj-R² : Düzeltilmiş regresyon katsayısı

a_w : Su aktivitesi

dk. : Dakika

g : Gram

g : Santrifüj kuvveti

kg : Kilogram

mg : Miligram

p : *p* değeri

Pred-R² : Tahmini regresyon katsayısı

R² : Regresyon katsayısı

sa. : Saat

sn. : Saniye

T : Sıcaklık

T_g : Camsı geçiş sıcaklığı

µm : Mikrometre

ρ : Yoğunluk

Kısaltmalar

CI : Carr indeks değeri

C.V. % : Varyasyon katsayısı (Coefficient of variation)

DE : Dekstroz eşdeğeri

FDA : ABD Gıda ve İlaç Dairesi (U. S. Food and Drug Administration)

GAE : Gallik asit eşdeğeri

GRAS	: Genel olarak güvenli (Generally Recognized as Safe)
HR	: Hausner oranı
JECFA	: Gıda Katkı Maddeleri Uzman Komitesi (The Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives)
KM	: Kurumadde
KÖAK	: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış
LDPE	: Düşük yoğunluklu polietilen (Low Density PolyEthylene)
PRESS	: Tahmini artık kareler toplamı (Predicted Residual Sum of Squares)
RH _{cc}	: Kapiler kondensasyon bağlı nem alt sınırı
RH _d	: Denge bağlı nem
S3G	: Siyanidin-3-Glikozit
SÇKM	: Suda çözünür kurumadde (°Bx)
TE	: Troloks eşdeğeri
TMA	: Toplam monomerik antosiyanin
WHO	: Dünya Sağlık Örgütü (World Health Organization)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Kristal (A) ve amorf (B) moleküler yapıları.....	5
Şekil 2.2. Eşdeğer küre yaklaşımı	6
Şekil 2.3. Çeşitli partiküllerin boyut dağılım örnekleri	7
Şekil 2.4. Toz ürünlerin akış özelliklerini etkileyen faktörler	9
Şekil 2.5. Kekleşmiş yapıdaki toz gıda örnekleri	10
Şekil 2.6. Camsı geçiş sıcaklığına bağlı olarak amorf yapılarda sinter köprüsü kaynaklı kekleşme oluşumu	12
Şekil 2.7. Depolama atmosferinin bağıl nemine bağlı olarak amorf yapılarda sinter köprüsü kaynaklı kekleşme oluşumu	13
Şekil 2.8. Depolama atmosferinin nem bileşimine bağlı olarak kristal yapı tozlarda kapiler kondensasyon ve yüzey ıslanması ile kekleşme oluşumu	14
Şekil 2.9. Yüzey ıslanması ve kapiler kondensasyon kaynaklı kekleşmenin, ortamın bağıl nemiyle ilişkili olarak oluşumu	14
Şekil 2.10. Gıdalarda uygulanan aglomerasyon yöntemleri ve bu tekniklerde etkili olan faktörler	18
Şekil 2.11. Bağlayıcı sıvı kullanılarak aglomere edilmiş bir partikülün (aglomerat) elektron mikroskobu altındaki görüntüsü	20
Şekil 2.12. Akışkan yatak kurutucunun şematik görünümü	21
Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan kurutulmuş ve saplarından ayrılmış ada çayı yapraklarının görüntüsü	23
Şekil 3.2. Tez çalışması kapsamında üretilen örnekler.....	24
Şekil 3.3. Akışkan yatak kurutucu	27
Şekil 3.4. Gallik asit standart kurvesi	32
Şekil 3.5. Troloks standart kurvesi	32
Şekil 4.1. Nar suyu tozunun aglomerasyonunda bağımsız değişkenlerin Carr indeks değeri üzerine etkisi.....	39
Şekil 4.2. Nar suyu tozunun aglomerasyonunda bağımsız değişkenlerin partikül boyutu (d (0.9)) üzerine etkisi.....	39
Şekil 4.3. Nar suyu tozlarının partikül boyut dağılımları	40
Şekil 4.4. LCH renk skalası	43
Şekil 4.5. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının esmerleşme indeksi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları.....	44
Şekil 4.6. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları.....	46
Şekil 4.7. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının partikül boyut değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	47

Şekil 4.8. Ada çayı ekstraktı tozlarının partikül boyut dağılımları.....	48
Şekil 4.9. Nar suyu tozlarının partikül boyut dağılımları	48
Şekil 4.10. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının higroskopisite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	50
Şekil 4.11. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının akış özelliği değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	51
Şekil 4.12. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının kekleşme derecesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	54
Şekil 4.13. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının toplam fenolik madde miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	57
Şekil 4.14. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının antioksidan aktivite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	60
Şekil 4.15. Püskürterek kurutulmuş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresine bağlı olarak partikül boyut dağılımları.....	78
Şekil 4.16. Püskürterek kurutulmuş ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresine bağlı olarak partikül boyut dağılımları.....	78
Şekil 4.17. Püskürterek kurutulmuş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresine bağlı olarak partikül boyut dağılımları.....	78

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Carr indeksi (CI) ve Hausner oranına (HR) göre akabilirlik özelliğinin değerlendirilmesi.....	9
Çizelge 3.1. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarında kekleşme önleyici ajanların kullanım oranının belirlenmesinde kullanılan D-Optimal karışım deseni	26
Çizelge 3.2. Fenolik bileşik kompozisyonu analizi için HPLC şartları.....	33
Çizelge 4.1. Ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozunda kekleşme önleyici ajanların kullanım oranının belirlenmesinde kullanılan D-Optimal karışım deseni	34
Çizelge 4.2. Ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozunda gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasına ait model uyumluluk testi sonuçları.....	35
Çizelge 4.3. Ada çayı ekstraktı tozu aglomerasyon şartları.....	36
Çizelge 4.4. Püskürterek kurutulmuş nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasında kullanılan merkezi kompozit deneme deseni	36
Çizelge 4.5. Nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasına ait model uygunluk testi sonuçları	37
Çizelge 4.6. Nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasına ait varyans analizi tablosu	38
Çizelge 4.7. Nar suyu tozunun akışkan yatak kurutucuyla aglomerasyonu için belirlenen optimum proses şartları	40
Çizelge 4.8. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının renk özelliklerine ait varyans analizi sonuçları	42
Çizelge 4.9. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının renk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	42
Çizelge 4.10. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının esmerleşme indeksi değerlerine ait varyans analizi sonuçları	44
Çizelge 4.11. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerine ait varyans analizi sonuçları	45
Çizelge 4.12. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının partikül boyut değerlerine ait varyans analizi sonuçları	47
Çizelge 4.13. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının higroskopisite değerlerine ait varyans analizi sonuçları	49
Çizelge 4.14. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının akış özelliği değerlerine ait varyans analizi sonuçları	51
Çizelge 4.15. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının kekleşme derecesi değerlerine ait varyans analizi sonuçları	53
Çizelge 4.16. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının toplam fenolik madde miktarı verilerine ait varyans analizi sonuçları	57
Çizelge 4.17. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının antioksidan aktivite değerlerine ait varyans analizi sonuçları	59

Çizelge 4.18. Ada çayı ekstraktı tozlarında tespit edilebilen fenolik bileşiklerin miktarlarına ait varyans analizi sonuçları	61
Çizelge 4.19. Nar suyu tozlarında tespit edilebilen fenolik bileşiklerin miktarlarına ait varyans analizi sonuçları	61
Çizelge 4.20. Optimum şartlarda üretilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının fenolik bileşik miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları.....	62
Çizelge 4.21. Optimum şartlarda üretilmiş nar suyu tozu tozlarının fenolik bileşik miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları	62
Çizelge 4.22. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak nem içeriği ve su aktivitesi sonuçları	65
Çizelge 4.23. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının nem ve su aktivitesi değerlerine ait varyans analizi sonuçları.....	66
Çizelge 4.24. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının nem ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	66
Çizelge 4.25. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak renk analizi sonuçları	67
Çizelge 4.26. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının renk değerlerine ait varyans analizi sonuçları	67
Çizelge 4.27. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının renk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	68
Çizelge 4.28. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak renk analizi sonuçları	68
Çizelge 4.29. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerine ait varyans analizi sonuçları	69
Çizelge 4.30. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	69
Çizelge 4.31. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak çözünürlük değerleri.....	70
Çizelge 4.32. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının çözünürlük değerlerine ait varyans analizi sonuçları	70
Çizelge 4.33. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının çözünürlük değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	71
Çizelge 4.34. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak higroskopisite sonuçları (kg su/100 kg KM).....	71
Çizelge 4.35. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının higroskopisite değerlerine ait varyans analizi sonuçları	72

Çizelge 4.36. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının higroskopisite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	72
Çizelge 4.37. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak akış özelliği değerleri	73
Çizelge 4.38. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının akış özelliği sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları.....	73
Çizelge 4.39. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının akış özelliği değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	74
Çizelge 4.40. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak kekleşme dereceleri.....	74
Çizelge 4.41. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesi sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları	75
Çizelge 4.42. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	75
Çizelge 4.43. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak partikül boyut büyüklükleri.....	76
Çizelge 4.44. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının partikül boyut değerlerine ait varyans analizi sonuçları.....	77
Çizelge 4.45. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının partikül boyutu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları.....	77
Çizelge 4.46. Adaçayı ekstrakt ekstraktı tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak toplam fenolik madde içerikleri	79
Çizelge 4.47. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının toplam fenolik madde sonuçlarına ait varyans analizi tablosu.....	79
Çizelge 4.48. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının toplam fenolik madde miktarlarının ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	80
Çizelge 4.49. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı antioksidan aktivite değerleri	80
Çizelge 4.50. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının antioksidan aktivite değerlerine ait varyans analizi sonuçları.....	81
Çizelge 4.51. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının antioksidan aktivite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları	81

1. GİRİŞ

Birçok gıda maddesinin üretimi iklim vb. çevresel faktörlere bağlı olup, gıdalar sınırlı hasat sürelerine ve raf ömürlerine sahiptir. Bu yüzden her gıda maddesine, istenilen zamanda ulaşabilmek oldukça güçtür. Bu durum gıdaların daha uzun süre dayandırılabilmesi ve istenilen zamanda ulaşılabilmesine yönelik muhafaza yöntemlerinin ortaya çıkmasını sağlamıştır. Kurutma geçmişten günümüze bu amaçla kullanılan muhafaza yöntemleri içinde en yaygın olarak kullanılanlardan birisi olmuştur.

İlk gıda kurutma çalışmalarında genellikle gıdaların doğrudan kurutularak tüketilmesi amaçlanmıştır. Gelişen teknoloji, yaşam şekli ve seviyesi, gıda hazırlamaya ayrılan zamanların azalması, nüfus, kaynakların yetersizliği vb. daha birçok faktörün etkisi sonucunda bu amaçta farklılıklar ortaya çıkmıştır. Günümüzde kurutma çalışmaları doğrudan tüketimin yanı sıra alternatif ürün üretimi, tüketim ve hazırlama pratikliği, farklı gıdaların hazırlanmasında ara girdi olması vb. amaçlarla da yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu amaçlarla üretilen kuru ürünlerin kalitesi, üretilen son ürün kalitesini doğrudan etkilemektedir.

Toz formda gıdalar bu amaca hizmet eden ürün gruplarındadır. Gıdaların tamamen kurutularak öğütülmesi ve/veya kullanım amacına uygun olarak gıda ekstraktlarının kurutulması gibi farklı şekillerde üretilmektedir. Toz gıdalar günümüzde özellikle stabil yapıları, taşıma kolaylığı, kullanım pratikliği, kullanım sonrası atık oluşturmaması gibi özelliklerinden dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır. Son yıllarda bitki çayları ve meyve suları üzerinde bu amaçlara uygun olarak toz formda ürün üretimi yaygın olarak gerçekleştirilmektedir. Üretilen toz gıdalar doğrudan içecek olarak tüketilebildikleri gibi farklı gıda gruplarının bileşimine eklenerek, eklendiği gıdanın özelliklerini ve besleyici özelliklerini zenginleştirme amacıyla da kullanılmaktadır.

Bu ürünler her ne kadar birçok açıdan kullanım kolaylığı sağlasa da ürünün depolanması sırasında ürüne veya çevresel faktörlere bağlı olarak ortaya çıkan değişkenler ürünün özelliklerini bozmaktadır. Bu durumda ya toz ürünlerin kullanımında bazı zorluklar ortaya çıkmakta ya da ürünler tamamen kullanılamaz hale gelmektedir. Toz ürünlerdeki kekleşme problemi, ürünün kalitesini olumsuz yönde etkileyen bu sorunlardan biridir.

Toz ürünlerde karşılaşılan kekleşme sorununun çözümü için üretim ve depolama şartlarının iyileştirilmesi, kekleşme önleyici katkıların kullanımı ve aglomerasyon teknikleri gibi çeşitli yöntemler kullanılabilmektedir. Bu yöntemler söz konusu problemi azaltarak veya tamamen ortadan kaldırarak ortaya çıkan olumsuz özelliklerin baskılanmasını veya tamamen çözülmesini sağlamaktadır.

Toz formdaki çoğu üründe karşılaşılan kekleşme problemine çabuk çözünür bitki çayları ile düşük moleküler ağırlıklı şeker ve organik asit içeriği yüksek olan meyve suyu tozlarında da karşılaşılmaktadır. Bu ürünlerde gözlenen kekleşme problemi ya ürünün kalitesini olumsuz olarak etkilemekte ya da ürünü tamamen kullanılamaz hale getirmektedir. Söz konusu problemin çözümü hem ürün kalitesini arttıracak hem de mevcut kaynaklardan daha verimli bir şekilde yararlanılabilmesini sağlayacaktır.

Bu hedef doğrultusunda gerçekleştirilen bu tez çalışmasında ada çayı ekstraktı ve nar suyu kullanılarak üretilen toz gıdalardaki kekleşme sorununun giderilmesine yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Çalışma ile hem mevcut olarak üretilen toz gıdaların daha kaliteli olarak üretilmesi amaçlanmıştır, hem de aynı sorunun karşılaşılabildiği diğer ürün gruplarında problemin çözümüne yönelik veriler üretilmiştir.

Ada çayı ekstraktı ve nar suyu kullanılarak püskürterek kurutma yöntemi ile üretilen toz ürünlerde akış özelliklerinin geliştirilmesi ve kekleşme probleminin giderilebilmesi amacıyla kekleşme önleyici ajanların kullanılabilirliği ve aglomerasyon yöntemlerinin etkinliği araştırılmıştır. Bu amaçla model gıda olarak seçilen ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozu iki ayrı hammadde olarak değerlendirilmiş ve her bir hammadde de kekleşme önleyici ajanların kullanımının ve akışkan yatakta aglomerasyon tekniğinin kekleşmeyi önlemedeki etkinliği ayrı ayrı irdelenmiştir. Ayrıca elde edilen ürünler 3 ay süre ile depolanmış, bu süre boyunca ürünlerin stabilitesi ve uygulanan yöntemlerin etkinliği incelenmiştir.

2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Ada Çayı

Ada çayı (*Salvia* spp) Ballıbabagiller (Lamiaceae) familyasına ait, 50-100 cm arasında boya sahip tek veya çok yıllık bir bitkidir. Bilinen 900'den fazla alt türü ile bu taksonomik ailenin büyük bir bölümünü oluşturmaktadır. Az rüzgârlı, sıcak, güneşli ve eğimli arazilerde yaygın olarak yetişmektedir (Walker vd. 2004; Dinçer 2007).

Ada çayı yaygın olarak bitki çayı şeklinde tüketilmekle birlikte bazı et yemeklerinde doğrudan baharat olarak kullanımı da bilinmektedir. Tıbbi ve aromatik bitkiler arasında yer alan ada çayının sağlık üzerine olumlu etkileri bulunmakta olup bazı türlerinin tıbbi kullanımı kabul görmektedir. Ada çayından elde edilen ekstraktın ve uçucu yağın nezle, grip, böbrek rahatsızlıkları, boğaz ve solunum yolu enfeksiyonları gibi rahatsızlıklarda kullanıldığı ve antioksidan, antimikrobiyal, iştah açıcı, ateş düşürücü ve sindirim kolaylaştırıcı özellik gösterdiği bildirilmektedir (Dinçer 2007; Ekren vd. 2007). Sağlık üzerindeki bu olumlu etkileri ve tıbbi amaçlı kullanımı ada çayının önemini arttırmış, bu durum üretim miktarlarına da yansımıştır. Nitekim, 2015-2020 yılları arasında yıllık ada çayı üretim miktarı 80 tondan 1271 tona yükselmiştir (Tüik 2021).

Ada çayının bileşiminde fenolik maddeler ve terpenoidler gibi antimikrobiyal ve antioksidan özellik gösteren birçok bileşen bulunmaktadır. Bileşimindeki baskın fenolik madde rosmarinik asit olup vanilik asit, ferulik asit, kafeik asit gibi fenolik asitler ve apijenin, kuersetin ve luteolin gibi flavonoid bileşikler açısından da zengindir (Dincer vd. 2012; Dinçer vd. 2013). Ayrıca bileşiminde 1,8-cineole, α -thujone, camphor, camphene, α -pinene, β -pinene başta olmak üzere birçok uçucu yağ bulunmaktadır (Ekren vd. 2007; Verma vd. 2015).

Literatürde ada çayı üzerinde gerçekleştirilen çalışmalar incelendiğinde, bu çalışmaların genellikle biyoaktif bileşenlerin eldesi, ekstraksiyon yöntemlerinin kıyaslanması ve optimizasyonu, ekstraktların başka ürünlere katkılanması ve ürün özelliklerinin belirlenmesi, antimikrobiyal etkilerinin incelenmesi, biyoaktif bileşiminin belirlenmesi, sağlık üzerine etkileri, esansiyel yağ eldesi ile ekstrakt ve yağlarının toz forma dönüştürülmesi konularında birçok çalışma mevcuttur (Alasalvar ve Cam 2019; İncegöl ve Çam 2021; Moussa vd. 2022; Naziruddin vd. 2022; Ripke Ferreira vd. 2022; Anwar 2023; Naziruddin vd. 2023). Ancak gerçekleştirilen çalışmalar incelendiğinde ada çayı ekstrakt tozlarının akış özelliklerini ve kekleşme eğilimlerini inceleyen bir çalışmaya rastlanılamamıştır.

2.2. Nar

Kültür tarihi 5000 yılı bulan nar (*Punica granatum* L.) Lythraceae familyasına ait bir meyvedir. Bilinen yaklaşık 50 türü olmakla birlikte ülkemizde hicaz ve beynar yaygın olarak yetiştirilen nar çeşitleridir (Tontul 2017). Son yıllarda hem yetiştirme hem de işleme teknolojilerindeki gelişmelere paralel olarak ülkemizde nar yetiştiriciliği yıldan yıla artış göstermiştir. Nitekim 2015 yılında 445 bin ton olan nar üretimi, 2020 yılında 600 bin tona çıkmıştır (Tüik 2021).

Geçmişte ülkemizde üretilen nar genellikle sofralık olarak tüketilmekteyken günümüzde birçok ürünün üretiminde nar ve nardan elde edilen bileşenler kullanılmaktadır. Nar meyve suyu, şurup, konserve, nar tane kurusu, reçel, şarap, ekşi, pestil ve şekerleme gibi ürünlerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Narın bileşiminde önemli miktarda şeker, C vitamini, fenolik bileşik, antosiyanin, ellajik asit ve punisik asit bulunmaktadır (Tontul 2017). Nar içerdiği bu fonksiyonel bileşenler sayesinde antioksidan ve antimikrobiyal etki göstermekte olup kanser hücrelerinin gelişimini engellemekte ve yüksek kan şekere bağlı göz, böbrek, eklem ve kalp rahatsızlıklarına iyi gelmektedir (Sepúlveda vd. 2011)

Literatürde nar üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde meyve ve meyve suyu kadar, nar kabuğu ve çekirdekleri üzerinde de birçok sayıda çalışma gerçekleştirildiği ve bu çalışmaların genellikle biyoaktif bileşenlerin ekstraksiyonu, biyoaktif bileşenlerin farklı gıdalarda katkılanarak zenginleştirilmesi, antimikrobiyal özelliklerinin belirlenmesi, toz formda ürünlere işlenmesi, vb. konularında yoğunlaştığı görülmüştür (Yang vd. 2022; Hadree vd. 2023; Abdelrahman vd. 2024; Faria ve Silva 2024; Ferrati vd. 2024; Giri vd. 2024; Kiran vd. 2024; Moradnia vd. 2024; Patil vd. 2024; Tian vd. 2024). Ancak nar konusunda ulaşılabilen yayınlar incelendiğinde meyve suyu tozunun akış özelliklerini geliştirme ve kekleşme problemini doğrudan ele alan bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

2.3. Toz Gıdalar

Toz formdaki gıdalar temel olarak stabilitenin korunması, raf ömrünün uzatılması, taşıma maliyetlerinin azaltılması ve kullanım kolaylığı gibi özelliklerinden dolayı üretilmektedir (Ahrné vd. 2008; Dumoulin 2008). Genellikle kurtulmuş olan bir gıdaya boyut küçültme işlemi uygulanarak ya da gıda ekstrahlarının doğrudan veya bir taşıyıcı eşliğinde kurutulmasıyla üretilmektedir (Ratti 2013). Toz gıdalar, doğrudan gıda olarak tüketilebilmesinin yanı sıra çeşitli gıda formülasyonlarında aroma ve tat verici, renklendirici, besin zenginleştirme vb. amaçlarla kullanılmaktadır (Dumoulin 2008).

Toz gıdaların üretilmesinde kullanılan yöntemler hammaddenin yapısına ve özelliklerine göre değişiklik göstermektedir. Hammaddenin kurutulmuş bir katı olması durumunda öğütme, kırma ve ezme gibi boyut küçültme teknikleri kullanılarak toz ürün üretilmektedir. Kullanılan hammaddenin sıvı veya hamur formda olması halinde ise ilk olarak püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, vakum kurutma, tambur kurutma, bant kurutma vb. gibi yöntemlerle hammadde kurutulmakta daha sonra da boyut küçültme teknikleri kullanılarak (gerekli ise) toz ürün üretimi tamamlanmaktadır. Kullanılan üretim teknolojisi son ürünün kalite özellikleri üzerinde doğrudan etkili olmaktadır (Bhandari 2013).

Toz gıdalarda besin içeriği yanı sıra kaliteyi değerlendirmek açısından birçok kriter kullanılmaktadır. Bu kriterler partikül özellikleri ve yığın özellikleri olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Ayrıca tozların nem içeriği ve moleküler yapısı da partikül ve yığın özellikleri üzerinde doğrudan etkili olduğu için önemli kalite kriterlerinden sayılmaktadır (Chavez Montes vd. 2011; Fitzpatrick 2013). Aşağıda toz gıdalarda kaliteyi etkileyen bazı kalite özellikleri verilmiştir.

2.3.1. Nem içeriği ve moleküler yapısı

Bütün gıdalarda olduğu gibi nem içeriği, dolayısıyla su aktivitesi toz gıdalarda ürünün kalitesi ve raf ömrü üzerinde doğrudan etkilidir. Günümüzde gıdaların stabilitesi nem içeriğinden çok su aktivitesi ile ilişkilendirilmektedir. Su aktivitesi basit olarak bir gıdadaki serbest suyun miktarını ifade etmekte olup, mikrobiyal aktivite, enzimatik reaksiyonlar, kimyasal bozulma süreçleri açısından kritik bir öneme sahiptir. Ürünün nem içeriğindeki, dolayısıyla su aktivitesi değerindeki artış, raf ömrünü azaltıcı etki göstermektedir (Mathlouthi 2001; Barbosa-Cánovas vd. 2020). Bununla birlikte nem miktarındaki ve su aktivitesindeki artış ürünün partikül ve yığın özellikleri üzerinde doğrudan etkili olmaktadır. Toz ürünlerde nem içeriğindeki değişime bağlı olarak partikül boyutunda, yapışkanlığında, partikül şeklinde vb. özelliklerde değişimler gözlenmektedir (Fitzpatrick 2013).

Toz gıdaların moleküler yapısı, gıdanın bileşimine ve üretiminde kullanılan kurutma şartlarına bağlı olarak amorf (düzensiz), kristal (düzenli) veya bu iki yapının karışımı halinde olabilmektedir. Kristal ve amorf yapı toz gıdaların genel görünümü Şekil 2.1’de verilmiştir. Ancak birçok kurutma prosesinde kristal yapının oluşumu amorf yapıya göre daha uzun süre gerektirmektedir. Bu sebeple püskürterek kurutma gibi kısa sürelerde gerçekleşen kurutma proseslerinde elde edilen toz ürünler genellikle amorf yapıya sahiptir (Bhandari ve Adhikari 2008). Amorf yapıda moleküller düzensiz, moleküller arası boşluklar daha fazla ve molekül yüzeyleri pürüzlüdür. Bu durum her bir molekülün dış etkilere daha fazla maruz kalmasına sebep olmaktadır. Toz ürünlerin özellikleri ve stabiliteleri bu moleküler yapıya bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kristal moleküler yapıya sahip olan toz gıdalar amorf yapıda olanlara kıyasla az su çeken, daha stabil ve akıcı ancak daha yavaş çözünen bir özelliktedir (Bhandari 2013). Su, viskoziteyi düşürücü etki göstererek yapıda bulunan amorf bileşenlerin yer değiştirmesine olanak sağlamaktadır. Ayrıca su miktarının artışına bağlı olarak ürünün camsı geçiş sıcaklığı (T_g) düşmektedir. Ürünün depolanmasında camsı geçiş sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklık değeriyle karşılaşılması durumunda ise amorf yapıdaki bileşenler, viskoz bir akışkana benzer bir yapı (erimiş plastik benzeri) kazanmaktadır. Bu durum toz ürünlerde kekleşme problemine ve akışkanlıklarının düşüşüne sebep olmaktadır (Fitzpatrick vd. 2007).



Şekil 2.1. Kristal (A) ve amorf (B) moleküler yapı tozlar

2.3.2. Partikül özellikleri

Toz formdaki ürünleri oluşturan partiküllerin şekli, morfolojisi, boyut dağılımı, sertliği vb. özellikleri partiküllerin temel özelliklerini oluşturmaktadır (Fitzpatrick 2013; Baysan vd. 2021). Toz ürünlerin yapısındaki partiküllerin şekli rastgele üç boyutlu yapılarından dolayı net olarak tanımlanamamakla birlikte genellikle küresel, iğne uçlu, açısız, dallanmış, lifli, granül yapıları gibi şekillerle ifade edilmektedir (Baysan vd. 2021). Partiküllerin şekli ve yüzey aktifliği partiküller arası temasın şeklini, yığın yoğunluğunu, depolama özelliklerini, akış özelliklerini vb. bazı özellikleri etkilemektedir (Cuq vd. 2013a; Fitzpatrick 2013). Üründeki partiküllerin çoğunlukla aynı şekillere sahip olması, bir başka ifadeyle asimetric şekilli partiküllerin oransal olarak az bulunması son ürünün bahsedilen bu özelliklerini geliştirici etkisi sebebi ile tercih edilmektedir (Palzer 2005; Fitzpatrick 2013; Baysan vd. 2021).

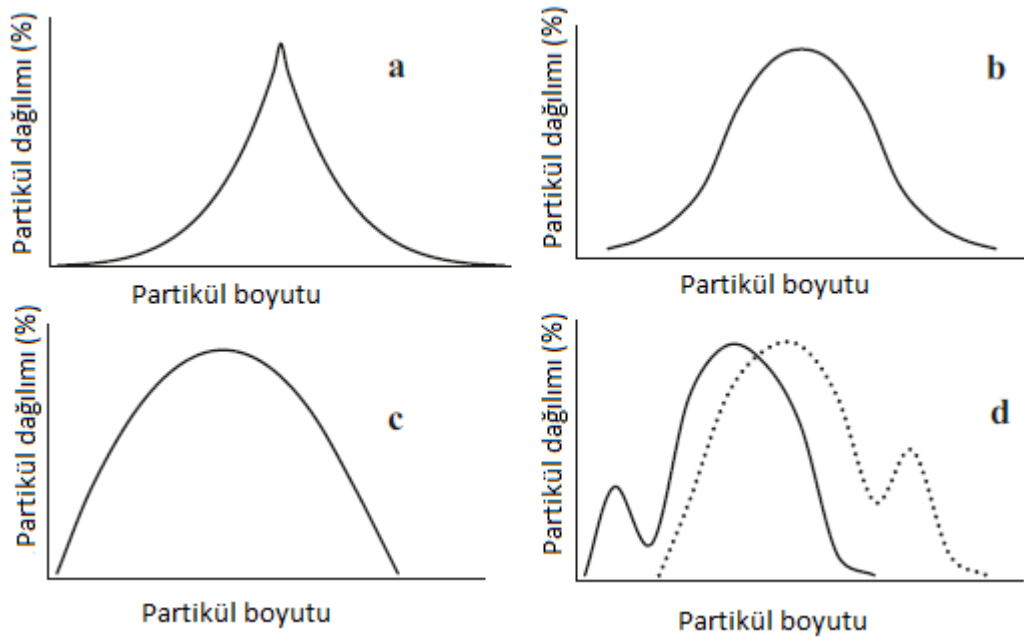
Toz ürünlerde partikül boyutu, yapıyı oluşturan partiküllerin büyüklüğünün ifade edilmesinde kullanılmakta olup, sabit ve düzenli bir partikül şekli bulunmadığı için genellikle üç boyutlu eşdeğer küre yaklaşımıyla (Şekil 2.2) değerlendirilmektedir. Bu yaklaşımda büyüklüğün ifade edilmesinde partikül büyüklük dağılımı, partikül yüzey alanı (aynı yüzey alanına sahip eşdeğer kürenin çapı) ve partikül hacmi (aynı hacme sahip eşdeğer kürenin çapı) kullanılmaktadır (Fitzpatrick 2013).



Şekil 2.2. Eşdeğer küre yaklaşımı (Barbosa-Cánovas vd. 2005)

Partikül boyutu, ürünün toplam yüzey alanı üzerinde doğrudan etkilidir. Toz gıdaların partikül boyutu nanometreden milimetreye kadar değişiklik gösterebilmektedir (Bhandari 2013). Partikül boyutunun çok küçük olması durumunda ürünün toplam yüzey alanı artmakta olup, bu durum partiküller arası ve partikül ile yüzeyler arası etkileşimlerin artmasına imkân vermektedir. Dolayısıyla toz gıdalarda partikül boyutu ve dağılımı, ürünün birçok yığın özelliği üzerinde doğrudan etkili olmaktadır (Fitzpatrick 2013; Baysan vd. 2021). Toz ürünlerde partikül boyutunun genellikle aynı büyüklükte olması istense de bu teknolojik olarak mümkün değildir. Bu sebeple partiküllerin homojen bir büyüklükte dağılım göstermesi, farklı büyüklüklerdeki

partiküllerin ise daha az bulunması arzu edilmektedir (Baysan vd. 2021). Şekil 2.3'te çeşitli partikül boyut dağılımlarına ait örnekler verilmiştir.



Şekil 2.3. Çeşitli partiküllerin boyut dağılım örnekleri (a: arzu edilen; b: homojen; c: geniş boyut dağılımlı; d: değişken boyut dağılımlı) (Baysan vd. 2021)

Partikül yoğunluğu (gerçek partikül yoğunluğu) da toz ürünlerin diğer özelliklerini doğrudan etkileyen bir partikül özelliğidir. Partikül yoğunluğunun yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleriyle karıştırılmaması gerekmekte olup, ürünün kütlelerinin partiküllerin net hacmine (partiküller arası boşluklar kaynaklı hacim dahil değildir) oranını ifade etmektedir (Barbosa-Cánovas vd. 2005). Yüksek partikül yoğunluğu toz ürünlerin ürünün sıvı içinde dibe batışını hızlandırarak rekonstitüsyon özellikleri olumlu yönde etkilemektedir (Baysan vd. 2021).

2.3.3. Yığın özellikleri

Toz gıdaların yığın özellikleri materyalin fizikokimyasal özellikleri ile partikül özelliklerinin bir fonksiyonu olarak ortaya çıkmaktadır. Yığın yoğunluğu, sıkıştırılmış yoğunluk, rekonstitüsyon özellikleri, yapışkanlık, akış özellikleri vb. toz gıdaların yığın özelliklerini oluşturmaktadır (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Koç vd. 2021).

Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk basit olarak bir ambalajın içine ne kadar toz ürün konulabileceğini ifade etmektedir. Ayrıca toz ürünün öğütülme derecesi ve/veya nem içeriği hakkında da bilgi vermektedir. Toz ürünlerin yüksek yoğunluk değerine sahip olması ürünlerin nakliyesinde ekonomik açıdan büyük önem taşımaktadır (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Koç vd. 2021).

Kurutulmuş ürünlerin su alarak uygulanan kurutma prosesinden önceki haline geri dönme yeteneği ürünün rekonstitüsyon yeteneğini ifade etmektedir. Toz bir ürünün rekonstitüsyonu ıslanma, batma, dağılma ve çözünme olmak üzere dört aşamada gerçekleşmektedir. Islanabilirlik yapıyı oluşturan partiküllerin suyla temas etme

yeteneğinin bir göstergesi olup tüm partiküllerin suyla temas ettiği süreyi ifade etmektedir. Toz gıdaların partikül boyutu, yoğunluğu, partikülleri porozitesi, yüzey alanı, yüzey gerilimi ve hidrofobik bileşenlerin varlığı bu süreyi etkilemektedir (Bhandari 2013; Koç vd. 2021). Toz bir ürün suyla etkileşime girdiğinde, su kapiler kuvvetler etkisiyle partiküller arasındaki boşluklara hareket etmektedir. Ancak partikül boyutunun çok küçük olması durumunda ($<100 \mu\text{m}$) suyla temas sonrası çözünen bu küçük partiküller jelimsi bir yapı oluşturmakta ve bu yapı suyun diğer partiküller ile temas yeteneğini sınırlandırarak ürünün su kazanımını engellemekte ve ürün içinde çözünmemiş partikül kümelerinin oluşmasına sebep olmaktadır. Dolayısıyla yapıda çok küçük partiküllerin olması ıslanabilirlik üzerinde olumsuz etki göstermektedir. Batabilirlik partiküllerin ıslanma sonrasında su içine batma süresini ifade etmektedir. Partikül boyutu ve yoğunluğu bu süreyi etkileyen temel faktörlerdir. Dağılılabirlik partiküllerin suya battıktan sonra su içindeki dağılıma hızının göstergesidir. Partikül boyutunun artışıyla artmakta olup yapı içinde ince tozların (partikül boyutu $<90 \mu\text{m}$) oranının artmasıyla ise azalmaktadır. Toz gıdaların rekonstitüsyon sürecinin son aşaması çözünme aşaması olup rekonstitüsyon yeteneği doğrudan tozun çözünürlüğü ile ifade edilebilmektedir. Toz ürünlerin çözünürlüğünü ıslanabilirlik, batabilirlik ve dağılılabirlik özelliklerinin yanı sıra toz gıdaların bileşiminde yağ ve protein varlığı da etkilemektedir. Bu bileşenlerin varlığında uygulanan proses şartları protein yapılarının denatürasyonunda etkili olabileceği için çözünürlük üzerinde doğrudan etkili olmaktadır (Koç vd. 2021).

Akabilirlik toz gıdalarda endüstriyel prosesler açısından en önemli özelliklerden biridir. Toz gıdalarda akabilirlik ürün ve/veya ara ürünlerin tesis içinde bir noktadan başka bir noktaya aktarma, depolama ve formülasyon hazırlama gibi işlemlerde kritik bir öneme sahiptir. Bu sebeple toz formdaki ürünlerin düşük akış özelliklerine sahip olması üretim hızını ve kapasitesini düşürücü yönde etki göstermekte olup üretim aşamalarında sorun teşkil etmektedir (Fitzpatrick vd. 2007).

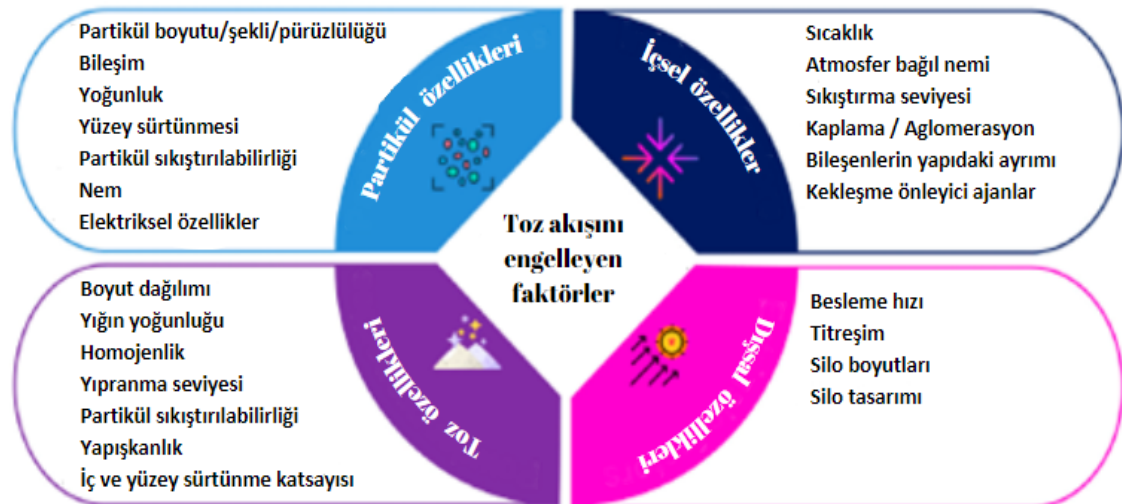
Toz haldeki gıdalarda akış, partikül yığınlarının birbirleri üzerinde ve/veya içinde bulunduğu ortamın yüzeylerinde (silo, borusal sistem vb.) hareket ederek yer değiştirmesini ifade etmektedir (Peleg 1977). Toz ürünlerin akış özelliklerinin bilinmesi üretim tesislerinin uygun özelliklerde kurulumu ve üretim şartlarının ayarlanması açısından önem arz etmektedir. Toz gıdaların akış özelliklerinin değerlendirilmesinde akış indeksi yığın açısı, kayma açısı, taşıma açısı, Hausner oranı ve Carr indeks değeri gibi test parametreleri bulunmaktadır. Carr indeks değeri toz ürünlerin sıkıştırılmış yoğunluk ve yığın yoğunluğu değerlerinin arasındaki farkın yüzdesel olarak bir ifadesidir. Hausner oranı ise sıkıştırılmış yoğunluk değerinin yığın yoğunluğuna oranını ifade etmektedir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Fitzpatrick 2005). Pratik olarak uygulanabilirliği ve nispeten daha ucuz yöntemler olmasından dolayı Carr indeks değeri ve Hausner oranı literatürde yaygın olarak kullanılan parametrelerdir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Jinapong vd. 2008; Descamps vd. 2013; Koc vd. 2014; Koç vd. 2021). Hausner oranı temel olarak ürünün yapışkanlığının bir göstergesi olmakla beraber, yapışkanlığın akabilirlik üzerinde doğrudan etkili olmasından dolayı bir akış indikatörü olarak kullanılabilir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Jinapong vd. 2008; Koç vd. 2021). Her ne kadar bu indikatörler yaygın olarak kullanılsa da, ölçüm sonuçları analizi yapan kişiye göre değişiklik gösterebilmekte, düşük tekrarlanabilirliğe sahip olmakta ve örnekler arasında ayırım yapma açısından yetersiz kalabilmektedir (Suhag vd. 2024).

Carr indeks ve Hausner oranı akış indekslerine göre akabilirlik özelliğinin değerlendirilmesi Çizelge 2.1’de verilmiştir.

Çizelge 2.1. Carr indeks (CI) ve Hausner oranına (HR) göre akabilirlik özelliğinin değerlendirilmesi

Akış indeksi	Değer	Değerlendirme	Kaynak
CI (%)	<15	Çok iyi	(Jinapong vd. 2008)
	15-20	İyi	
	20-35	Orta	
	35-45	Kötü	
	45<	Çok kötü	
HR	1.0-1.1	İyi	(Barbosa-Cánovas vd. 2005)
	1.1-1.25	Orta	
	1.25-1.4	Kötü	
	1.4<	Çok kötü	

Toz ürünlerde akabilirlik ürünün bileşimiyle ve bileşimindeki partiküllerin şekliyle, partikül boyutu ve boyut dağılımıyla, homojenliğiyle, yoğunluğuyla, nem içeriğiyle, kekleşme derecesiyle, adezyon ve kohezyon özellikleriyle doğrudan ilişkilidir (Stoklosa vd. 2012; Koç vd. 2021; Suhag vd. 2024). Akış özelliklerini etkileyen faktörler aşağıdaki Şekil 2.4’te özetlenmiştir. Partikül boyutu düşmesi, toplam yüzey alanını artırıcı etki göstermektedir. Partikül yüzey alanının artması durumunda ise partiküller arası ve partikül-yüzey etkileşimleri artmakta, bu durum ise akış özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Özellikle ince tozların partikül dağılımı içindeki oranını artması durumunda partiküller arası sürtünme kuvvetlerinin artışına bağlı olarak akış özellikleri negatif yönlü olarak etkilenmektedir. Genel olarak 200 µm ve üzerindeki partikül boyutuna sahip olan ve partikül boyut dağılımı dar bir aralıkta olan toz gıdalar iyi akış özellikleri göstermektedir (Fitzpatrick 2005).



Şekil 2.4. Toz ürünlerin akış özelliklerini etkileyen faktörler (Suhag vd. 2024)

Toz gıdanın nem içeriği akış özellikleri üzerinde önemli derecede etkili olan bir diğer faktördür. Toz gıdaların denge bağıl nem içeriği 20 °C sıcaklıkta genellikle %25'in altındadır. Dolayısıyla gıdanın bulunduğu ortamdaki havanın çoğunlukla daha nemli olduğu bir gerçektir. Bu durumda havadaki nem gıdaya difüze olmakta ve nem içeriği artmaktadır. Nem miktarındaki bu artış partiküller arası sıvı köprüleri oluşturarak ve kapiler kuvvetler etkisiyle toz gıdanın akma özelliğini azaltıcı etki göstermektedir. Ayrıca nem miktarındaki artış toz gıdaların akabilirlik özellikleri üzerinde en olumsuz etkiye sahip faktörlerden biri olan kekleşme problemine sebep olabilmektedir (Fitzpatrick 2005).

2.4. Toz Gıdalarda Kekleşme

Kekleşme (topaklanma) gıda, yem, eczacılık, gübre gibi toz ürünlerin üretildiği ve/veya kullanıldığı birçok sektör için büyük bir problem durumundadır. Gıda bilimi açısından kekleşme serbestçe akabilme özelliğine sahip toz ürünlerin **kontROLSÜZ bir şekilde** birleşerek akış özelliklerinin bozulmuş büyük yığınlar oluşturması şeklinde tanımlanabilmektedir (Aguilera vd. 1995; Christakis vd. 2006; Ruan vd. 2007; Zafar vd. 2017; Yapıcı vd. 2021). Bir başka ifade ile kekleşme toz ürünlerin yapısında bulunan partiküllerin birleşerek boyutlarının büyümesini (aglomerasyon) ifade etmektedir. Bu yönü ile incelendiğinde üretim sırasında kontrollü bir şekilde ve istenerek gerçekleştirilen partikül büyütme işlemi (aglomerasyon) ürün özelliklerini geliştiren bir proses olarak kabul görmektedir. Ancak, toz ürünün üretimi ve sonrasında (özellikle paketlenme, depolama, nakliye aşamalarında) **istem dışı ve kontROLSÜZ bir şekilde gerçekleşen** partikül büyümesi (kontROLSÜZ aglomerasyon) ise kekleşme olarak ifade edilmekte ve ürün özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir (Lipasek vd. 2012; Chen vd. 2019). Kekkemiş yapıdaki bazı toz gıdaların görüntüleri Şekil 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.5. Kekkemiş yapıdaki toz gıda örnekleri

Toz gıdalarda kekleşmenin miktarına ve yapısına bağlı olarak yapıda eski haline dönebilen topaklar veya geri dönüşsüz formda ve orijinal ürün özelliklerini tamamen kaybetmiş yapılar oluşabilmektedir (Zafar vd. 2017). Toz gıdalarda kekleşme ürünün kalitesini, kullanılabilirliğini, akabilme yeteneğini, rehidrasyon özelliklerini, çözünürlüğünü, duyu özelliklerini kötüleştirmekte ve raf ömrünü olumsuz etkilemektedir (Lipasek vd. 2012; Freeman vd. 2015; Yapıcı vd. 2021).

Kekleşme problemi ürünün üretimi ve/veya depolanması sırasında ortaya çıkabilmekte olup, bu problemin oluşumunda temel olarak partiküllerin adezyon ve kohezyon özellikleri etkili olmaktadır (Adhikari vd. 2005; Muzaffar vd. 2015). Bu problem yaygın olarak amorf yapıda bileşen içeren gıdalarda gözlenirse de uygun şartlar

altında kristal yapıdaki gıdalarda da görülebilmektedir (Hartmann ve Palzer 2011; Palzer ve Sommer 2011; Zafar vd. 2017; Chen vd. 2019). Toz gıdalarda kekleşme mekanik kuvvetler, moleküler ve elektrostatik kuvvetler, plastik deformasyon, sıvı/katı köprüleri vb. gibi çeşitli mekanizmalarla gerçekleşebilmektedir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Salameh ve Taylor 2006; Feeney ve Fitzpatrick 2011). Amorf formda bileşenler içeren toz gıdalardaki kekleşme camsı geçiş sıcaklığı ve nem kaynaklı olabilirken, kristal yapılu tozlarda ise kekleşme genellikle depolama atmosferindeki nem kaynaklı olarak ortaya çıkmaktadır. Her iki grupta da sıcaklık ve atmosfer bağıl nemindeki değişimler kekleşmeyi etkileyen temel faktörler olup, ürün bileşimi, ürünün yağ içeriği, partikül şekli, ürüne uygulanan kuvvetler, partikül boyutu ve dağılımı da kekleşmeyi etkilemektedir (Palzer 2005; Ganesan vd. 2008; Haider vd. 2014; Carpin vd. 2017; Chen vd. 2019). Ayrıca bileşiminde yağ içeren toz gıdalarda depolama sıcaklığına bağlı olarak yağın erimesi ve tekrar donması ile de kekleşme görülebilmektedir (Dopfer vd. 2013). Kекleşmenin oluşumunda gıda bileşimindeki partiküllerin bir araya gelmesi gerekmektedir. Dolayısıyla kekleşmenin oluşumunda partiküller arasındaki manyetik kuvvetler, elektrostatik kuvvetler, Van der Waals kuvvetleri, sıvı köprüler ve katı köprüler etkili olmaktadır. Katı ve sıvı köprüler ile oluşan kekleşmiş yapılar diğerlerine göre daha sert ve dayanıklı bir yapıdadır (Zafar vd. 2017). Bu katı köprüler sıvı köprülerin bileşimindeki suyun buharlaşması ile veya sinterleme, erime/katılaşma, çözünme/kristalleşme gibi mekanizmalarla oluşabilmektedir (Hartmann ve Palzer 2011). Amorf ve kristal yapılar için en yaygın kekleşme mekanizmaları aşağıda verilmiştir.

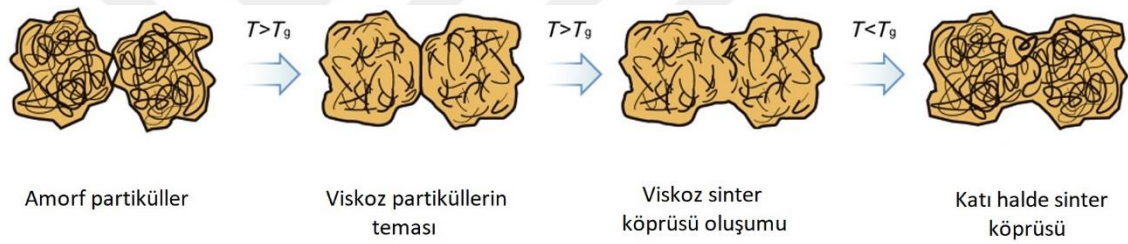
2.4.1. Amorf yapılu gıdalarda kekleşme

İçinde amorf yapıda bileşenler bulunduran toz gıdalarda kekleşme temel olarak camsı geçiş sıcaklığına ve depolama atmosferinin sıcaklığındaki ve nem bileşimindeki değişimlere bağlı olarak sinter köprüleri üzerinde gerçekleşmektedir. Sinterleme; yüzey gerilimi ve/veya harici bir kuvvet etkisi ile atomların ve/veya moleküllerin komşu partiküller arasındaki boşluklara hareket ederek bir bütün gibi davranmasını ifade etmektedir. Moleküler düzeydeki bu hareketliliğin seviyesi materyalin viskozitesi ile ters orantılıdır. Amorf yapılu gıdalarda sinterleme oluşumunu tetikleyen moleküler hareketlilik artışı ve viskozite düşüşü, dolayısıyla nem miktarındaki artış ve/veya sıcaklık artışı ile ilişkilidir. Toz gıdalarda sinterleme toz partiküllerinin camsı geçiş sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda veya suyun plastikleştirici (yapıştırıcı) etkisi yardımıyla birleşerek toplam yüzey enerjisini azaltmasını ifade etmektedir. Partiküllerin birbirine yapışması sonucunda arada oluşan köprüler sinter köprüleri olarak adlandırılmaktadır (Palzer 2007; Dhanalakshmi vd. 2011).

Camsı geçiş; camda da olduğu gibi katı özellikleri gösteren amorf materyallerin, bu özelliklerini kaybederek oldukça viskoz ve akışkan bir yapıya geçmesi sonucu katı ve sıvı arası özellikler gösteren bir yapı almasını ifade etmektedir. Amorf yapıdaki bileşenlere özgü olan bu dönüşümün gerçekleştiği sıcaklık ise camsı geçiş sıcaklığı olarak adlandırılmaktadır. Amorf yapıdaki bir bileşenin camsı geçiş sıcaklığı yapısındaki dallanma seviyesi ile ters, çapraz bağların sayısı ve moleküler ağırlığı ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Bir gıdanın camsı geçiş sıcaklığı ise, bu gıdayı oluşturan bileşenlerin kompozisyonu ve gıdanın su içeriği (dolayısıyla su aktivitesi) ile doğrudan ilişkili olup, gıda bileşimindeki düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip

bileşenlerin ve gıdanın nem içeriğinin artması camsı geçiş sıcaklığını düşürücü etki göstermektedir (Roos 2010; Roos 2020).

Toz gıdaların depolama aşamasında camsı geçiş sıcaklığının üstünde bir sıcaklığa maruz kalması durumunda ($T-T_g > 0$) amorf yapılar viskoz bir akışkan haline dönüşerek (erimiş bir plastik gibi) yapı içinde hareketlilik kazanmaktadır. Bu durumda amorf bileşenler farklı partiküllerin arasında hareket ederek bu partiküllere temas yoluyla yapışmakta ve bu partiküller arasında sinter köprüleri oluşmaktadır. Ortam sıcaklığının tekrar camsı geçiş sıcaklığının altına düşmesi durumunda ise bu amorf yapılar tekrar kristal benzeri katı bir hale dönüşmektedir. Katı hale dönüşmüş olan bu amorf yapılar ve birleştikleri diğer bileşenler daha büyük partikül boyutuna sahip tek bir partikül gibi hareket etmekte, böylece kekleşme problemi ortaya çıkmaktadır (Şekil 2.6). Camsı geçiş sıcaklığı, kekleşme probleminin oluşumundaki kritik etkisi sebebiyle birçok kurutma prosesinde yapışma indikatörü olarak değerlendirilmektedir. Su amorf yapıları gıdalarda hem plastikleştirici hem de camsı geçiş sıcaklığını düşürücü yönde etki göstermektedir. Bu sebeple ürünün su içeriği de kekleşme probleminde doğrudan etkili olmaktadır (Bhandari ve Adhikari 2008; Carpin vd. 2016; Zafar vd. 2017; Chen vd. 2019)



Şekil 2.6. Camsı geçiş sıcaklığına bağlı olarak amorf yapılarda sinter köprüsü kaynaklı kekleşme oluşumu (Chen vd. 2019)

Amorf yapılarda karşılaşılan bir diğer kekleşme şekli ise depolama atmosferi bileşimindeki nem kaynaklı olarak ortaya çıkmaktadır. Bu yapıdaki toz gıdalar yapısal özellikleri sebebiyle kristal yapıdakilere kıyasla bileşiminde daha fazla su bulundurabilmektedir. Amorf yapıdaki toz gıdaların depolandığı ortamın sıcaklık değişimi veya başka bir nedenden dolayı bağıl nem (RH) içeriğinin artması durumunda bu nem gıdaya adsorbe olmaktadır. Bu nemin kapiler boşluklarda yoğunlaşması durumunda ortaya çıkan su plastikleştirici etki göstermekte ve partiküllerin yapışarak sinter köprüleri oluşturmalarına neden olmaktadır. Depolama şartlarının değişimine bağlı olarak atmosfer bağıl neminin azalması durumunda ise sinter köprülerini oluşturan su tekrar buharlaşarak sinter köprüleri katılaşmakta ve kekleşme problemi ortaya çıkmaktadır (Şekil 2.7). Depolama şartlarındaki salınım sayısı oluşan nem çevrimini doğrudan etkilediği için döngü sayısı arttıkça kekleşme seviyesi de artmaktadır (Christakis vd. 2006; Hartmann ve Palzer 2011; Zafar vd. 2017; Chen vd. 2019).



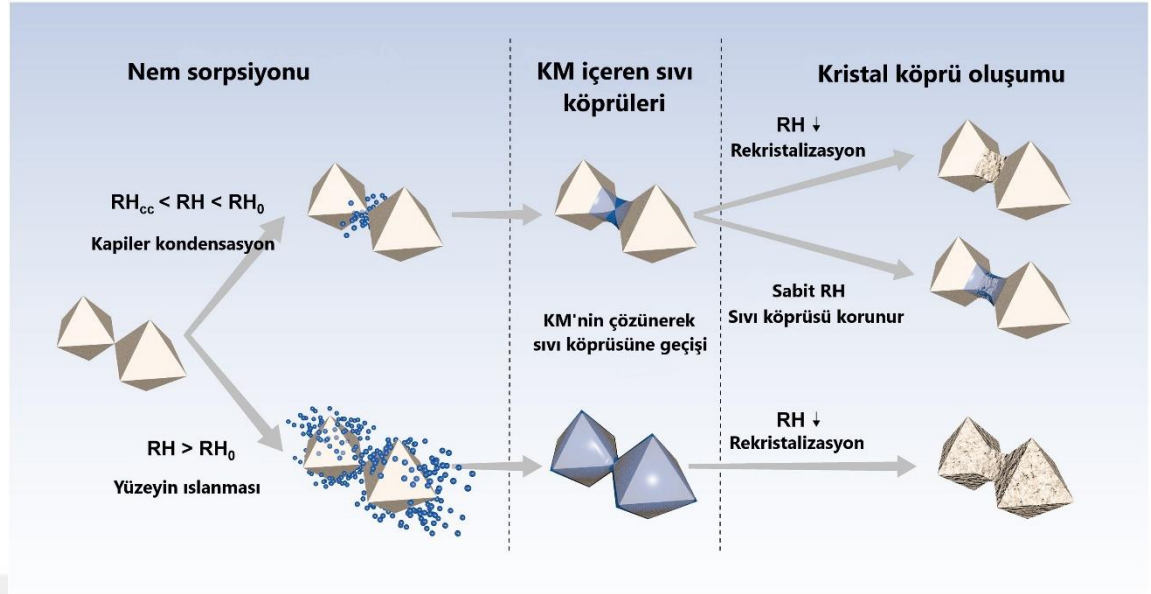
Şekil 2.7. Depolama atmosferinin bağıl nemine bağlı olarak amorf yapılarda sinter köprüsü kaynaklı kekleşme oluşumu (Chen vd. 2019)

2.4.2. Kristal yapıli gıdalarda kekleşme

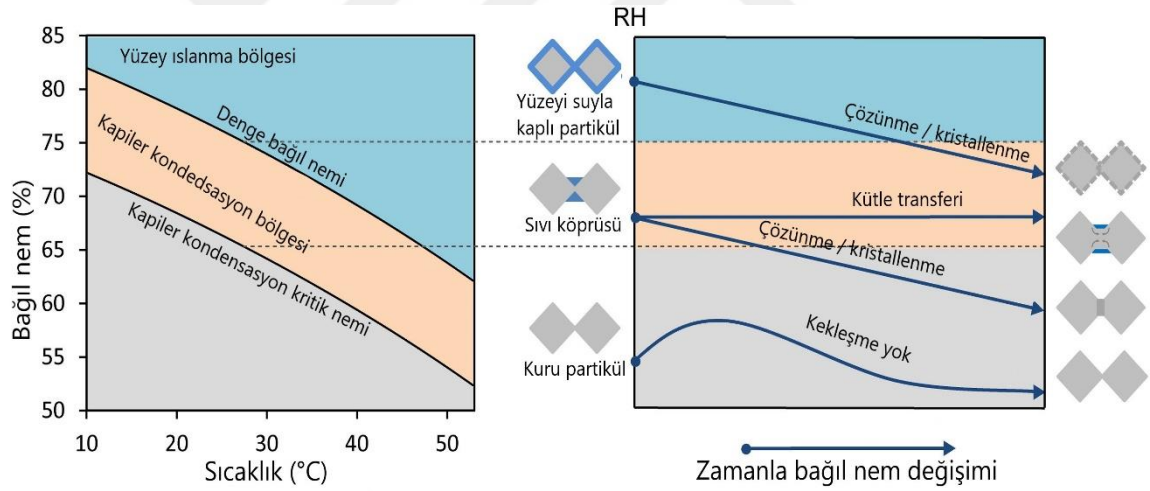
Kristal yapıli gıdalarda kekleşme genellikle depolama atmosferi nemi kaynaklı olarak ortaya çıkmaktadır. Atmosferin ve gıdanın bağıl nem değeriine büyüklüğüne göre bu kekleşme kapiler kondensasyon veya yüzey ıslanması sonucu oluşan çözünme/kristalleşme döngüleri ile gerçekleşmektedir. Atmosfer neminin yanı sıra partiküllere kuvvet uygulanması sonucu da kekleşme görülebilmektedir (Scholl ve Schmidt 2014; Chen vd. 2018).

Partikül yüzeylerinin ıslanmasına bağıli olarak oluşan kekleşme atmosferin bağıli neminin toz gıdanın denge bağıli nem değeriinden daha yüksek olduđu depolama şartlarında gerçekleşmektedir. Bu şartlar altında atmosfer nemi toz partiküllerinin çevresinde yoğunlaşarak partikül yüzeylerinin suyla film gibi kaplanarak ıslanmasına sebep olmaktadır. Bunun sonucunda partikül yüzeylerinden suya kütle transferi gerçekleşmekte ve partiküller arasında çözünmüş kurumadde içeren sıvı köprüleri oluşmaktadır. Çevresel şartların değışimine bağıli olarak atmosfer bağıli neminin gıdanın denge bağıli neminin altına düşmesi durumunda ise çözünmüş kurumadde içeren sıvı köprülerindeki su tekrar buharlaşmakta ve partiküller arası kristal (katı) köprüler oluşmaktadır. Bu durum partiküllerin bir araya gelerek büyümesine ve kekleşme problemine sebep olmaktadır. Çevresel faktörlerdeki salınım sayısı arttıkça partikül boyutundaki kontrolsüz büyüme devam etmekte ve kekleşme oranı artmaktadır (Carpin vd. 2016; Zafar vd. 2017; Chen vd. 2018)

Kristal yapıli toz gıdalarda bir diğeri kekleşme şekli kapiler boşluklardaki su buharının yoğunlaşması kaynaklıdır. Depolama atmosferinin bağıli neminin gıdanın denge bağıli neminden küçük ancak kapiler kondensasyon için kritik bağıli nem değeriinden daha yüksek olduđu durumlarda gözlenmektedir. Bu şartlarda partiküller arasındaki kapiler boşluklarda yer alan hava bileşimindeki nem yoğunlaşarak partikül yüzeylerin belirli noktalarda birikmekte ve ıslanmaya sebep olmaktadır. Su ile temas halinde olan partikül yüzeylerinde kütle transferi gerçekleşmekte ve partiküller arasında çözünmüş katı içeren sıvı köprüleri oluşmaktadır. Havanın bağıli neminin düşmesi sonucunda ise yoğunlaşan bu su tekrar gaz fazına geçmekte ve partiküller arası katı köprüleri oluşturarak kekleşme problemine yol açmaktadır (Feeney ve Fitzpatrick 2011; Carpin vd. 2016; Chen vd. 2018). Islanma ve kapiler kondensasyon kaynaklı olan kekleşme oluşum mekanizması (Şekil 2.8) ve ortamın bağıli neminin kekleşme oluşumu üzerindeki etkisi (Şekil 2.9) aşağıdaki şekillerde özetlenmiştir.



Şekil 2.8. Depolama atmosferinin nem bileşimine bağlı olarak kristal yapı tozlarda kapiler kondensasyon ve yüzey ıslanması ile kekleşme oluşumu (RH_{cc} : kapiler kondensasyon kritik bağıl nemi alt sınırı, RH_0 : denge bağıl nemi) (Chen vd. 2019)



Şekil 2.9. Yüzey ıslanması ve kapiler kondensasyon kaynaklı kekleşmenin, ortamın bağıl nemiyle ilişkili olarak oluşumu (Chen vd. 2018)

Önceki bölümlerde bahsedildiği üzere kekleşme probleminin ortaya çıkmasında toz örneğin amorf ya da kristal yapıda olmasına göre farklılık gösterse de, çevresel faktörler ve/veya ürünün bileşimi kaynaklı faktörler etkili olmaktadır. Dolayısıyla kekleşme probleminin azaltılması ve/veya önlenmesi için söz konusu faktörlerin kontrolü gerekmektedir. Ortaya çıkan kekleşmenin oluşma mekanizmasına göre kekleşme probleminin önlenmesinde çeşitli yöntemler kullanılabilmektedir (Yapıcı vd. 2021).

Depolama atmosferindeki nem kaynaklı ortaya çıkan kekleşme problemi, havanın bileşimindeki nemin su ve gaz fazları arasındaki çevrimi sonucunda kekleşme

problemine sebep olmaktadır. Bu sebeple ortam havasının düşük bağıl nem değerine sahip olması ve nem çekmesini engellemek amacıyla düşük sıcaklıklarda tutulması nem kaynaklı kekleşme probleminin önlenmesinde önemli rol oynamaktadır. Ancak ürün nemini korumanın ve düşük sıcaklıklarda depolamanın altyapı yetersizliği ve ek maliyet oluşturmamasından dolayı her zaman uygulanamamaktadır (Zafar vd. 2017; Peleg 2020).

Amorf yapılı toz gıdalarda camsı geçiş sıcaklığına bağlı olarak oluşan kekleşmenin önlenmesinde ürünün üretim ve depolama aşamalarındaki sıcaklığı kritik rol oynamaktadır. Bu aşamalarda ürünün, camsı geçiş sıcaklığından daha yüksek sıcaklık değerlerine maruz kalmaması kekleşme probleminin önlenmesinde etkili olmaktadır. Dolayısıyla ürünün camsı geçiş sıcaklığı ne kadar yüksek ise sıcaklığa bağlı kekleşme yaşanma ihtimali de o derece az olacaktır. Bunu sağlayabilmek amacıyla ürünün camsı geçiş sıcaklığının artırıcı veya düşmesini önleyici önlemler alınabilmektedir. Ürünün nem içeriğinin düşük tutulması ve içeriğinde bulunan düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip bileşenlerin alternatifleri ile değiştirilmesi (varsa) bu amaçla uygulanabilmekte ve kekleşmeyi önleyici bir etki göstermektedir (Chen vd. 2018; Peleg 2020).

Partiküllere uygulanan kuvvetlerin büyüklüğü kekleşme oluşumunda etkili bir rol oynamaktadır. Partiküllerin birbirlerine doğru hareketine sebep olan kuvvetler arttıkça kekleşme potansiyeli artmaktadır. Dolayısıyla bu kuvvetin azaltılması kekleşmeyi önleyici/geciktirici etki gösterecektir. Bu amaçla özellikle silo vb. yapılarda daha fazla depolama hacmi kazanmak amacıyla yükseklikten ziyade taban çapının artırılması kekleşmeyi önlemede etkili olacaktır (Chen vd. 2018)

Kekleşmenin önlenmesinde, kekleşme probleminde etkili olan çevresel faktörlerin kontrol altına alınması ve/veya gıdaya özgü kekleşmeyi artırıcı etkilerin kontrolü kritik rol oynamaktadır. Ancak her ne kadar etkili olsa da bu faktörlerin her zaman kontrol edilememesi problemlere yol açmaktadır. Bu yüzden kekleşmenin önlenmesinde çevresel faktörlere ve toz gıdaların özelliklerine olan bağımlılığın azaltılmasına yönelik alternatif uygulamalar da bulunmaktadır. Toz gıdalarda kekleşme önleyici ajanların kullanımı ve/veya bu tozların partikül boyutunun aglomerasyon teknikleriyle kontrollü olarak büyütülmesi bu kapsamda uygulanabilen yöntemler arasındadır. Bu yöntemler aşağıda irdelenmiştir.

2.5. Kekleşme Önleyici Ajanlar

Akış özelliklerini modifiye edici vb. çeşitli adlarla da adlandırılabilen kekleşme önleyici ajanlar, toz ürünlerde kekleşme probleminin önlenmesi ve akış özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla kullanılabilen doğal veya yapay yapıdaki katkılardır. Doğal ve sentetik yapılı olarak üretilen ve kimyasal açıdan inaktif (inert) yapıdaki bu katkılar genellikle ince tozlardan (partikül büyüklüğü $<100 \mu\text{m}$) oluşmaktadır ve geniş bir yüzey alanına sahiptir. Çoğunluğu suda çözünmeyen bu katkılar geniş yüzey alanları sayesinde bol miktarda suyu adsorbe edebilme yeteneğine sahiptir. Kekleşme önleyici ajanların bu özelliği sağlayabilmesi için kullanıldığı gıda bileşimindeki partiküllerin büyüklüğünden daha küçük bir partikül boyutuna sahip olması gerekmektedir (Ganesan vd. 2008; Yapıcı vd. 2021).

Kekleşme önleyici ajanlar birden fazla etki mekanizması ile kekleşme problemini geciktirme ve/veya engelleme etkisi göstermektedir. Bu mekanizmalar aşağıda maddeler halinde sıralanmıştır (Lipasek vd. 2011; Zafar vd. 2017; Yapıcı vd. 2021).

- Yüksek nem çekme özellikleri sayesinde, eklendiği gıdanın bileşimindeki partiküllerle ortamdaki nem için yarışmakta ve gıda partiküllerinin nem ile etkileşime girmesini sınırlandırmaktadır. Böylece nem kaynaklı sıvı katı köprüleri oluşumu engellenerek ve/veya nem kaynaklı camsı geçiş sıcaklığının düşüşü engellenerek kekleşme oluşumu önlenmektedir.
- Gıdanın bileşimindeki partiküller arası boşluklara yerleşerek partiküller arasında bir bariyer özelliği göstermekte ve partiküllerin birbirleri ile etkileşime girerek sıvı köprüleri oluşturmasını sınırlandırmaktadır. Bu sayede partiküllerin birbirine yapışması önlenerek kekleşme problemi engellenmektedir.
- Eklendikleri gıdanın bileşiminde bulunan diğer bileşenlere göre daha yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip olmaları sayesinde ürünün camsı geçiş sıcaklığını arttırmaktadır. Böylece ortam sıcaklığının, camsı geçiş sıcaklığından yüksek olma ihtimali sınırlandırılarak camsı geçiş sıcaklığı kaynaklı kekleşme probleminin oluşma ihtimali azaltılmaktadır.
- Lipit yapılı olan kekleşme önleyici ajanlar partikül yüzeylerini sararak neme karşı bir bariyer oluşturmakta ve nemin partiküller üzerindeki etkisini engellemektedir. Böylece nem partiküllerle etkileşime girememekte ve kekleşme önlenebilmektedir.

Literatürde kekleşmeyi önleme amacıyla birçok kekleşme önleyici ajanın kullanımı bildirilmiştir. Bu ajanlar genellikle silikat (silikon dioksit, alüminyum silikat, vb.) fosfat (trikalsiyum fosfat, kalsiyum fosfat, vb.) ve stearat (magnezyum stearat, kalsiyum stearat vb.) grubu bileşiklerden oluşmaktadır. JECFA, FDA ve WHO gibi kuruluşların yayınladığı verilere göre bu katkı maddelerinin gıdalarda kullanımı belirtilen limitlerin içinde kullanılması koşuluyla genel olarak güvenli (GRAS) kabul edilmektedir (Blekas 2016; Anonymous 2021; Yapıcı vd. 2021).

2.6. Aglomerasyon/Granülasyon Teknikleri

Aglomerasyon ve granülasyon prosesleri uygulanma şekli ve elde edilen ürünler açısından benzerlik gösterse de uygulanma amaçları açısından farklılık göstermektedir. Aglomerasyon işlemi genellikle toz ürünün rekonstitüsyon özelliklerini (ıslanabilirlik, çözünürlük vb.) geliştirmek amacıyla uygulanırken granülasyon işleminde temel hedef ürünün partikül boyutunun büyütülerek akış özelliklerinin iyileştirilmesidir (Bozkurt vd. 2020). Her iki proses de toz partiküllere uygulanan bir boyut büyütme işlemi olup küçük boyutlu (ince yapılı) birincil partiküllerin birbirleriyle birleşerek daha büyük partikül boyutuna sahip ve gözenekli ikincil partiküllerin (aglomerat) oluşmasını ifade etmektedir. Temel olarak fiziksel bir işlem olup; gıda, eczacılık, madencilik, gübre, deterjan, yem vb. birçok endüstride ürün özelliklerini geliştirmek için aglomerasyon tekniklerinden faydalanılmaktadır (Dhanalakshmi vd. 2011; Pathare ve Byrne 2011;

Bück ve Tsotsas 2016). Tanım ve oluşum mekanizmaları açısından kekleşme problemi ile benzerlik gösterse de toz gıdalarda karşılaşılan kekleşme problemi ve aglomerasyon teknikleriyle sağlanan partikül büyütme işlemi birbirlerinden partikül büyüme işleminin **kontrollü ve istenerek gerçekleştirilmesi** açısından farklılık göstermektedir. Partikül boyutunun kontrolsüz büyüyerek büyük kütleler oluşturması (kekleşme) ürünün kullanımında olumsuz etki gösterirken, kontrollü olarak sağlanan partikül büyütme işlemi (aglomerasyon) ürün özelliklerini geliştirmektedir (Palzer 2007). Aglomerasyon işlemi sonucunda toz ürünlerin;

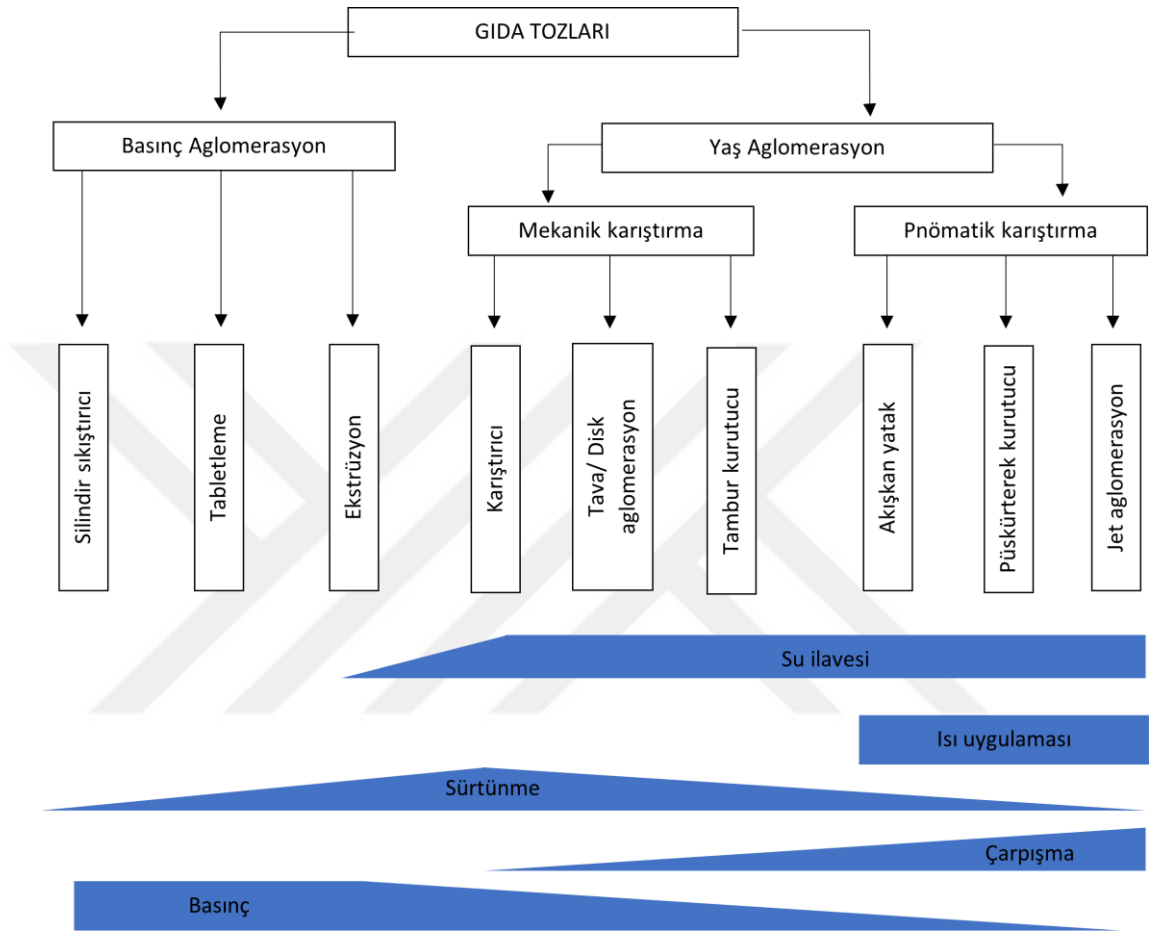
- Partikül boyut dağılımı değiştirilerek ürünün buna bağlı olan özelliklerin değiştirilmesi,
- Akış özelliklerinin geliştirilebilmesi,
- Akış özelliklerine bağlı olarak mekanik sistemlerdeki dozajlama özelliklerinin iyileştirilebilmesi,
- Çözünürlük özellikleri geliştirilerek kolay çözünür yapıda olması (instant),
- Bileşimindeki ince yapılı tozların miktarı azaltılarak işleme özelliklerinin iyileştirilebilmesi ve toz patlaması riskinin elimine edilebilmesi,
- İçeriğini oluşturan farklı bileşenlerin birbirinden ayrılması engellenerek homojen yapıda olması,
- Düşük topaklanma eğilimi ile kekleşme probleminin önlenmesi

sağlanabilmektedir (Ahrné vd. 2008).

Kekleşme konu başlığı altında da bahsedildiği üzere, kekleşme probleminin oluşumu için partiküllerin bir araya gelmeleri ve partiküller arası çekme geriliminin (polar etkileşimler, Van der Waals bağları vb.) etkili olması gerekmektedir. Bu partiküller arası etkileşimlerin kuvveti partikül toplam yüzey alanıyla orantılı, partikül boyutuyla ise ters orantılı olarak değişmektedir. Dolayısıyla toz ürünlerde partikül boyutunun büyütülmesi (özellikle ince yapılı tozların oranının azaltılması) toplam yüzey alanının ve partiküller arası gerilimlerin azaltılmasını sağlayacak ve kekleşmede etkili olan bu kuvvetlerin gücü azaltılabilecektir. Nitekim, aglomerasyon teknikleri de partikül boyutunun büyütülmesini sağlayan bir proses olup prosesle sağlanan boyut büyütme işlemi toplam yüzey alanını ve partiküller arasındaki interaksyonların kuvvetini azaltarak kekleşme oluşumunu azaltıcı/önleyici etki göstermektedir (Mehos 2021). Bununla birlikte küçük partikül boyutuna sahip ürünlerin yine toplam yüzey alanının fazla olmasından dolayı daha fazla nem çektiği ve kekleşmeye daha yatkın olduğu bilinmektedir. Aglomerasyon uygulamaları partikül boyutunun büyütülmesiyle ürünün sorpsiyon özelliklerini değiştirerek te kekleşmeyi önleyici etki göstermektedir (Carpin vd. 2017)

Toz gıdaların aglomerasyonu karışık ve kompleks mekanizmalar üzerinden gerçekleşmekte ve bağlayıcı ajan (sıvı) kullanılıp kullanılmadığına göre basınç aglomerasyonu ve yaş aglomerasyonu olarak iki ana gruba ayrılabilir. Uygulanan

aglomerasyon tekniğine bağlı olarak aglomeratların oluşumunda su ilavesi (bağlayıcı sıvı), ısıtma, sürtünme, çarpışma ve basınç faktörlerinden bir veya birden fazlası aynı anda etkili olmaktadır. (Palzer 2011; Cuq vd. 2013b). Aşağıdaki şekilde (Şekil 2.10) aglomerasyon teknikleri gruplandırılmış, bu tekniklerde etkili olan faktörler ve etkinin yoğunluğu gösterilmiştir.



Şekil 2.10. Gıdalarda uygulanan aglomerasyon yöntemleri ve bu tekniklerde etkili olan faktörler (Cuq vd. 2013a)

2.6.1. Basınç aglomerasyonu

Basınç aglomerasyonu bağlayıcı sıvı kullanılmadan gerçekleştirilen bir aglomerasyon uygulaması olup, ürünün işlem sonrası tekrar kurutulmasına gerek duyulmaması sebebi ile yaş aglomerasyon tekniklerine kıyasla kısmen düşük maliyetli bir tekniktir. Özellikle suya karşı hassas olan materyallerin aglomere edilmesinde avantaj sağlamaktadır. Bu teknikte moleküler, elektrostatik ve manyetik kuvvetler ile birlikte termal ve kimyasal reaksiyonlar etkili olup, bu kuvvetlerin aglomerasyon prosesindeki etkisi partikül boyutu ile doğrudan ilişkilidir. 1 mm ve daha büyük boyutlu partiküllerin aglomerasyonunda, partiküllerin birbiriyle birleşmesinde ağırlık önemli rol oynamaktadır. Daha küçük boyutlu partiküllerin aglomerasyonunda ise moleküler düzeydeki kuvvetler ön plana çıkmaktadır. Söz konusu kuvvetler kısa mesafelerde etkili

olduklarından sıkıştırma/presleme vb. bir işlem ile partiküller arası mesafenin azaltılması gerekmektedir (Bück ve Tsotsas 2016).

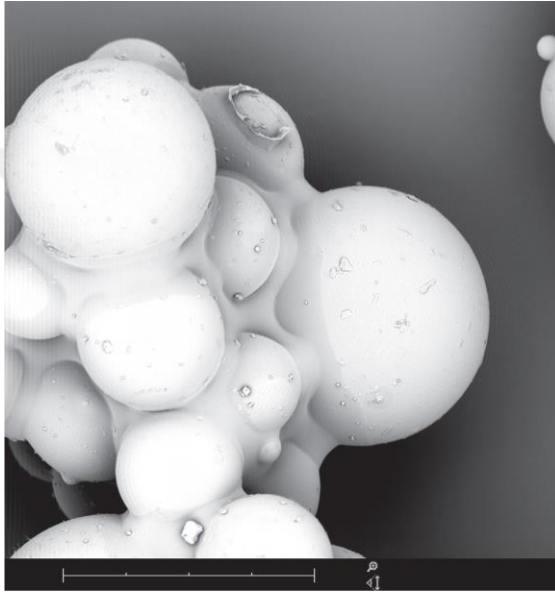
Sıvı ilavesi yapılmadan uygulanan bu teknikte partiküller arası moleküler düzeydeki kuvvetler, partiküllerin birleşerek büyümesini/bir arada kalmasını sağlamakta ve aglomerasyon gerçekleşmektedir. Basınç aglomerasyonu iki aşamada gerçekleştirilmekte olup ilk aşama uygulanan basınç nedeniyle parçacıkların yeniden düzenlenmesini, ikinci aşama ise yüksek basınç nedeniyle kırılğan parçacıkların sıkıştırılarak plastik deformasyonunu içermektedir. Herhangi bir sıvı ilavesi olmaması son üründe ekstra bir kurutma gereksinimini ortadan kaldırmaktadır. Basınç aglomerasyonu yaygın olarak silindir sıkıştırıcı, tabletleme ve ekstrüzyon (ekstrüder) makineleri kullanılarak gerçekleştirilmektedir (Dhanalakshmi vd. 2011; Cuq vd. 2013a).

2.6.2. Yaş aglomerasyon

Yaş aglomerasyon, bağlayıcı ajan/sıvı kullanılarak gerçekleştirilen bir aglomerasyon tekniğidir. Bu teknikte mekanik veya pnömatik yöntemlerle sürekli olarak karıştırılan partikül yüzeylerine sıvı bir materyal (genellikle su veya sulu çözelti) püskürtülmekte ve partiküllerin birbirleri ile çarpışmaları sonucunda partiküller arası sıvı köprüleri üzerinden birleşmeleri sağlanmaktadır. Bağlayıcı ajan olarak sadece su kullanımı durumunda partikül yüzeyindeki katı faz çözünerek, bir çözelti kullanımı durumunda ise hem partikül yüzeyindeki katı fazın çözünmesi hem de çözelti bileşiminde bulunan çözünmüş haldeki katı fazın etkisiyle partiküller arası sıvı/katı köprüleri oluşmaktadır. Partiküller arası çarpışmalar/bağlanmalar devam ettikçe bu sıvı/katı köprüleri ile partikül boyutu artmaktadır. Sisteme eklenen bağlayıcı sıvı uygulanan aglomerasyon tekniğine göre eş zamanlı ve/veya işlem sonrasında buharlaştırılarak uzaklaştırılmakta, böylece sıvı/katı köprülerin yerini katı köprüler olarak oluşan aglomeratlar stabilize edilmekte ve proses tamamlanmaktadır (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Pathare ve Byrne 2011; Cuq vd. 2013a; Cuq vd. 2013b).

Aglomeratların özellikleri ve stabilitesi bağlayıcı sıvıların etkinliğine göre değişiklik göstermektedir. Bağlayıcı sıvıların etkinliği üzerinde çözelti konsantrasyonu, viskozite, mekanik özellikler, bağlayıcı-substrat etkileşimleri ve bağlayıcı çeşidi etkili olabilmektedir. Bağlayıcı sıvı olarak genellikle su veya doğal/yapay polimerler kullanılmakta olup, toz gıdalarda kullanılan en yaygın materyaller maltodekstrin, şeker, nişasta, jelatin ve Arabik gamdır. Kullanılan bağlayıcı sıvıya bağlı olarak, partiküller arasında oluşan bağlar farklı özellikler göstermektedir. Örnek olarak oluşturulan aglomeratlardaki partiküller arası bağlar incelendiğinde; jelatin ve arap zıncı kullanılarak hazırlananlar sert ve yavaş çözünen, metil selüloz ile hazırlananlar kolay sıkıştırılabilen, sakaroz ile hazırlananlar ise sert ve gevrek (kırılğan) bir özellik gösterdiği bildirilmektedir. Bağlayıcı sıvı ilavesiyle gerçekleştirilen aglomerasyon işleminde, püskürtülen sıvı miktarının artırılması partiküllerin kapiler boşluklarında da sıvı köprüleri oluşumunu sağlamakta ve aglomerat stabilitesini artırıcı etki göstermektedir. Sıvı miktarının artmasının yanı sıra bağlayıcı sıvının viskozitesindeki artış da oluşan katı köprüleri daha dirençli hale getirmektedir. Şekil 2.11’de bağlayıcı sıvı kullanılarak oluşturulan bir aglomeratın yapısı gösterilmiştir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Bück ve Tsotsas 2016).

Yaş aglomerasyon uygulamaları kullanılacak olan toz ürünün yatay veya dikey konumdaki bir mekanik karıştırıcı yardımıyla ya da yüksek hızlı hava akımı altında devamlı karıştırılmasıyla (akışkan hale getirilmesiyle) gerçekleştirilmektedir. Bu amaçla yaygın olarak kullanılan teknikler/cihazlar jet aglomerasyonu, püskürterek kurutma, akışkan yatak kurutma, disk aglomeratör, tava aglomeratör ve tambur kurutuculardır. Bu yöntemler içinden akışkan yatak kurutma; ürünün homojen bir şekilde karıştırılabilmesi, homojen bir sıcaklık profilinin sağlanabilmesi, partikül ve bağlayıcı sıvının efektif bir şekilde etkileşime girebilmesi ve kontrol edilebilen yüksek ısı ve kütle transfer hızının sağlanabilmesi gibi özelliklerinden dolayı ön plana çıkmaktadır (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Cuq vd. 2013a).



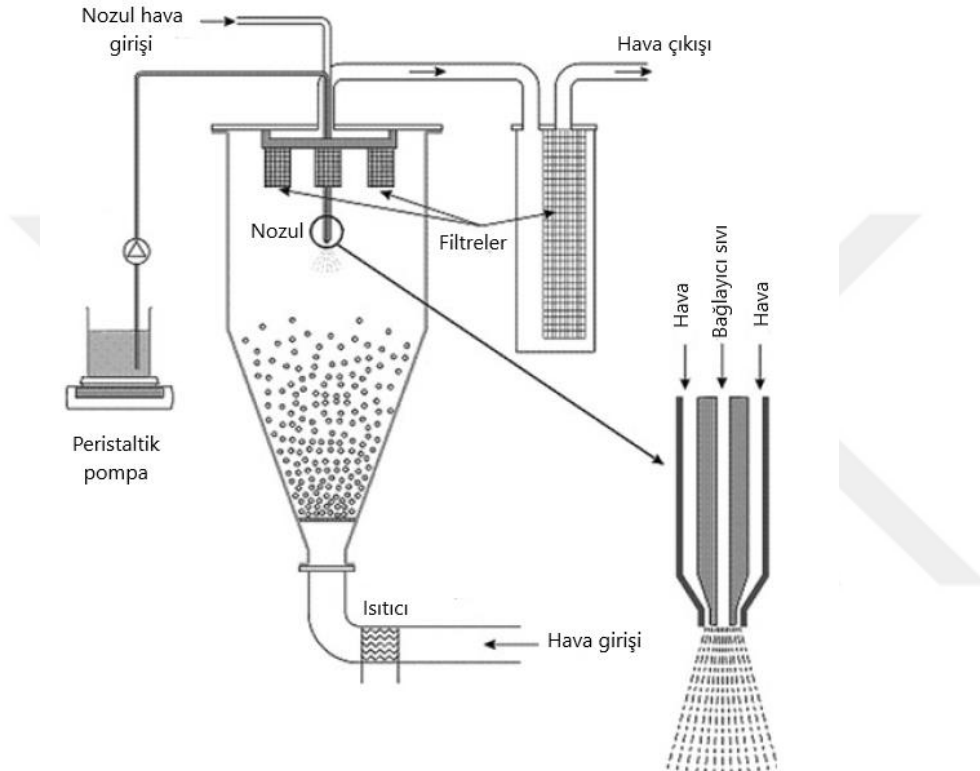
Şekil 2.11. Bağlayıcı sıvı kullanılarak aglomere edilmiş bir partikülün (aglomerat) elektron mikroskobu altındaki görüntüsü (Bück ve Tsotsas 2016)

2.6.2.1. Akışkan yatak kurutucu

Akışkan yatak kurutucu aglomerasyon/granülasyon amacıyla yaygın olarak kullanılmakta olan bir cihazdır. Akışkan yatak aglomerasyon tekniğinde sıcak hava akımı altında akışkan hale getirilen toz ürün üzerine, bağlayıcı ajan püskürtülmekte ve ıslanan partiküllerin sıvı/katı köprüleri üzerinden birbirine bağlanması sağlanmaktadır. Püskürtülen sıvı ise sıcaklığın etkisi ile eş zamanlı olarak yine sistem içinde buharlaştırılarak partiküllerden uzaklaştırılmakta ve sıvı köprülerin yerini katı köprüler olarak tüm proses tek bir cihaz kullanılarak tamamlanmaktadır (Palzer 2005; Pathare ve Byrne 2011). Proseste kullanılan bağlayıcı ajan çeşidi ve konsantrasyonu oluşturulan aglomeratların boyutu, boyut dağılımı, şekli, porozitesi, yoğunluğu vb. gibi özellikleri üzerinde etkili olabilmektedir (Atalar ve Yazıcı 2021)

Proseste kullanılan bağlayıcı sıvı, partiküllerin çözünmesi/katılaşması dışında toz partiküllerinin termal özelliklerini değiştirerek de aglomeratların oluşumunu sağlayabilmektedir. Bilindiği üzere su çok düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip olup, gıda sistemlerinde plastikleştirici etki göstermektedir. Proses sırasında sisteme yüklenen su

ürünün camsı geçiş sıcaklığını düşürmekte ve uygulanan sıcaklık altında ürün camsı formdan viskoz, eriyik bir akışkan forma geçmesine de sağlayabilmektedir. Bu aşamada partiküllerin birbirleri ile yapışması sonucu boyutları büyüyebilmektedir. Suyun eş zamanlı olarak sistemden uzaklaştırılması/tekrar yüklenmesi sonucu ürünün camsı geçiş sıcaklığında artış ve azalışlar ortaya çıkmaktadır. Aglomerasyonun son aşamalarında su uzaklaştırıldığında ise ürün tekrar katı bir forma geçmektedir. Bu döngü sonucunda da daha büyük boyutlu partiküller oluşabilmektedir (Palzer 2005). Şekil 2.12’de basit bir akışkan yatak kurutucunun temel bölümleri gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Akışkan yatak kurutucunun şematik görünümü (Pathare ve Byrne 2011)

Akışkan yatak aglomerasyon, birçok proses değişkeninin ürün özelliklerini etkilediği karmaşık bir prosestir. Bir önceki bölümde bahsedilen avantajlarına rağmen proses sırasında partiküllerin hava akımında karıştırılması, ıslanması ve kurutulması aynı anda gerçekleştiği için bu değişkenlerin kontrolü oldukça zordur. Bu değişkenlerden hava akış hızının çok düşük olması durumunda kurutucu içindeki ürün dibe çökebilme, tersine çok yüksek olması durumunda ise kurutucunun üst yüzeyinde bulunan filtrelerle yapışabilmektedir. Bağlayıcı sıvı besleme hızının çok yüksek olması toz ürünün aşırı ıslanmasına, buna bağlı olarak partiküllerin ağırlığının bir anda artmasına ve yine ürünün dibe çökmesine sebep olabilmektedir. Bağlayıcı sıvının püskürtme basıncının yüksek ve düşük olmasına göre sisteme aktarılan sıvı damlacıklarının boyutu artmakta/azalmakta, bu durum oluşturulan granüllerin homojenliğini ve boyutunu etkilemektedir. Ürünlerin hava akımında karışmasını/akışkanlığını sağlayan havanın sıcaklığının çok yüksek olması durumunda ise sisteme yüklenen su, partikül yüzeylerini ıslatarak partiküller arası etkileşimlerin oluşumundan önce buharlaşarak sistemden uzaklaştırılmaktadır. Hava sıcaklığının

yeterince yüksek olmaması durumunda ise bir önceki durumun tersine, sisteme yüklenen su yeterince hızlı buharlaştırılamamakta, bu durumda partiküllerin aşırı ıslanması sonucu ürünün yine dibe çökmesi sorunu ile karşılaşılabilir. Söz konusu sorunlar sebebi ile akışkan yatak uygulamalarında üretim gerçekleştirilebilmesi ve proses şartlarının optimizasyonu için uzun süreli ve zorlayıcı deneysel çalışmalar gerekebilmektedir (Palzer 2005; Pathare ve Byrne 2011; Bozkurt vd. 2020).

Akışkan yatak kurutucu sisteminin çeşitli konfigürasyonlarla kullanım olanakları da mevcuttur. Cihaz içinde bağlayıcı sıvı; püskürtme amacıyla kullanılan nozul çeşidi ve konumuna göre Wurster, üstten veya alttan, nozul yönüne göre ise hava akışına zıt ve paralel yönlü olarak püskürtülebilmektedir. Bu sayede tek bir cihazla kurutma, granülasyon, kaplama gibi farklı uygulamalar gerçekleştirilebilmektedir (Bozkurt vd. 2020).

Literatürde aglomerasyon konusunu ele alan çalışmalar incelendiğinde, bu çalışmalarda genellikle toz ürünün fizikokimyasal özelliklerini geliştirmenin ana hedef olduğu görülmektedir. Bu çalışmalarda siyah havuç tozu (Yüksel Sarioğlu ve Dirim 2023), toz bebek maması (Ostrowska-Ligęza vd. 2024), süt tozu (Seo 2022), peynir altı suyu proteini ve soya proteini (Bebartta vd. 2023), mısır nişastası (Chaves vd. 2023), ananas tozu (Cardona vd. 2022), çilek tozu (Hadree vd. 2023), Hindistan cevizi şekeri tozu ve bal tozu (Nurhadi vd. 2022), Arabik gam (Lee ve Yoo 2022) vb. ürünler hammadde olarak ele alınmıştır. Bu çalışmalarda genellikle ürünün akış özelliklerinin yanı sıra ıslanabilirlik ve çözünürlük özelliklerinin de geliştiği rapor edilmiştir. Ayrıca bazı çalışmalarda ürünün bileşimindeki biyoaktif bileşenlerin stabilitesinin de arttırıldığı aktarılmıştır. Ancak literatürde ulaşılabilen kaynaklar incelendiğinde, ada çayı ekstrakt tozunda ve nar suyu tozunda kekleşme probleminin giderilmesi ve akış özelliklerinin geliştirilmesine yönelik olarak aglomerasyon tekniklerinin uygulanabilirliğini test eden bir çalışmaya ulaşılamamıştır.

Bu kapsamda, bu tez çalışmasında nar suyu tozu ve ada çayı ekstrakt tozunun akış özelliklerinin geliştirilmesi ve kekleşme seviyelerinin azaltılması hedeflenmiştir. Bu amaç doğrultusunda kekleşme önleyici ajanların kullanımı ve akışkan yatak kurutucu ile ürünlerin aglomerasyonu ele alınmıştır.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Tez çalışmasında hammadde olarak kullanılan ada çayı (*Salvia officinalis*) Hayfene (İstanbul, Türkiye) firmasından kurutulmuş ve yaprakları saplarından ayrılmış olarak temin edilmiştir (Şekil 3.1). Temin edilen örnekler çalışma süresince şeffaf (renksiz) polietilen torbalarda, oda sıcaklığında depolanmıştır. Kurutulmuş ada çayının üretimlerde kullanıldığı süre boyunca nem içeriği ortalama 9.91 ± 0.69 g su/100 g ürün olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan kurutulmuş ve saplarından ayrılmış ada çayı yapraklarının görüntüsü

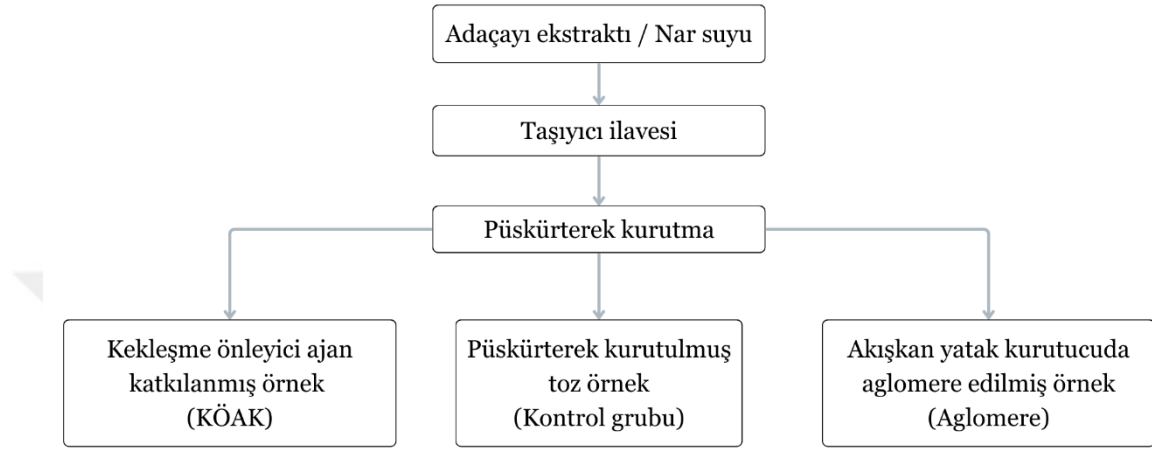
Tez çalışmasının bir diğer hammaddesi olan nar suyu Meykon firmasından (MEYKON Meyve ve Kaynak Suları A.Ş., Antalya, Türkiye) yeni sezon ürünü olarak konsantre halde (65 °Bx) temin edilmiştir. Nar suyu kullanıma kadar kendi ambalajında -20 °C sıcaklıkta depolanmıştır.

Çalışmalarda kullanılan sarf malzemeler ise medikal firmaları aracılığıyla kullanım amacına uygun olarak analitik, kromatografik ve/veya gıda formülasyonlarında kullanım saflığında olacak şekilde temin edilmiştir.

3.2. Metot

Tez çalışması kapsamında adaçayı ekstraktı ve nar suyu püskürterek kurutma yöntemi ile toz forma dönüştürülmüştür. Elde edilen tozlarda kekleşme probleminin giderilmesi ve akış özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla kekleşme önleyici ajan katkılanması ve akışkan yatak kurutucuda aglomerasyon uygulamaları ayrı ayrı değerlendirmeye alınmıştır. Kullanılan kekleşme önleyici katkıların kombinasyonu ve

akışkan yatak kurutucuda aglomerasyon şartları en iyi akış ve kekleşme derecesi özelliklerini sağlamak amacıyla optimize edilmiştir. Hem ada çayı hem de nar suyu kullanılarak üretilen püskürterek kurutulmuş toz ürünler (Kontrol), kekleşme önleyici ajan katkılanmış ürünler (KÖAK) ve akışkan yatak kurutucuda aglomere edilmiş ürünler (aglomere) toz ürünlere özgü kalite karakteristikleri açısından birbirleriyle kıyaslanmıştır. Bu kapsamda üretilen ürünler Şekil 3.2’de özetlenmiş, üretim şartlarına ait detaylar ise alt başlıklarda verilmiştir.



Şekil 3.2. Tez çalışması kapsamında üretilen örnekler

3.2.1. Hammaddelerin püskürterek kurutma için hazırlanması

Ada çayı ekstraktlarının hazırlanması amacıyla Şahin-Nadeem vd. (2013) tarafından uygulanan ardışık ekstraksiyon yöntemi kullanılmıştır. Bu amaçla 4 g/100 mL oranı korunarak, ada çayı su ile 5 L hacimli çift cidarlı beherlerde 80°C sıcaklıkta 1 saat süreyle ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyon süresince karışım, üstten daldırılan pervaneli bir karıştırıcı yardımıyla 1000 d/dk. hızda karıştırılarak ekstraksiyon etkinliği artırılmıştır. Süre sonunda ekstrakt bir süzgeç yardımıyla süzülerek ikinci ekstraksiyon için ayrılmış, ekstrakte edilen ada çayı posası ise atılmıştır. Elde edilen ekstrakt çözgen olarak kullanılarak 2 kez daha aynı şartlarda yeni ada çayı kullanılarak ekstraksiyon gerçekleştirilmiş ve böylece ekstraktın konsantrasyonu sağlanmıştır. Ekstraksiyonlar sırasında süzme, ada çayının su çekmesi vb. sonucunda gerçekleşen çözgen kayıpları dikkate alınmamıştır. Ekstraksiyon işlemi sonunda ekstraktlar oda sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır. Soğuyan ekstraktlar kaba filtre kâğıdı yardımıyla süzülerek içindeki çözünmeyen katılar uzaklaştırılmıştır. Elde edilen ekstraktların suda çözünür kurumadde (SÇKM) miktarları her ekstraksiyon işlemi sonrasında oda sıcaklığına kadar soğuduktan sonra belirlenmiştir. Belirlenen bu SÇKM miktarları üzerinden tüm ekstrakt hacminde bulunan toplam SÇKM miktarı belirlenmiş ve içine aynı miktarda taşıyıcı (1:1, maltodekstrin DE 18) eklenerek manyetik karıştırıcıda yüksek hızda homojenize edilmiştir. Karışım daha sonra taşıyıcıların su çekerek şişmesi için 1 gece (13-15 saat) 4±2 °C sıcaklıkta bekletilmiş sonrasında tekrar karıştırılarak püskürterek kurutucuda kurutulmuştur.

Nar suyu ile yürütülecek püskürterek kurutma çalışmalarında nar suyu konsantresi kullanılmıştır. Bu amaçla nar suyu konsantresi deiyonize su ile 12 °Bx

değerine kadar seyreltilmiştir. Seyreltilmiş olan bu nar suyuna, hacme göre toplam %25 oranında (w/V) taşıyıcı (eşit miktarda maltodekstrin DE18 ve Arabik gam) eklenmiştir. Bu oranlar literatürde bildirilen çalışmalar ve çalışma kapsamında belirlenen ön denemeler ile belirlenmiştir. Hazırlanan karışım, eklenen taşıyıcılar çözünene kadar manyetik karıştırıcı yardımıyla yüksek hızda karıştırılmış, daha sonra taşıyıcıların su çekerek şişmesi amacıyla 4 ± 2 °C sıcaklıkta 1 gece (13-15 saat) bekletilmiş ve sonrasında tekrar karıştırılarak püskürterek kurutucu yardımıyla kurutulmuştur.

3.2.2. Püskürterek kurutma

Tez çalışması kapsamında ekstraktların kurutulması laboratuvar ölçekli püskürterek kurutucu (Mini Spray Dryer B-290, Buchi, Flawil, İsviçre) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Belirli oranlarda taşıyıcı eklenmiş ada çayı ekstraktı ve nar suyu peristaltik pompa yardımıyla hedef çıkış sıcaklıklarını sağlayacak besleme hızlarında kurutucuya beslenmiştir. Ada çayı ekstraktlarının kurutulması 155 °C giriş ve 75 ± 1 °C çıkış (Şahin-Nadeem vd. 2013), nar suyunun kurutulması ise 130 °C giriş ve 70 ± 1 °C çıkış sıcaklıklarında (Ghalegi Ghaleenoe vd. 2021) literatürde bildirilen kurutma şartları modifiye edilerek gerçekleştirilmiştir. Kurutma çalışmalarında püskürterek kurutucu aspirasyon hızı %90'da sabit tutulmuştur. Sadece taşıyıcı eklenerek püskürterek kurutucuda üretilen toz formdaki bu adaçayı ekstraktı ve nar suyu tozları tez çalışması kapsamında ürünlerin kekleşme dereceleri ve akış özelliklerinin kıyaslanmasında kontrol örneği olarak değerlendirilmiştir.

3.2.3. Kekleşme önleyici ajan bileşiminin optimizasyonu

Tez çalışması kapsamında ada çayı ekstraktı tozunun ve nar suyu tozunun kekleşmenin azaltılması/giderilmesi amacıyla kekleşme önleyici ajan olarak silikon dioksit, trikalsiyum fosfat ve kalsiyum karbonat kullanılmıştır. JECFA ve FDA verilerine göre seçilen katkıların kekleşme önleyici ajan amacıyla kullanımında üst limitleri her biri için ağırlıkça %2 olarak belirlenmiştir. Bu üst sınırı aşmamak amacıyla optimizasyon çalışmasında maksimum kekleşme önleyici ajan kullanım oranı %2 olarak seçilmiştir. Adaçayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozu için en uygun kekleşme önleyici ajan bileşimi D-Optimal karışım deseni kullanılarak (Çizelge 3.1) Design Expert 13 paket programıyla ayrı ayrı belirlenmiştir.

Gerçekleştirilen optimizasyon çalışmalarında, her biri 10 g olacak şekilde püskürterek kurutulmuş ada çayı ekstraktı tozu veya nar suyu tozu alınmış ve deneme deseninde belirtilen oranlarda kekleşme önleyici ajan, ürüne eklenmiştir. Daha sonra elde edilen ürünlerin toz akış özellikleri (Carr indeks) belirlenmiş ve en iyi özelliğe sahip olan kekleşme önleyici ajan kombinasyonu istenirlik (desirability) fonksiyonu kullanılarak belirlenmiştir. Optimum kekleşme önleyici ajan bileşiminin belirlenmesi sonrasında bu şartlarda üretim denemeleri gerçekleştirilerek teorik veriler deneysel veriler ile doğrulanmıştır.

Çizelge 3.1. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarında kekleşme önleyici ajanların kullanım oranının belirlenmesinde kullanılan D-Optimal karışım deseni

Sıra	Silikon dioksit (%)	Trikalsiyum fosfat (%)	Kalsiyum karbonat (%)	Carr indeks
1	0	0	2	
2	0.33	1.33	0.33	
3	1	0	1	
4	1	1	0	
5	0	1	1	
6	1	0	1	
7	0	2	0	
8	1.33	0.67	0	
9	0.67	1.33	0	
10	2	0	0	
11	0.67	0.67	0.67	
12	0	2	0	
13	2	0	0	
14	0	0	2	
15	0	1	1	
16	0.33	0.33	1.33	

Kurutulmuş 100 g toz örnek bileşimine eklenecek kekleşme önleyici ajan miktarı olarak verilmiştir.

3.2.4. Akışkan yatak kurutucuda aglomerasyon optimizasyonu

Tez kapsamında püskürterek kurutma yöntemiyle elde edilen ada çayı ekstraktı tozları ve nar suyu tozları laboratuvar ölçekli akışkan yatak kurutucu (Mini-Glatt, Glatt, Almanya) kullanılarak aglomere edilmiştir (Şekil 3.3). Üretimler öncesinde cihazın çalışması sırasındaki nozzle hava basıncı, akışkan yatak hava akış hızı, bağlayıcı sıvı besleme hızı, bağlayıcı sıvı bileşimi, filtre temizleme havası çalışma süresi gibi değişkenlerin belirlenmesi amacıyla bir dizi ön deneme gerçekleştirilmiştir.

Gerçekleştirilen denemelerde nozzle hava basıncı 0.65 bar, bağlayıcı sıvı besleme hızı 0.2 mL/dk. ve filtre temizleme havası çalışma süresi 3 sn. olarak belirlenmiş, bu şartlar tüm üretim çalışmalarında sabit tutulmuştur. Akışkan yatak hava akış hızı ise her üretimde başlangıç olarak 0.25 bar olarak ayarlanmış (cihazda hava akış hızı basınç ile ifade edilmektedir) ve aglomerasyon prosesi süresince partiküllerin havada askıda kalmasını sağlayacak şekilde 0.25-0.45 bar arasında kademeli olarak arttırılmıştır. Tüm aglomerasyon çalışmalarında proses süresi sabit ve 30 dk. olarak gerçekleştirilmiştir. Aglomerasyon prosesinde hem nar suyu tozu hem de ada çayı ekstraktı tozu için bağlayıcı ajan olarak su, maltodekstrin çözeltisi ve Arabik gam çözeltilerinin kullanılabilirliği ayrı ayrı test edilmiştir. Bu denemelerde elde edilen sonuçlar aglomerasyon optimizasyonu sonuçları bölümünde verilmiş ve aglomerasyon uygulamalarında belirlenen en uygun bağlayıcı ajan kullanılmıştır.



Şekil 3.3. Akışkan yatak kurutucu (Mini-Glatt, Binzen, Almanya)

Üretilen toz ürünlerin granülasyon optimizasyonu, Design Expert 13 paket programı kullanılarak, yanıt yüzey yöntemine göre merkezi kompozit deneme deseni ile gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon çalışmasında hava akış sıcaklığı ve bağlayıcı sıvı bileşimindeki taşıyıcı konsantrasyonu bağımsız değişkenler olarak seçilmiş olup, bu değişkenlerin alt ve üst sınırları yine ön denemelerle belirlenmiştir. Bağımlı değişken olarak ise toz partiküllerin akış özelliklerinin ifadesinde kullanılan Carr İndeks değeri ve partikül boyut dağılımı özelliklerinden biri olan $d(0.9)$ kullanılmıştır. Optimizasyon çalışmasında bağımsız değişkenler alt ve üst sınır arasında, bağımlı değişkenler ise minimum Carr indeks değeri (Düşük Carr indeks değeri iyi akış özelliğini ifade etmektedir.) ve maksimum $d(0.9)$ değeri olarak hedeflenmiştir. En uygun aglomerasyon şartları istenirlik fonksiyonu kullanılarak belirlenmiş, elde edilen teorik şartlar deneysel veriler ile doğrulanmıştır.

3.3. Depolama

Tez çalışması kapsamında üretim çalışmalarında kullanılacak olan tüm optimizasyon çalışmalarının tamamlanmasını takiben depolama çalışmalarına geçilmiştir. Bu amaçla nar suyu ve ada çayı ekstraktı için belirlenen püskürterek kurutma koşullarında üretimler gerçekleştirilmiş ve her iki örnek için de püskürterek kurutulmuş toz ürünler kontrol grubu olarak değerlendirilmiştir. Kekleşme önleyici ajan katkılanmış ve aglomere edilmiş ürünler nar ve ada çayı için kendi içlerinde kontrol grupları ile kıyaslanmış ve gerçekleştirilen uygulamaların ürünlerin kalite karakteristikleri üzerine etkileri karşılaştırılmıştır. Nar suyu tozları, renk özellikleri sebebi ile depolamaya alınmamış olup, püskürterek kurutulmuş, kekleşme önleyici ajan katkılanmış ve aglomere edilmiş olan ada çayı ekstraktı tozları 3 ay süreyle ısıtılabilir kapama yöntemiyle kapatılmış LDPE ambalajlar içinde (kalınlık 0.1 mm), iki farklı sıcaklıkta (4 °C ve 25 °C) depolamaya alınmış ve depolamanın belirlenen günlerinde (0., 30., 60. ve 90. günler) ürünlerin belirli fizikokimyasal özelliklerindeki değişimler incelenmiştir.

3.4. Analizler

3.4.1. Verim

Gerçekleştirilen püskürterek kurutma ve aglomerasyon prosesleri için ürün verimi, son ürünlerdeki toplam kurumadde miktarının (a), üretimde kullanılan toplam kurumadde miktarına (b) oranı olarak aşağıdaki eşitliğe göre (3.1) hesaplanmış ve sonuçlar yüzdesel (%) olarak verilmiştir.

$$Verim (\%) = \frac{a}{b} * 100 \quad (3.1)$$

3.4.2. Nem ve su aktivitesi

Elde edilen ürünlerin nem içerikleri 80 ± 1 °C sıcaklıkta kurutulan örnekler ile gravimetrik olarak hesaplanmış, sonuçlar g su/100 g örnek olarak verilmiştir. Su aktivitesi değerleri ise su aktivitesi ölçüm cihazında (AquaLab 4TE, Decagon Devices Inc, Pulmann, Washington, ABD) 25 °C sıcaklıkta ölçülmüştür (Tontul vd. 2018).

3.4.3. Renk analizi

Ürünlerin renk değerleri Konica Minolta (CR-400, Konica Minolta, Tokyo, Japonya) renk ölçüm cihazı kullanılarak Şahin-Nadeem vd. (2013) tarafından uygulanan yöntemle göre belirlenmiştir. Analizlerde cihazın ölçüm kabına yaklaşık 3 g toz örnek konulmuş ve sonuçlar farklı noktalardan yapılan 3 okumanın ortalaması olarak belirlenmiştir. Cihaz analizler öncesinde kalibrasyon plakası kullanılarak kalibre edilmiştir. Ölçümler sonrasında elde edilen CIE L, a ve b renk değerleri kullanılarak örneklerin ton açısı (Hue Angle) ve doygunluk (Chroma) değerleri aşağıdaki eşitliklerle (3.1 ve 3.2) hesaplanmıştır.

$$Ton\ açısı\ (h^\circ) = \frac{180}{\pi} * \arctan \frac{b}{a} \quad (3.2)$$

$$Doygunluk\ (C^*) = \sqrt{a^2 + b^2} \quad (3.3)$$

3.4.4. Esmerleşme indeksi

Örneklerin esmerleşme indeksleri Topuz vd. (2009) tarafından uygulanan metoda göre belirlenmiştir. Bu amaçla 0.1 g toz örnek tartılarak üzerine 50 mL saf su eklenmiş ve örneklerin bileşiminde bulunan suda çözünür pigmentler 25 °C sıcaklıkta orbital bir çalkalayıcı yardımıyla 140 d/dk. hızında 2 saat boyunca ekstrakte edilmiştir. Karışım daha sonra 8000 d/dk. hızında 8 dk. boyunca santrifüjlenmiş ve üst faz 0.45 µm'lik membran filtrelerden geçirilerek çözünmeyen partiküller uzaklaştırılmıştır. Elde edilen çözeltinin absorban değerleri 420 nm dalga boyunda ölçülerek örneklerin esmerleşme indeksleri belirlenmiştir.

3.4.5. Çözünürlük

Tez çalışması kapsamında üretilen toz ürünlerin çözünürlük analizleri Canocha vd. (2005) tarafından uygulanan metoda göre gerçekleştirilmiştir. Tez çalışması kapsamında üretilen toz ürünlerden 1 g tartılarak oda sıcaklığındaki 100 mL distile su içinde manyetik karıştırıcıda (750 d/dk.) çözündürülmüştür. Karışım daha sonra 5 dk. boyunca 3000 g'de santrifüj edilmiştir. İşlem sonunda üst fazdan 25 mL alınarak 105 °C'de sabit tartıma gelene kadar kurutulmuş ve belirlenen ağırlık farkı ile çözünürlük aşağıda verilen eşitliğe göre (3.3) hesaplanmıştır.

$$\text{Çözünürlük (\%)} = \frac{\Delta m}{m_{25}} * 100 \quad (3.4)$$

Verilen eşitlikte;

Δm : kurutma işleminde tespit edilen ağırlık farkını,
 m_{25} : kurutulan 25 mL çözeltide, örneğin tamamen çözünmesi durumunda bulunması gereken kurumadde miktarını (1/4=0.25 g) ifade etmektedir.

3.4.6. Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk

Üretilen toz ürünlerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri Beristain vd. (2001) tarafından uygulanan yöntem modifiye edilerek belirlenmiştir. Bu amaçla 2-3 g toz örnek 10 mL hacimli mezür içine aktarılmış ve hacmi belirlenmiştir. Örneğin yığın yoğunluğu, örnek ağırlığının (m) örnek hacmine (V_0) oranı olarak verilmiştir. Sıkıştırılmış yoğunluk değerinin belirlenmesi için ise yığın yoğunluğu hesabında kullanılan örnek, hacim değişimi gözlenmeyene kadar (100 kere) bir yüzeye vurularak sıkıştırılmış ve son hacmi (V_1) okunmuştur. Sıkıştırılmış yoğunluk değeri örnek ağırlığının sıkıştırma işlemi sonrası örnek hacmine oranı olarak verilmiştir.

$$\text{Yığın yoğunluğu} \left(\frac{kg}{m^3} \right) = m/V_0 \quad (3.5)$$

$$\text{Sıkıştırılmış yoğunluk} \left(\frac{kg}{m^3} \right) = m/V_1 \quad (3.6)$$

3.4.7. Partikül boyutu

Üretilen toz formdaki örneklerin partikül boyut dağılımları partikül boyutu ölçüm cihazı (MasterSizer 2000S, Malvern Panalytical, Malvern, İngiltere) ve toz örnekleme modülü (Scirocco 2000S, Malvern Panalytical, Malvern, İngiltere) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Örnekler ölçüm öncesinde cihazın örnekleme haznesine konulmuş ve lazer ışığını %1-20 oranında engelleyecek kadar örnek (Obstruction limit) cihaza eklenerek okuma gerçekleştirilmiştir. Analizde örnek refraktif indeks değeri 1.52 (Default) olarak kullanılmıştır. Cihazın yazılımı kullanılarak (Malvern Application Ver. 5.60) örneklerin d (0.1), d (0.5), d (0.9), D [3, 2] ve D [4, 3] değerleri (µm) hesaplanmıştır. d (0.1), d (0.5) ve d (0.9) değerleri oransal olarak partiküllerin sırasıyla %10'unun, %50'sinin ve %90'ının verilen büyüklüğe eşit veya daha küçük boyutlu olduğunu göstermektedir. D [4, 3] ve D [3, 2] değerleri ise sırasıyla örnekleri hacim (HAO) ve yüzey (YAO) ağırlıklı ortalama değerlerini ifade etmektedir. Bu değerler aynı hacme veya yüzey alanına sahip olan bir kürenin çapını ifade etmektedir.

3.4.8. Akış özellikleri

Örneklerin akış özellikleri; akabilirlik değeri olan Carr İndeks (Carr Index, CI) ve yapışkanlık değeri olan Hausner Oranı (Hausner Ratio, HR) cinsinden hesaplanmış ve birbirleri ile kıyaslanmıştır. Söz konusu değerler yığın yoğunluğu (ρ_b) ve sıkıştırılmış yoğunluk (ρ_t) değerleri kullanılarak aşağıdaki eşitliklere göre (3.4, 3.5) hesaplanmıştır (Jinapong vd. 2008).

$$Akabilirlik (CI) = \frac{\rho_t - \rho_b}{\rho_t} * 100 \quad (3.7)$$

$$Yapışkanlık (HR) = \frac{\rho_t}{\rho_b} \quad (3.8)$$

3.4.9. Higroskopisite

Ürünlerin higroskopisite değerleri doymuş NaCl çözeltisi (%75.3) bulunan ortamda 25 °C sıcaklıkta 90 dk. süre boyunca nemlendirilmiş ve süre sonunda örneklerin kazandığı ağırlık üzerinden higroskopisite değerleri belirlenmiştir. Bu amaçla yaklaşık 1 g toz formdaki ürün yüzey alanını arttırmak için petri kabına yayılmış ve içinde doymuş NaCl çözeltisi bulunan desikatöre konulmuştur. Ürünler sabit tartıma gelene kadar desikatörde bekletilmiş ve sonrasında kazandığı nem miktarı belirlenmiştir. Higroskopisite sonuçları aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmış ve sonuçlar kg nem/100 kg kurumadde olarak verilmiştir (Koc vd. 2014).

$$Higroskopisite (kg nem/100 kg KM) = (m_{90} - m_0)m_{KM} * 100 \quad (3.9)$$

Verilen eşitlikte;

m_0 : Başlangıç örnek örnek ağırlığını,

m_{90} : 90 dk. Süre sonundaki örnek ağırlığını,

m_{KM} : Kullanılan örneğin kurumadde miktarını ifade etmektedir.

3.4.10. Kekleşme derecesi

Ürünlerin kekleşme derecesi higroskopisite analizi için hazırlanan örnekler kullanılarak, Koc vd. (2014) tarafından uygulanan yöntem modifiye edilerek belirlenmiştir. Higroskopisite analizinde kullanılan ve doymuş tuz çözeltisi bulunan ortamda nemlendirilerek partiküller arası sıvı köprülerinin oluşumu sağlanan örnekler, bu sıvı köprülerin katı köprülere dönüşümü amacıyla 65 °C sıcaklıkta etüvde kurutulmuştur. Daha sonra desikatör içinde oda sıcaklığına ulaşana dek soğumaya bırakılan örnek 500 µm gözenek çapına sahip eleğe alınmış ve sarsak elekte maksimum hızda 5 dk. süreyle elenmiştir. Örneklerin kekleşme derecesi işlem sonunda kekleşme derecesi elek üstünde kalan örnek ağırlığının (b) eleme işleminde kullanılan tüm örnek ağırlığına (a) oranı olarak aşağıdaki eşitliğe göre (3.6) hesaplanmıştır.

$$Kekleşme derecesi (\%) = \frac{b}{a} * 100 \quad (3.10)$$

3.4.11. Termal Özellikler

Örneklerin ısı özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yardımıyla Yekdane ve Goli (2019) tarafından kullanılan metot modifiye edilerek belirlenmiştir. Bu amaçla cihaza ait alüminyum örnek haznelere yaklaşık 5-10 mg örnek tartılarak kapatılmış, ölçüm sırasında referans olarak ise boş bir alüminyum hazne kullanılmıştır. Analiz sırasında örnekler 50 mL/dk. sabit azot gazı akışı altında, 25 °C başlangıç sıcaklığından 5 °C/dk. hızla 250 °C sıcaklığa kadar ısıtılmış daha sonra ise 25 °C/dk. hızla başlangıç sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Elde edilen DSC grafikleri üzerinden örneklerin camsı geçiş sıcaklıkları ve erime sıcaklıkları hesaplanmıştır.

3.4.12. Fenolik bileşen analizleri için ekstrakt hazırlama

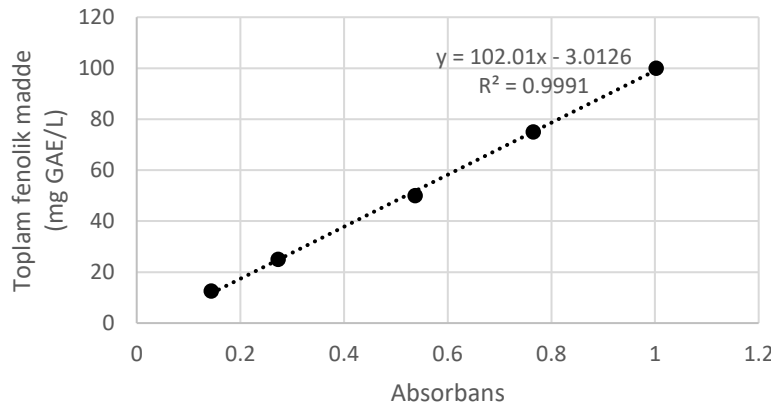
Toplam fenolik madde ve antioksidan aktivite analizleri için kullanılan ekstraktlar Dincer vd. (2012) tarafından uygulanan yöntemle göre hazırlanmıştır. Bu amaçla 0.2 g toz örnek bileşiminde bulunan fenolik maddeler 10 mL metanol ile (%80, V/V) orbital çalkalamalı su banyosunda (150 d/dk.) 40 °C sıcaklıkta 2 saat süreyle ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyon işlemi sonrası örnekler kaba filtre kâğıdı yardımıyla filtre edilmiş ve analizlere kadar -20 °C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir.

Ada çayı ekstraktı tozlarının fenolik bileşik kompozisyonu analizlerinde kullanılan ekstraktların hazırlanması ise Proestos vd. (2006) tarafından bildirilen metoda göre gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla 0.5 g örnek tartılarak bir balona aktarılmış ve üzerine 40 mL %62.5'lik metanol (V/V) ve 10 mL, 6 M hidroklorik asit çözeltisi eklenmiştir. Balon içine oksijeni uzaklaştırmak amacıyla 1 dk. süreyle azot gazı basılmış, ağzı kapatılmış ve 15 dk. boyunca ultrasonik banyoda degaze edilmiştir. Daha sonra 2 saat süreyle geri soğutucu altında ısıtılarak fenolik bileşiklerin hidrolizasyonu sağlanmıştır. Son olarak oda sıcaklığına kadar soğutulan örnekler kaba filtre kâğıdıyla süzülerek hacimleri metanolle 100 mL'ye tamamlanmış ve analizlere kadar -20°C sıcaklıkta depolanmıştır.

Nar suyu tozlarının fenolik bileşik kompozisyonu ise, nara özgül spesifik standartların mevcut olmaması nedeniyle hizmet alımı yolu ile gerçekleştirilmiştir.

3.4.13. Toplam fenolik madde miktarı

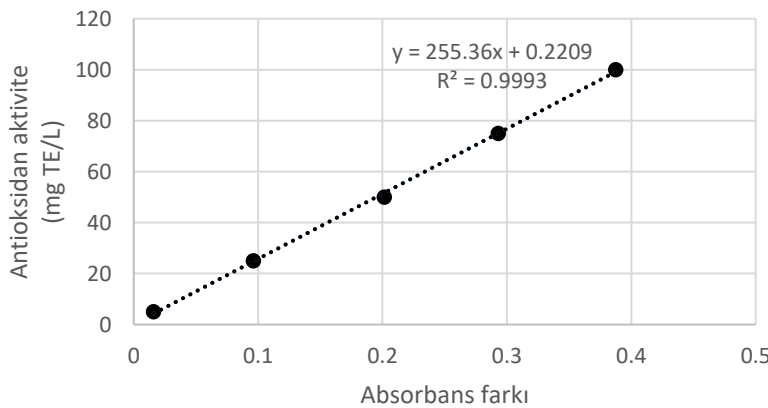
Toplam fenolik madde miktarı Dincer vd. (2012) tarafından uygulanan yöntemle göre gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla ön denemelerle belirlenen uygun oranda seyreltilen ekstraktlardan bir tüpe 0.5 mL alınarak üzerine sırasıyla 2.5 mL Folin Ciocalteu (0.2 N) ve 2 mL %7.5'lik sodyum karbonat (Na_2CO_3) çözeltisi eklenerek karıştırılmış ve 50°C sıcaklıktaki su banyosunda 5 dk. bekletilmiştir. Süre sonunda örnekler oda sıcaklığında soğutulmuş ve absorbans değeri örneklerle aynı şartlarda hazırlanmış köre karşı 760 nm dalga boyunda belirlenmiştir. Örneklerin bileşimindeki toplam fenolik madde miktarı gallik asit kullanılarak oluşturulan eğri yardımıyla (Şekil 3.4) hesaplanmış ve sonuçlar gallik asit eşdeğeri (GAE) olarak verilmiştir.



Şekil 3.4. Gallik asit standart kurvesi

3.4.14. Antioksidan aktivite

Örneklerin antioksidan aktivite değerleri DPPH radikalini inhibe etme yeteneği ile spektrofotometrik olarak belirlenmiş ve sonuçlar troloks eşdeğeri olarak verilmiştir (Fernández-León vd. 2013). Bu amaçla daha önceden hazırlanmış olan ekstraktlar ön denemelerle belirlenen uygun oranlarda seyreltilerek kullanılmıştır. Seyreltme işlemi sonrasında 50 μ L ekstrakt ve 950 μ L taze hazırlanmış DPPH çözeltisi (60 μ M, metanolde hazırlanmış) eppendorflara aktarılmış ve vortekslenerek karanlıkta 30 dk. boyunca bekletilmiştir. Ayrıca örneklerle beraber 1 adet şahit numune hazırlanmış (50 μ L metanol + 950 μ L DPPH çözeltisi), 30 dakikalık bekleme süresinin başında 517 nm dalga boyunda metanole karşı okuma yapılarak absorbans değeri belirlenmiştir. Bekleme süresinin sonunda örneklerin absorbans değerleri yine aynı dalga boyunda belirlenmiş ve şahit numune ile arasındaki absorbans farkları hesaplanmıştır. Örneklerin antioksidan aktivite değeri bilinen konsantrasyonlarda troloks içeren ve yine örneklerle aynı şekilde hazırlanarak şahit numune ile arasındaki absorbans farkları üzerinden oluşturulan eğri yardımıyla (Şekil 3.5) hesaplanmış ve sonuçlar troloks eşdeğeri (TE) olarak verilmiştir.



Şekil 3.5. Troloks standart kurvesi

3.4.15. Fenolik bileşik kompozisyonu

Örneklerin fenolik bileşen kompozisyonu Shimadzu (Kyoto, Japonya) marka HPLC sisteminde, Dincer vd. (2012) tarafından uygulanan metoda göre analiz edilmiştir. Önceden hazırlanan ekstraktlar membran filtreden geçirilerek (0.45 µm) doğrudan cihaza enjekte edilmiştir. Piklerin tanımlanmasında aynı şartlarda analiz edilen saf standartların alıkonma zamanlarından ve UV spektrumlarından yararlanılmıştır. Tanımlanmasında güçlük çekilen piklerde örneğe standart ilavesi yapılarak pik alanlarındaki artış dikkate alınarak doğrulama yapılmıştır. Bileşenlerin miktarları 5 kalibrasyon noktası kullanılarak dış standart yöntemine göre gerçekleştirilmiştir. Analiz şartları aşağıda (Çizelge 3.2) verilmiştir.

Çizelge 3.2. Fenolik bileşik kompozisyonu analizi için HPLC şartları

Kolon	C18 (ters faz, 250 x 4.6 mm, 5 µm)
Kolon fırını sıcaklığı	30 °C
Hareketli faz	A: su/asetik asit/metanol (88:2:10, V/V/V) B: metanol/asetik asit/su (90:2:8, V/V/V)
Akış hızı	0.9 mL/dk., gradiyent akış
Dedektör	Diode array dedektör (DAD), 280, 320, 335, 350 ve 370 nm
Enjeksiyon hacmi	20 µL
Akış programı (mobil faz A)	0. dk. %100 15. dk. %85 25. dk. %50 35. dk. %30 50. dk. %25 55. dk. %100

3.4.16. İstatistiksel analizler

Çalışma kapsamında kekleşme önleyici ajanların kullanım oranları D-Optimal karışım deseni, akışkan yatak kurutucuda gerçekleştirilen aglomerasyon prosesi şartları ise merkezi kompozit deneme deseni kullanılarak Design Expert 13 paket programıyla optimize edilmiştir. Optimizasyon çalışmalarında uygun modelin seçiminde model uyumluluğu ($p < 0.05$), model uyum eksikliği (lack of fit değeri, $p > 0.05$), en yüksek regresyon (R^2) ve düzeltilmiş regresyon katsayıları (Adj- R^2) kriterleri dikkate alınmıştır. Bu şartları sağlayan modeller kullanılarak bağımsız değişkenlerin optimum şartları istenirlik fonksiyonundan (desirability) yararlanılarak belirlenmiştir.

Çalışma kapsamında üretimler 2 tekerrürlü, analizler ise 2 paralelli olarak yürütülmüştür. Gerçekleştirilen analiz sonuçlarına ait istatistiksel değerlendirmeler SAS 9.0 (Statistical Analysis System) paket programında yapılmıştır. Analizlerle elde edilen verilere varyans analizi uygulanmış, istatistiksel açıdan önemli ($p < 0.05$) bulunan farklılıklar ise Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi ile ortaya koyulmuştur.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Kekleşme Önleyici Ajan Bileşimi Optimizasyonu

Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının akış özelliklerinin geliştirilmesi/korunması amacıyla kullanılan kekleşme önleyici ajanların bileşiminin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen optimizasyon çalışması D-optimal karışım desenine göre yürütülmüştür. Çalışmada, kullanılan kekleşme önleyici ajanların miktarı bağımsız değişkenler, ürünlerin Carr indeks değerleri ise bağımlı değişkenler olarak ele alınmıştır. Gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasına ait deneme deseni ve bu şartlara göre üretilen ürünlerin akış özellikleri Çizelge 4.1’de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozunda kekleşme önleyici ajanların kullanım oranının belirlenmesinde kullanılan D-Optimal karışım deseni

Sıra	Silikon dioksit (%)	Trikalsiyum fosfat (%)	Kalsiyum karbonat (%)	Carr indeks (Ada çayı)	Carr indeks (Nar suyu)
1	0	0	2	31.60	25.00
2	0.33	1.33	0.33	35.50	24.00
3	1	0	1	33.29	26.53
4	1	1	0	33.93	29.03
5	0	1	1	33.14	31.67
6	1	0	1	30.64	28.00
7	0	2	0	33.74	26.92
8	1.33	0.67	0	34.20	25.81
9	0.67	1.33	0	30.51	26.67
10	2	0	0	35.67	29.17
11	0.67	0.67	0.67	33.23	32.00
12	0	2	0	29.97	33.33
13	2	0	0	35.34	29.17
14	0	0	2	29.40	29.63
15	0	1	1	31.77	28.00
16	0.33	0.33	1.33	34.86	33.33

Kurutulmuş 100 g toz örnek bileşimine eklenecek kekleşme önleyici ajan miktarı olarak verilmiştir.

Gerçekleştirilen optimizasyon çalışmalarında elde edilen model uyumluluk verilerine göre (model ve model uyumsuzluğu p değerleri) bağımsız değişkenlerin, bağımlı değişkenler üzerindeki etkisini test edilen matematiksel modeller içinden en iyi ifade edebilenlerin ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozu için sırasıyla doğrusal (linear) ve ortalama (mean) modeller olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.2). Ancak elde edilen istatistiksel veriler incelendiğinde her iki ürün için de belirlenen modellerin istatistiksel açıdan önemsiz olduğu ($p>0.05$) tespit edilmiştir. Tekrarlanan optimizasyon çalışmalarında da benzer sonuçlar elde edilmiş olup, kullanılan kekleşme önleyici ajanların ve bu ajanların kullanım oranlarının ürünlerin akış özellikleri üzerinde kayda değer bir etkisinin olmadığı anlaşılmıştır. Bu veriler ışığında, tez çalışmasında kekleşme önleyici ajan olarak gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanımı sebebiyle silikon dioksitin kullanımı kararlaştırılmıştır.

Çizelge 4.2. Ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozunda gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasına ait model uyumluluk testi sonuçları

İstatistiksel veri	Ada çayı ekstraktı tozu (Model: doğrusal)	Nar suyu tozu (Model: ortalama)
p değeri	0.0926	-
p değeri (model uyumsuzluğu)	0.3992	0.8855
R^2	0.3066	0
R^2_{adj}	0.1999	0
Pred- R^2	-0.0395	-0.1378
CV %	5.55	9.92
PRESS	65.03	137.80
Hassasiyet yeterliliği	4.6137	UD

UD: uygulanabilir değil

4.2. Aglomerasyon Optimizasyonu

4.2.1. Ada çayı ekstraktı tozu aglomerasyon şartları

Tez çalışması kapsamında aglomerasyon uygulamaları öncesinde, ilk olarak aglomerasyon uygulamalarında kullanılacak bağlayıcı sıvının bileşiminin belirlenmesine yönelik deneme üretimleri gerçekleştirilmiştir. Bu denemelerde sabit kurutma sıcaklıklarında (70 °C) su, maltodekstrin (DE18) çözeltisi (%5-25) ve Arabik gam çözeltisi (%5-25) kullanılarak aglomerasyon denemeleri gerçekleştirilmiştir. Ada çayı ekstraktı tozları ile gerçekleştirilen bu denemelerde, farklı oranlarda maltodekstrin ve Arabik gam çözeltisi bağlayıcı sıvı olarak kullanılmış olup, üretim denemelerinde ürünün kullanılan kurutucunun cidarına yapışması ve akışkan yatakta çökme problemleri yaşanmış ve ada çayı ekstraktı tozları yeterince aglomere edilememiştir. Bağlayıcı ajan olarak su kullanımıyla sürdürülen aglomerasyon denemelerinde başarılı ve verimli sonuçlar elde edilmiştir. Bu kapsamda ada çayı ekstraktı tozlarının aglomerasyonunda bağlayıcı sıvı olarak su kullanımı kararlaştırılmıştır.

Bağlayıcı sıvının belirlenmesini takiben akışkan yatak hava sıcaklığının alt ve üst sınırlarının belirlenmesine yönelik 50, 60, 70 ve 80 °C sıcaklıklarda deneme üretimleri gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen bu deneme üretimlerinde 70 ve 80 °C sıcaklıklarında başarılı bir şekilde aglomerasyon gerçekleştirilebilmiştir. 70 °C sıcaklıktan daha düşük şartlarda yürütülen denemelerde ise akışkan yatak içine püskürtülen su miktarı ve bu suyun buharlaşma hızı arasındaki denge bozulmuş olup, ürün aşırı ıslanma sonucu çökmüş ve başarılı bir aglomerasyon sağlanamamıştır.

Ada çayı ekstraktı tozunun bağlayıcı sıvı olarak sadece su kullanımıyla gerçekleştirilebilmesinden dolayı, tez çalışması kapsamında ele alınan şartlarda sadece hava sıcaklığı bağımsız değişken olarak değerlendirilmiş ve belirlenen alt-üst sınırın orta noktasında (75 °C) aglomerasyon çalışmaları yürütülmüştür. Bu veriler ışığında üretilen ada çayı ekstraktı tozlarının aglomerasyonu Çizelge 4.3'te verilen şartlarda gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 4.3. Ada çayı ekstraktı tozu aglomerasyon şartları

Hava sıcaklığı (°C)	75±1
Akışkan yatak hava akış basıncı (bar)	0.25-0.45
Nozul basıncı (bar)	0.65
Su besleme hızı (mL/dk.)	0.2
Besleme solüsyonu	Su
Filtre temizleme süresi (sn.)	3
Örnek miktarı (g)	15-20
Proses süresi (dk.)	30

4.2.2. Nar suyu tozu aglomerasyon optimizasyonu

Tez çalışması kapsamında nar suyu tozunun aglomerasyonu için de ada çayı ekstraktı tozunda olduğu gibi ön denemeler gerçekleştirilerek bağlayıcı sıvı ve kurutma hava sıcaklığının sınır değerlerinin belirlenmesine yönelik çalışmalar yürütülmüştür. Gerçekleştirilen denemelerde nar suyu tozunun bağlayıcı sıvı olarak su ve maltodekstrin çözeltisi (%5-25) kullanılması durumunda yatak çökmesi ve akışkan yatak cidarlarına ürünün tamamen yapışması nedeniyle aglomere edilemediği tespit edilmiştir. Bağlayıcı sıvı olarak %4-25 oranlarında Arabik gam denenmesi durumunda ise ürünün başarılı bir şekilde aglomere edilebildiği gözlenmiştir. Bu veriler ışığında, optimizasyon çalışmasında bağlayıcı sıvı konsantrasyonu alt ve üst sınırları %5-25 Arabik gam çözeltisi olarak belirlenmiştir. Akışkan yatak hava sıcaklığının belirlenmesine yönelik yürütülen çalışmalarda ise 60-80 °C arasındaki sıcaklıklarda ürünlerin aglomere edilebildiği belirlenmiş ve çalışmada alt ve üst sıcaklık değerleri bu şekilde belirlenmiştir. Belirlenen bu sınır değerlerine göre nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasında kullanılan merkezi kompozit deneme deseni ve bu şartlara göre üretilen ürünlerin akış ve partikül boyut özellikleri Çizelge 4.4'te verilmiştir.

Çizelge 4.4. Püskürterek kurutulmuş nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasında kullanılan merkezi kompozit deneme deseni

Sıra	Hava sıcaklığı (°C)	Bağlayıcı sıvı konsantrasyonu (% w/V)	Carr indeksi değeri	d (0.9) (µm)
1	55.86	15	21.74	136.29
2	70	29.14	15.91	207.12
3	84.14	15	14.29	150.14
4	70	15	24.00	131.19
5	80	25	10.81	151.47
6	80	5	29.17	104.38
7	70	0.86	29.41	100.16
8	70	15	23.91	126.70
9	60	25	25.00	194.46
10	60	5	19.61	148.61
11	70	15	18.61	157.17
12	70	15	25.58	153.91
13	70	15	22.41	192.80

Üretim çalışmaları sıcaklıklar tam sayıya, konsantrasyonlar ise virgülden sonra bir basamak olacak şekilde yuvarlanarak gerçekleştirilmiştir.

Optimizasyon çalışmasında ilk olarak bağımlı değişkenlerin bağımsız değişkenler üzerinden ifade edilebilmesi amacıyla kullanılacak olan matematiksel model belirlenmiş ve bu amaçla test edilen modellerin istatistiksel olarak önemlilik seviyeleri (p değeri) ve belirleme katsayısından (R^2) yararlanılmıştır. Model uyumluluk verilerine göre Carr indeks değerini ve partikül boyutunu (d (0.9)) ifade etmede en uygun modeller sırasıyla 2FI ve doğrusal ($p<0.05$) olarak belirlenmiştir. Model uyumluluğuna ait diğer istatistiksel parametreler incelendiğinde ise model uyumsuzluk seviyesinin önemsiz olduğu ($p>0.05$), R^2_{adj} ile Pred- R^2 değerlerin arasındaki farkın 0.2'den az ve kabul edilebilir düzeyde olduğu, sinyal/gürültü oranının ifadesi olan model hassasiyetinin sınır değer olan 4'ten büyük ve yeterli düzeyde olduğu belirlenmiştir. Her iki bağımlı değişken için model uyumluluk testinde kullanılan istatistiksel veriler Çizelge 4.5'te verilmiştir.

Çizelge 4.5. Nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasına ait model uygunluk testi sonuçları

İstatistiksel veri	Carr indeks değeri	Partikül boyutu (d (0.9))
p değeri	0.0017	0.0072
p değeri (model uyumsuzluğu)	0.4058	0.7980
R^2	0.8002	0.6275
R^2_{adj}	0.7336	0.5530
Pred- R^2	0.6138	0.4031
CV %	13.33	14.52
PRESS	123.95	7634.23
Hassasiyet yeterliliği	12.47	8.23

Aglomerasyon optimizasyonu çalışmasında elde edilen varyans verilerine göre (Çizelge 4.6), proses sırasında kullanılan bağlayıcı sıvının konsantrasyonu ile bağlayıcı sıvı konsantrasyonu ve hava sıcaklığını etkileşimi, aglomere edilen toz ürünlerin akış özellikleri üzerinde önemli seviyede etkili olduğu ($p<0.01$), kurutma havası sıcaklığının ise önemli bir etkisinin olmadığı ($p>0.05$) görülmüştür. Elde edilen ürünün partikül boyutu üzerinde ise sadece bağlayıcı sıvı konsantrasyonunun önemli düzeyde etkili olduğu ($p<0.01$) belirlenmiştir.

Optimizasyon çalışmasında elde edilen, bağımsız değişkenlerin bağımlı değişkenler üzerindeki etkisini ifade eden yanıt yüzey grafikleri incelendiğinde, aglomerasyon prosesinde kurutma hava sıcaklığındaki ve bağlayıcı sıvı konsantrasyonundaki artışının ürünün Carr indeks değeri üzerinde belirgin bir azaltıcı etki gösterdiği, dolayısıyla akış özelliklerini geliştirdiği tespit edilmiştir. Bununla birlikte düşük kurutma sıcaklıklarında bağlayıcı sıvı çözeltinin konsantrasyonunun Carr indeks değeri üzerindeki etkisinin azaldığı ve düşük konsantrasyonlarda kısmen daha iyi akış özelliğine sahip olduğu görülmüştür. Bu veriler ışığında aglomere edilen nar suyu tozlarının akış özelliklerini geliştirmek için prosesin yüksek bağlayıcı sıvı konsantrasyonunda ve yüksek kurutma sıcaklığında gerçekleştirilmesi gerektiği belirlenmiştir (Şekil 4.1). Aglomerasyon prosesinin son ürünün partikül boyutu üzerindeki etkisi incelendiğinde ise kurutma havası sıcaklığının etkisinin oldukça düşük düzeyde olduğu, ancak bağlayıcı sıvı konsantrasyonundaki artış ile orantılı olarak ürünün partikül boyutunun arttığı belirlenmiştir (Şekil 4.2).

Çizelge 4.6. Nar suyu tozunun aglomerasyon optimizasyonu çalışmasına ait varyans analizi tablosu

	Varyasyon kaynağı	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler ortalaması	F değeri	p değeri
Carr indeks değeri	Model (2FI)	298.24	3	99.41	12.01	0.0017*
	Hava sıcaklığı	28.77	1	28.77	3.48	0.0951
	Bağlayıcı sıvı konsantrasyonu	128.48	1	128.48	15.53	0.0034*
	Hava sic. / bağ. sıvı kon. etkileşimi	140.99	1	140.99	17.04	0.0026*
	Kalıntı	74.47	9	8.27		
	Model uyumsuzluğu	46.35	5	9.27	1.32	0.4058
	Saf hata	28.11	4	7.03		
	Düzeltilmiş toplam	372.70	12			
d (0.9) değeri	Model (Doğrusal)	8025.34	2	4012.67	8.42	0.0072*
	Hava sıcaklığı	571.70	1	571.70	1.20	0.2990
	Bağlayıcı ajan konsantrasyonu	7453.64	1	7453.64	15.65	0.0027*
	Kalıntı	4763.98	10	476.40		
	Model uyumsuzluğu	1996.79	6	332.80	0.4811	0.7980
	Saf hata	2767.19	4	691.80		
	Düzeltilmiş toplam	12789.32	12			

* istatistiksel olarak önemlidir

Literatürde kullanılan taşıyıcıya göre değişmekle beraber kullanılan bağlayıcı ajanın miktarındaki/konsantrasyonundaki artışının ürünün Carr indeks ve Hausner oranı değerlerini azaltıcı yönde etki göstererek akış özelliklerini geliştirdiği rapor edilmiştir. Ayrıca son ürünün partikül boyutunun da kullanılan bağlayıcı sıvı konsantrasyonundaki artışla paralel olarak arttığı bildirilmiştir (Yuksel ve Dirim 2020). Aglomerasyon prosesinde uygulanan sıcaklığının ise partiküllere püskürtülen bağlayıcı sıvının kuruma hızını doğrudan etkilemesi sebebiyle oluşan aglomeratların büyüklüğü üzerinde etkili olduğu bildirilmiştir. Sıcaklık artışı kaynaklı buharlaşma hızının artışına bağlı olarak ıslanmış yüzeylere sahip olan partiküllerin birbirleri ile temas etme olasılıklarının azaldığı ve bu durumun partikül boyutunu azaltıcı etki gösterdiği belirtilmiştir (Machado vd. 2014; Atalar vd. 2021). Bu yönleriyle elde edilen sonuçlar literatür ile uyumlu bulunmuştur.

Gerçekleştirilen optimizasyon çalışması sonucunda, regresyon analizine göre aglomerasyon şartlarının ürünün Carr indeks ve partikül boyutu (d (0.9)) üzerindeki etkisini gösteren matematiksel eşitlikler sırasıyla Eşitlik 4.1 ve Eşitlik 4.2’de verilmiştir.

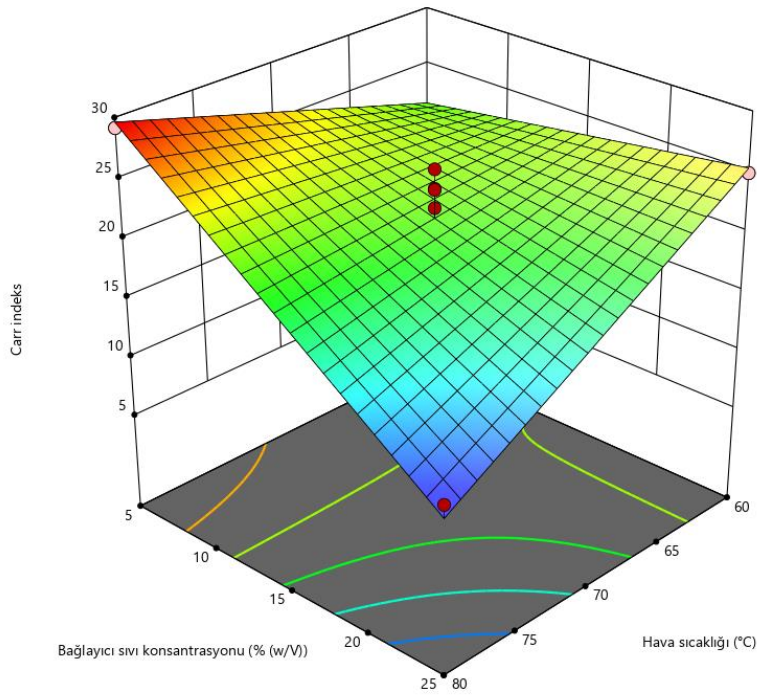
$$Carr\ indeks = -21.48 + 0.70 * HS + 3.76 * BA - 0.06 * HS * BA \quad (4.1)$$

$$Partikül\ boyutu\ (\mu m) = 163.73 - 0.85 * HS + 3.05 * BA \quad (4.2)$$

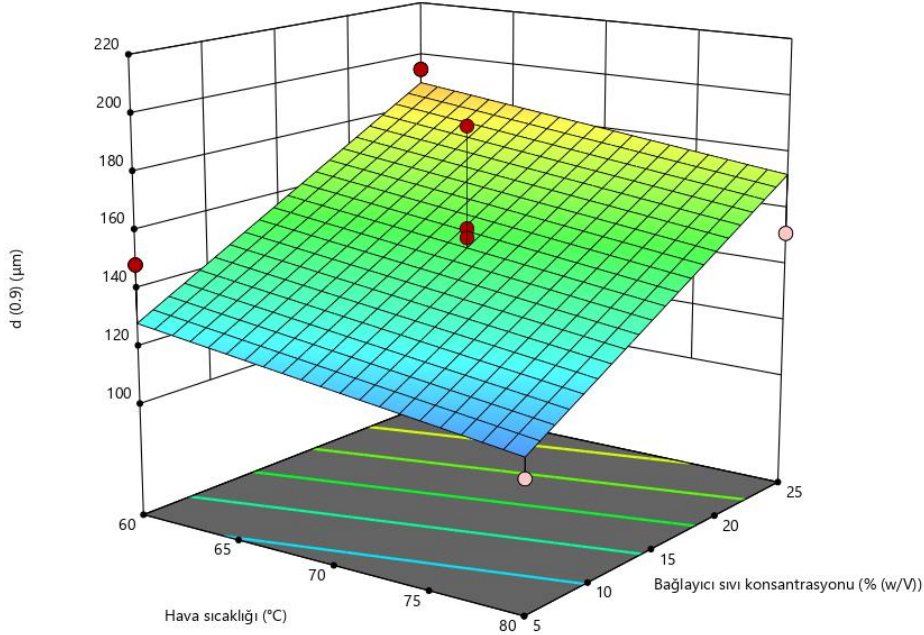
Bu eşitliklerde;

HS: Kurutma havası sıcaklığını (°C),

BA: Bağlayıcı ajan konsantrasyonunu (% w/w) ifade etmektedir.



Şekil 4.1. Nar suyu tozunun aglomerasyonunda bağımsız değişkenlerin Carr indeks değeri üzerine etkisi



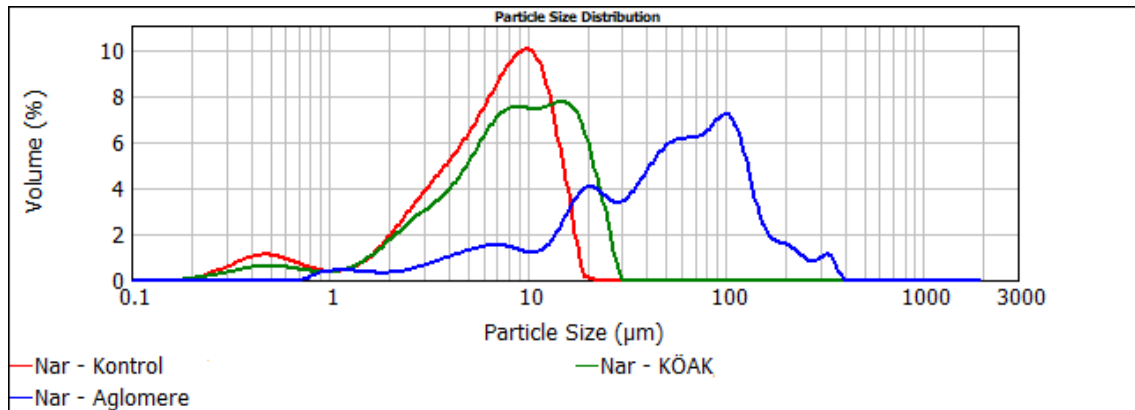
Şekil 4.2. Nar suyu tozunun aglomerasyonunda bağımsız değişkenlerin partikül boyutu ($d(0.9)$) üzerine etkisi

Gerçekleştirilen optimizasyon çalışması sonuçlarına göre nar suyu tozunun aglomerasyonu için en uygun aglomerasyon şartları 78.6 °C kurutma hava sıcaklığı ve %25 (w/V) bağlayıcı sıvı konsantrasyonu (Arabik gam) olarak belirlenmiştir. Elde edilen teorik sonuçlar, deneysel verilerle de kıyaslanarak Çizelge 4.7’de verilmiştir. Bağımsız değişkenlerin Carr indeks değeri ve partikül boyutu üzerindeki etkileri incelendiğinde (Şekil 4.1 ve Şekil 4.2) sıcaklık ve bağlayıcı sıvı konsantrasyonunun daha da arttırılmasının ürün akış ve partikül boyutu üzerinde pozitif yönde etkili olabileceği değerlendirilmektedir. Ancak yürütülen tez çalışması kapsamında kullanılan akışkan yatak kurutucunun çalışma sıcaklığı aralığı ve Arabik gamın çözünürlüğüne bağlı sınırlamalar sebebi ile bu koşullarda denemeler gerçekleştirilememiştir. Ayrıca Arabik gam çözeltisinin konsantrasyon artışı ile orantılı olarak rengi de koyulaşmakta ve son ürün rengini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu durum da Arabik gam kullanımında sınırlayıcı etki göstermektedir.

Çizelge 4.7. Nar suyu tozunun akışkan yatak kurutucuyla aglomerasyonu için belirlenen optimum proses şartları

	Kurutma sıcaklığı (°C)	Bağlayıcı sıvı konsantrasyonu (% w/V)	Carr indeks değeri	d (0.9) değeri
Teorik	78.6	25	10.81	173.57
Deneysel	78.5	25	11.30	167.60
Fark (%)			9.92	-3.56

Elde edilen aglomeratların partikül boyutları incelendiğinde d (0.9) değerinin 15 kattan fazla artış gösterdiği belirlenmiştir. Bunun yanı sıra, aglomere edilen ürünlerin partikül boyut dağılımları incelendiğinde geniş ve homojen olmayan bir partikül boyut dağılımına sahip olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.3). Bu durum aglomerasyon işleminin başarıyla gerçekleştirilebildiğini ancak homojen olmadığını ortaya koymaktadır. Nitekim, partikül boyutu dağılım özelliklerinden biri olan span değeri incelendiğinde nar suyu tozu için kontrol, ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş ürün grupları için sırasıyla 1.64, 1.98 ve 2.48 olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar da test edilen örneklerin partikül boyut dağılımlarının geniş bir aralıkta salınım gösterdiğini ortaya koymaktadır.



Şekil 4.3. Nar suyu tozlarının partikül boyut dağılımları

4.3. Optimum Şartlarda Üretilen Ürünlerin Karakterizasyonu

4.3.1. Verim

Tez çalışması kapsamında gerçekleştirilen püskürterek kurutma çalışmalarında ada çayı ekstraktı tozu için üretim verimi %58, nar suyu tozu için ise %42 olarak bulunmuştur. Aglomerasyon uygulamalarında ise üretim verimleri ada çayı ekstraktı tozu için %75, nar suyu tozu içinse %62 olarak belirlenmiştir. Literatür verileri incelendiğinde püskürterek kurutulmuş ürünlerin üretim veriminin uygulanan sıcaklıklara ve taşıyıcı miktarına bağlı olarak değişiklik gösterdiği anlaşılmıştır.

(Şahin-Nadeem vd. 2013) tarafından püskürterek kurutma tekniği ile ada çayı ekstraktı tozu üretiminin araştırıldığı bir çalışmada, kurutma sıcaklığı ile taşıyıcı bileşimi ve oranına bağlı olarak üretim veriminin taşıyıcı eklenmeden gerçekleştirilen kurutma çalışmalarında %8-13, taşıyıcı eklenerek gerçekleştirilen üretim çalışmalarında ise %28-60 arasında değişiklik gösterdiği bildirilmiştir. Jafari vd. (2017) tarafından püskürterek kurutma tekniğiyle nar suyu tozu üretiminin ele alındığı bir başka çalışmada ise yine üretim sıcaklığı ve taşıyıcı miktarına bağlı olarak üretim veriminin %17-25 arasında değişiklik gösterdiği bildirilmiştir. Çeşitli aglomerasyon çalışmalarında ise üretim veriminin proses sıcaklığı, bağlayıcı sıvı bileşimi ve besleme hızı, hammadde özellikleri vb. faktörler bağlı olarak geniş bir aralıkta değiştiği ve muz tozunda %87 (Rayo vd. 2015), biberiye tozunda %41-88 (Benelli vd. 2015), pirinç proteini tozunda %61-70 (Andreola vd. 2018), soya proteini izolatında %55-90 (Machado vd. 2014) olarak rapor edilmiştir. Bu veriler ışığında gerçekleştirilen tez çalışmasında elde edilen üretim verimlerinin literatür ile uyumlu olduğu değerlendirilmiştir.

4.3.2. Nem içeriği ve su aktivitesi

Tez çalışması kapsamında üretilen püskürterek kurutulmuş, kekleşme önleyici ajan katkılanmış (KÖAK) ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının nem ve su aktivitesi değerlerinin %1.69-5.25 ve 0.23-0.39 arasında, nar suyu tozlarının ise %3.69-3.80 ve 0.25-0.27 arasında değiştiği belirlenmiştir. Gıdalarda nem miktarı ve su aktivitesi değeri, yapıda mevcut olan suyun mikrobiyal ve biyokimyasal reaksiyonlarda ne derece kullanılabilir olduğunun bir göstergesi olup, yüksek nem ve su aktivitesi değerlerinde bu reaksiyonlar daha hızlı gerçekleşmekte, dolayısıyla ürünün raf ömrü daha kısa olmaktadır (Laroche vd. 2005). Üretilen ürünlerin düşük nem ve su aktivitesi değerlerine sahip olması ise uzun süreler depolanmasını mümkün kılmaktadır.

Püskürterek kurutma yöntemi ile elde edilen toz gıdaların nem içeriklerinin üretim şartlarına bağlı olmakla beraber genellikle %2-10 arasında değiştiği bilinmektedir (Rodríguez-Hernández vd. 2005). Bununla birlikte yaş aglomerasyon uygulamalarında, proses sırasında kullanılan bağlayıcı sıvı bileşimine göre son ürünün nem içeriğinde artışların gözlemlendiği bildirilmektedir (Yuksel ve Dirim 2020). Bu veriler doğrultusunda ürünlerin nem içeriklerinin literatür ile uyumlu olduğu değerlendirilmiştir.

4.3.3. Renk özellikleri

Üretilen toz ürünlerin L, a, b renk özellikleri üzerinden örneklerin renk tonu ve yoğunluğunu ifade eden hue açısı (h°) ve chroma (C^*) değerleri hesaplanmıştır. Hesaplanan renk özelliklerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.8’de, ortalamalara ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Çizelge 4.9’da verilmiştir. Ürünlerin renk özellikleri incelendiğinde aglomerasyon prosesi sonucunda ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının parlaklık değerlerinin (L) önemli düzeyde ($p<0.05$) azalarak koyulaştığı, renk yoğunluklarının ise yine önemli düzeyde ($p<0.05$) arttığı tespit edilmiştir. Renk tonu açısından incelendiğinde ise aglomerasyon prosesi nar suyu tozlarının renk tonunda çok fazla bir değişikliğe neden olmazken, ada çayı ekstraktı tozlarının renk tonunun bir ifadesi olan hue açısı değerinin azalmasına neden olarak sarıdan kırmızı renk yönüne doğru bir renk değişikliğine neden olduğu belirlenmiştir. Bu durumun ısı işleme maruziyet kaynaklı ürünlerin esmerleşmesi kaynaklı olduğu değerlendirilmiştir. Literatür verileri incelendiğinde aglomerasyon uygulamalarında, proses sıcaklığı, kullanılan bağlayıcı ajan ve bağlayıcı ajan konsantrasyonuna bağlı olarak son ürünün renk değerlerinde değişimler gözlemlendiği bildirilmiştir (Dhanalakshmi ve Bhattacharya 2014; Yuksel ve Dirim 2020).

Çizelge 4.8. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının renk özelliklerine ait varyans analizi sonuçları

Renk özelliği	Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
			KO	F	KO	F
L	Ü (üretim yöntemi)	2	323.16	1407.90**	51.65	10761.20**
	Hata	3	0.34		0.01	
h°	Ü	2	118.57	440.16**	0.05	11.11*
	Hata	3	0.40		0.01	
C^*	Ü	2	4.83	72.53**	14.93	586.86**
	Hata	3	0.10		0.04	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

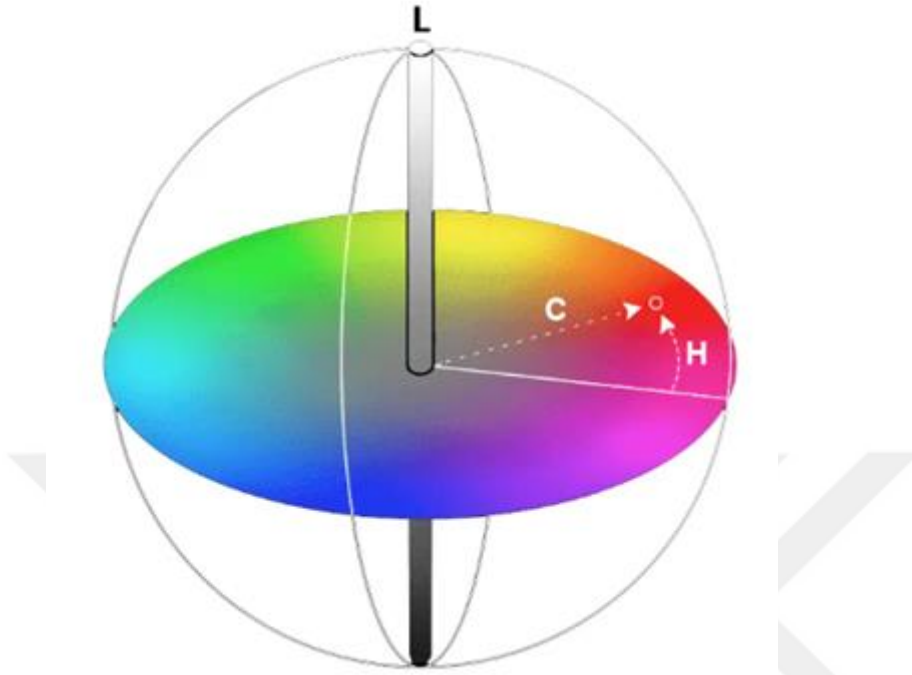
Çizelge 4.9. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının renk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Örnek grubu		L	h°	C^*
Ada çayı ekstraktı tozu	Kontrol	78.09±0.03 ^A	87.53±0.02 ^A	22.93±0.01 ^B
	KÖAK	74.85±0.37 ^B	84.89±0.32 ^B	23.44±0.13 ^B
	Aglomer	61.16±0.20 ^C	77.06±0.32 ^C	25.04±0.18 ^A
Nar suyu tozu	Kontrol	80.42±0.04 ^B	69.34±0.05 ^A	15.26±0.13 ^B
	KÖAK	80.81±0.04 ^A	69.13±0.03 ^B	14.83±0.02 ^C
	Aglomer	74.40±0.02 ^C	69.24±0.00 ^{AB}	18.38±0.02 ^A

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir. Aynı sütundaki farklı harfler ortalamaların $p<0.05$ seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Gerçekleştirilen istatistiksel analiz sonuçları, istatistiksel açıdan uygulamalar arasında genellikle önemli farklılıklar olduğunu ortaya koysa da teknik açıdan bu farklılıklar önemsiz olarak değerlendirilmiştir. Nitekim, Şekil 4.4’te verilen LCH renk

skalası incelendiğinde birkaç birimlik küçük değişikliklerin istatistiksel açıdan önemli olsa da ifade ettiği renk açısından önemli bir anlam ifade etmediği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.4. LCH renk skalası

Literatürde püskürterek kurutma yöntemi ile ada çayı ekstraktı tozu üretimini konu alan çeşitli çalışmalarda üretim sıcaklığı, kullanılan taşıyıcı bileşimi ve hammadde türüne bağlı olarak değişiklik göstermekle beraber renk özelliklerinden L değerinin 66-75, ton açısı değerinin 82-86 doygunluk değerinin ise 16-29 arasında değiştiği tespit edilmiştir (Şahin-Nadeem vd. 2013; Alasalvar ve Cam 2019; Baltacı vd. 2022). Nar suyu tozu üretimini konu alan çalışmalarda ise örnekleri L değerlerinin genellikle 90'dan büyük, ton açısı ve doygunluk değerlerinin ise özellikle kurutmada kullanılan taşıyıcı bileşimine bağlı olarak sırasıyla 40-90 ve 2-30 arasında değişim gösterdiği belirlenmiştir (Yousefi vd. 2011; Jafari vd. 2017; Ghalegi Ghaleenoe vd. 2021). Bu veriler dikkate alındığında tez çalışması kapsamında üretilen ürünlerin renk değerlerinin literatür ile genellikle uyumlu olduğu değerlendirilmiştir.

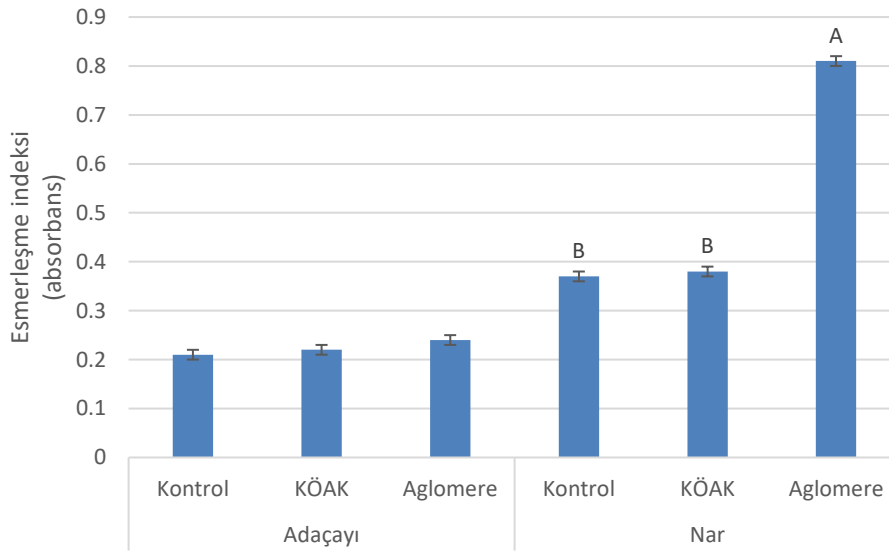
Tüketici beklentisi açısından ürünlerin renk değerleri ele alındığında ada çayı ekstraktı tozlarının renk özelliklerinin kabul edilebilir düzeyde olduğu, ancak nar suyu tozlarının, nara özgü kırmızı renk tonlarını kaybettiği görülmektedir. Nar suyu tozlarında renk özelliklerinin kaybının püskürterek kurutma prosesinde uygulanan yüksek sıcaklık sonucu ortaya çıkan termal degradasyon ve besleme çözeltisine eklenen yoğun miktardaki taşıyıcı kaynaklı olduğu değerlendirilmektedir. Nitekim, literatürde antosiyanin grubu bileşiklerin ısıya karşı hassas olduğu ve püskürterek kurutma sırasında kırmızı renk tonlarını kolayca kaybedebildikleri bildirilmektedir. Ayrıca nar tozunun kırmızı renk tonunun kullanılan taşıyıcı miktarının artışı ile ters orantılı olarak değiştiği de bildirilmektedir. Bu literatür verileri ışığında üretilen nar suyu tozlarının olumsuz renk özellikleri de literatür verileri ile uyum göstermektedir (Goula ve Adamopoulos 2005; Kha vd. 2010; Jafari vd. 2017).

4.3.4. Esmerleşme indeksi

Esmerleşme indeksi gıdalarda ısıtma işlemi, depolama ve diğer işleme yöntemlerine bağlı olarak renk değişikliklerini ölçme ve değerlendirme amacıyla kullanılmaktadır. Tez çalışması kapsamında elde edilen ürünlerin esmerleşme indeksi değerleri ada çayı ekstraktı tozları için 0.21-0.24, nar suyu tozları için ise 0.37-0.81 arasında değişim göstermiştir. Örneklerin esmerleşme indeksi değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.10'da, yoğunluk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.5'te verilmiştir. Esmerleşme indeksi sonuçları incelendiğinde ada çayı ekstraktı tozlarında kekleşme önleyici ajan katkılanmasının ve aglomerasyon uygulamasının önemli bir etkisinin olmadığı anlaşılmıştır. Nar suyu tozlarında ise aglomerasyon uygulamasının örneklerde kararmaya sebep olduğu ve bu farklılığın önemli seviyede olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.10. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının esmerleşme indeksi değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
		KO	F	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	0.0013	3.16	0.2591	746.70**
Hata	3	0.0006		0.0005	



Şekil 4.5. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının esmerleşme indeksi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Örneklerde tespit edilen bu esmerleşme indeksi değerlerinin renk değerleri ile de uyumlu olduğu değerlendirilmiştir. Nitekim, renk analizi sonuçlarında da aglomerasyon işlemi sonrasında nar suyu tozlarının renk tonunun koyulaştığı ve nara özgü renk tonunu kaybettiği tespit edilmiştir. Söz konusu renk bozulmasının hem esmerleşme reaksiyonları kaynaklı oluşan bileşiklerden hem de aglomerasyon prosesinde örneklere eklenen Arabik gam ile ilişkili olduğu değerlendirilmiştir. Literatürde enzimatik

olmayan esmerleşme reaksiyonlarının indirgen şekerlerce ve amino asitlerce zengin bir bileşime sahip olan ürünlerde daha sık görüldüğü ve uygulanan ısı işlemin yoğunluğu ile orantılı olduğu bildirilmiştir (Topuz vd. 2009). Bu açıdan değerlendirme yapıldığında da nar suyu tozunun aglomerasyon prosesi sırasında uzun süreyle yüksek sıcaklıklara maruz kalmasına bağlı olarak esmerleşme reaksiyonlarının hızlandığı ve renkteki bozulmanın arttığı belirlenmiştir.

4.3.5. Çözünürlük

Toz formdaki ürünlerin çözünürlük değeri, gıda formülasyonlarındaki kullanılabilirliği açısından önem taşımaktadır. Bir toz ürünün formülasyonda homojen bir şekilde dağılabilmesi açısından yüksek çözünürlüğe sahip olması gerekmektedir. Tez çalışması kapsamında üretilen püskürterek kurutulmuş (kontrol grupları), kekleşme önleyici ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının yüksek çözünürlük değerlerine sahip olduğu (%96-99) çözünürlük değerleri arasında istatistiksel açıdan önemli bir farklılık ($p>0.05$) olmadığı belirlenmiştir.

4.3.6. Yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk

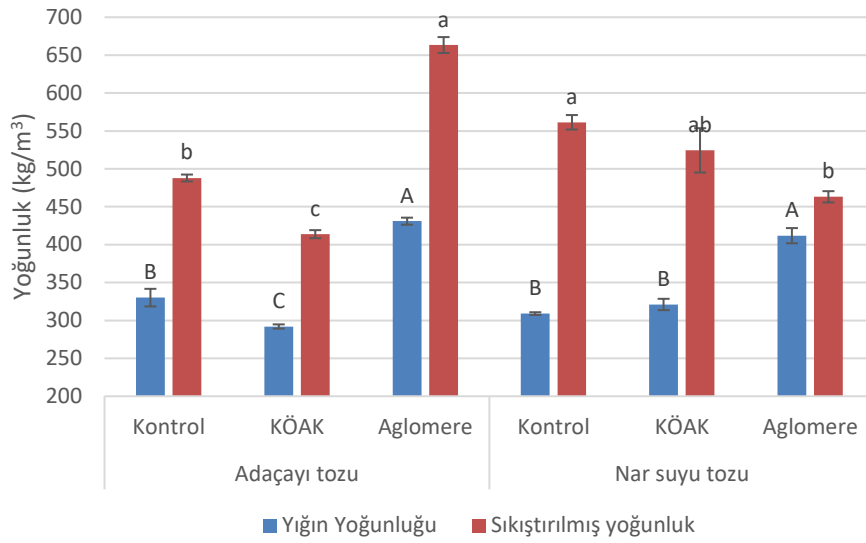
Yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri endüstriyel açıdan toz ürünlerin önemli kalite kriterleri arasında bulunmakta olup özellikle depolama, ambalajlama ve nakliye maliyetleri hakkında fikir vermektedir. Tez çalışması kapsamında üretilen ada çayı ekstraktı tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri sırasıyla 292-430 kg/m³ ve 413-663 kg/m³, nar suyu tozlarının ise 309-411 kg/m³ ve 463-561 kg/m³ arasında değişiklik göstermiştir. Örneklerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerine ait varyans analizi sonuçları Çizelge 4.11’de, yoğunluk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.6’da verilmiştir.

Birçok çalışmada püskürterek kurutulmuş bitki ekstraktlarının ve meyve sularının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin ürün türü, kullanılan taşıyıcı ve taşıyıcı miktarı vb. faktörlere bağlı olarak 300-800 kg/m³ arasında değişiklik gösterdiği bildirilmektedir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Horuz vd. 2012; Vardin ve Yasar 2012; Miravet vd. 2016). Aglomere edilmiş ürünlerde ise yine benzer faktörlere bağlı olarak bu değerlerin 350-700 kg/m³ arasında değişiklik gösterdiği görülmüştür (Bozkurt vd. 2020; Yuksel ve Dirim 2020; Atalar vd. 2021). Bu veriler ışığında elde edilen ürünlerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin literatür ile uyum içinde olduğu değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.11. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerine ait varyans analizi sonuçları

	Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
			KO	F	KO	F
Yığın	Ü (üretim yöntemi)	2	20624.84	94.19**	12624.88	59.23**
yoğunluğu	Hata	3	328.46		319.71	
Sıkıştırılmış	Ü	2	65664.61	309.91**	9860.87	7.38
yoğunluk	Hata	3	317.83		2004.29	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$



Şekil 4.6. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Toz ürünlerde partiküllerin boyutu, şekli ve nem içeriği yığın yoğunluğunu doğrudan etkileyen faktörlerdendir. Genel olarak toz ürünlerin partikül boyutunun azalması, partiküller arası boşluklara daha ince partiküllerin yerleşmesini sağlayarak yığın yoğunluğu üzerinde artırıcı yönde etki göstermektedir. Bununla birlikte partikül şekli ve boyutu, yüzey porozitesi ve özellikle higroskopik karakteri ürünün yoğunluk değerleri üzerinde etki göstermektedir. Kekleşme önleyici ajan kullanımının ise partiküller arası interaksiyonları etkileyerek yoğunluk üzerinde artırıcı ve azaltıcı yönde etki gösterebilmektedir (Fitzpatrick 2013; Ahmed vd. 2014; Savlak vd. 2016; Tontul ve Topuz 2017). Bu literatür verileri kapsamında, aglomere formdaki ürünlerin partikül boyutu artışına paralel olarak yoğunluk değerlerinin de arttığı, akış özelliklerinin geliştirilerek partiküller arası boşlukların azaldığı değerlendirilmiş ve bu değişimler aglomere edilmemiş olan ürünlerdeki yüksek partikül/yüzey etkileşimleri ile ilişkilendirilmiştir.

4.3.7. Partikül boyutu

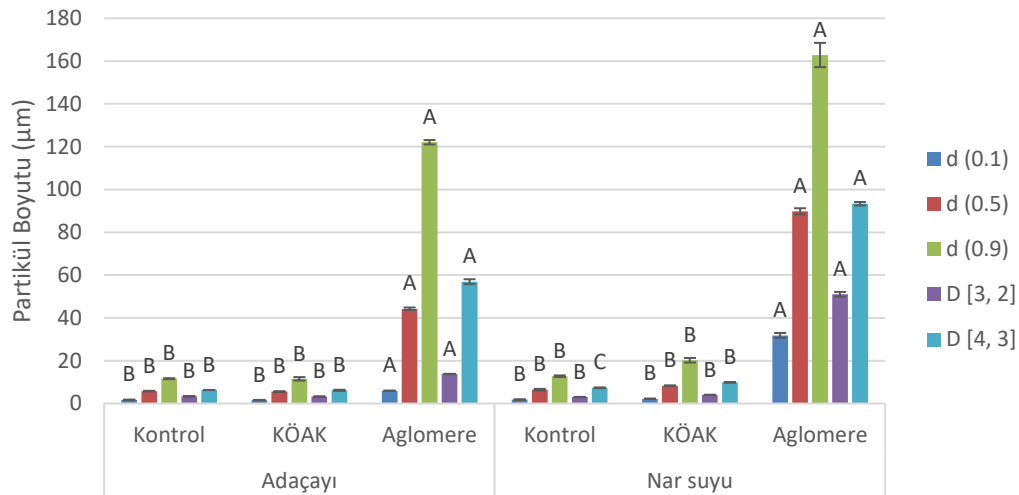
Toz ürünlerde partikül boyutu ürünün birçok özelliğini doğrudan etkilemektedir. Püskürtürerek kurutma tekniği ile üretilen toz ürünler genellikle küçük partikül boyutuna sahiptir. Bu durum ürünün özellikle yığın yoğunluğu, nem çekme eğilimi, partiküller arası interaksiyonlar ve akış özellikleri üzerinde etkili olmaktadır. Düşük partikül boyutu, partiküller arası boşlukların daha az olmasına ve/veya bu boşlukların küçük partiküllerle dolmasına sebep olarak yığın yoğunluğunu arttırmaktadır. Ayrıca partiküllerin toplam yüzey alanının artmasına, dolayısıyla partiküller arası ve partiküller ile dış ortam arasındaki etkileşimlerin artmasına zemin oluşturmaktadır. Bu durum ürüne higroskopik bir özellik kazandırmakta, ayrıca partiküller arası interaksiyonlar ve yüzey ıslanması kaynaklı olarak kekleşme problemlerine sebep olabilmektedir (Teunou vd. 1999; Koc vd. 2014; Kudo vd. 2020; Samborska vd. 2023).

Çalışma kapsamında elde edilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının partikül boyut değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.12’de, partikül boyut değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.7’de verilmiştir. Püskürterek kurutulmuş ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş olan tüm ürünlerin partikül boyutlarının 20 μm ’den daha küçük olduğu tespit edilmiştir. Aglomerasyon uygulamasıyla ürünlerin partikül boyutunun 10-20 kat arttırılabildiği ve heterojen bir dağılım gösterdiği, partikül boyutlarının (d (0.9)) ise ada çayı ekstraktı tozu için 120 μm , nar suyu tozu içinse 170 μm dolaylarında olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla ürünlerin partikül boyutunun artmasına paralel olarak akış özelliklerinin geliştirildiği ve nem çekme eğilimlerinin azalmasına bağlı olarak kekleşme problemine karşı daha stabil bir yapı özelliği kazandığı değerlendirilmiştir. Nitekim, literatürde toz ürünlerin partikül boyutunun artmasına bağlı olarak nem çekme eğilimlerinin ve akış özelliklerinin geliştirildiğine yönelik çeşitli veriler mevcuttur (Fitzpatrick vd. 2004; Opaliński vd. 2012; Enferad vd. 2020)

Çizelge 4.12. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının partikül boyut değerlerine ait varyans analizi sonuçları

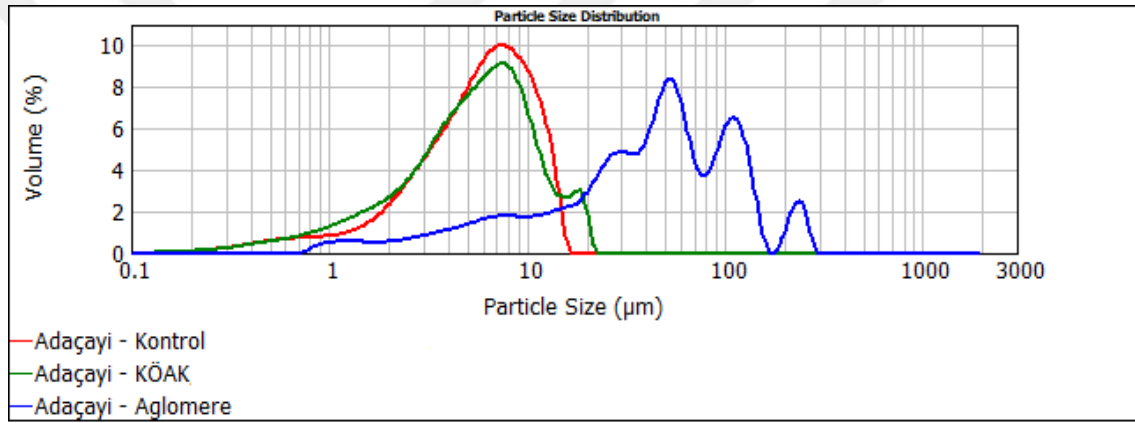
Partikül boyutu	Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
			KO	F	KO	F
d (0.1)	Ü (Üretim yöntemi)	2	24.59	626.65**	1185.48	700.56**
	Hata	3	0.06		2.54	
d (0.5)	Ü	2	1983.33	3745.43**	9073.00	3140.47**
	Hata	3	0.80		4.33	
d (0.9)	Ü	2	16283.29	6876.97**	28616.55	64.075**
	Hata	3	3.55		66.99	
D [3, 2]	Ü	2	147.09	1758.06**	3014.30	1976.44**
	Hata	3	0.13		2.29	
D [4, 3]	Ü	2	3424.97	1866.61**	9581.02	10667.20**
	Hata	3	2.75		1.35	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

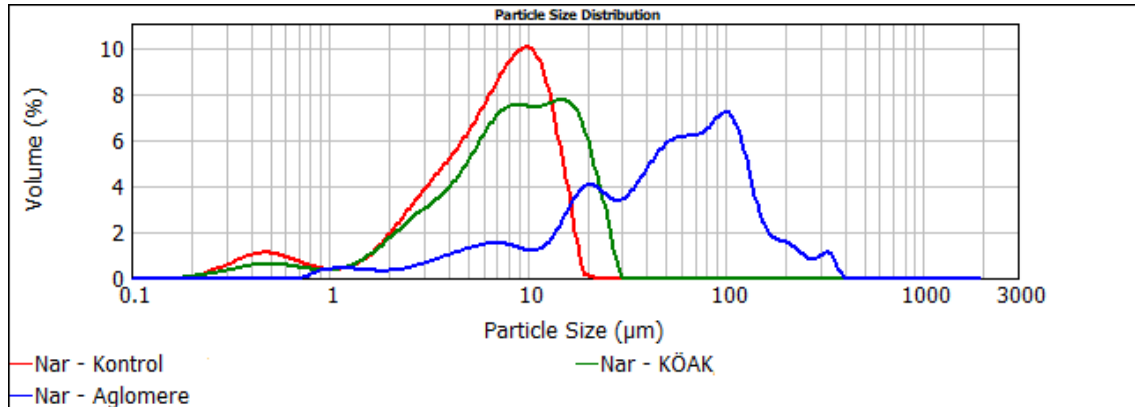


Şekil 4.7. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının partikül boyut değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Üretilen ürünlerin partikül boyut dağılımları incelendiğinde ise (Şekil 4.8 ve Şekil 4.9), beklenildiği üzere aglomere edilen partiküllerin çoğunlukla daha büyük boyutlarda olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra aglomere edilmiş örneklerin partikül boyut dağılımının daha geniş bir aralıkta salınım gösterdiği anlaşılmaktadır. Nitekim, partikül boyut dağılım özelliklerinden biri olan ve partikül boyutunun gösterdiği salınımın bir ifadesi olan span değerleri incelendiğinde (yüksek span değeri, yüksek salınımı ifade etmektedir) de aglomere edilmiş ürünlerde bu değer diğerlerine kıyasla daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Aglomere edilen ürünlerin partikül boyut dağılımının geniş bir aralıkta olması, aglomerasyon sırasında toz partiküllerin homojen bir şekilde ıslatılamaması ve/veya karıştırılamamasıyla ilişkili olduğu değerlendirilmiştir. Ayrıca aglomerasyon prosesi sonlandırılmadan önceki kurutma aşamasında, zayıf bir şekilde birbirine bağlanmış aglomeratlar arasındaki katı köprülerin, partiküllerin birbiriyle ve/veya kurutucu cidarıyla çarpışması sonucunda daha küçük boyutlu partiküllere de dönüşmüş olabileceği düşünülmektedir (Pathare ve Byrne 2011).



Şekil 4.8. Ada çayı ekstraktı tozlarının partikül boyut dağılımları



Şekil 4.9. Nar suyu tozlarının partikül boyut dağılımları

4.3.8. Higroskopisite

Toz ürünlerde higroskopisite, suyun moleküler yapıya ne düzeyde absorbe olabildiğinin ve partikül yüzeyine ne kadar adsorbe olarak bağlanabildiğinin bir göstergesidir. Genel olarak amorf yapıdaki tozlar kristal yapıdaki tozlara oranla daha yüksek nem çekme eğilimindedir. Püskürterek kurutulmuş toz ürünler, çoğunlukla amorf yapıda olmaları ve küçük partikül boyutuna bağlı olarak toplam yüzey alanlarının yüksek olmaları nedeniyle bulundukları çevreden kolayca nem çekebilmektedirler (Goula vd. 2004; Palzer 2009; Yuksel ve Dirim 2020). Toz ürünlerin nem çekmesi durumunda ürünün fizikokimyasal özelliklerinde önemli değişimler ortaya çıkmaktadır. Ürünün çevreden su çekerek bileşimindeki nem miktarının artması sonucu yığın yoğunluğunda azalma, kekleşme ve akış özelliklerinde kötüleşme gibi problemler ortaya çıkabilmektedir (Barbosa-Cánovas vd. 2005; Juarez-Enriquez vd. 2017). Bu sebeple düşük higroskopik karakterde ürün üretimi ve/veya üretim sonrası ürünün nem çekmesini azaltıcı yönde önlemlerin alınması ürün stabilitesi açısından önem taşımaktadır.

Tez çalışması kapsamında elde edilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının higroskopisite değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.13'te, higroskopisite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.10'da verilmiştir. Üretilen püskürterek kurutulmuş, kekleşme önleyici ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozu ile nar suyu tozu örneklerinin higroskopisite değerlerinin sırasıyla 1.75-3.28 kg/m³ ve 2.75-3.26 kg/m³ arasında değiştiği belirlenmiştir. Literatürde toz ürünlerin nem çekme eğilimlerinin hammadde bileşimindeki düşük moleküler ağırlıklı şeker oranı, kullanılan taşıyıcı, kurutma sıcaklığı, camsı geçiş sıcaklığı vb. faktörlere göre geniş bir yelpazede salınım gösterdiği bildirilmiş olup çalışma kapsamında elde edilen higroskopisite verileri literatür ile uyum göstermektedir (Goula vd. 2004; Koc vd. 2010; Ferrari vd. 2012; Kuck ve Noreña 2016; Ribeiro vd. 2016).

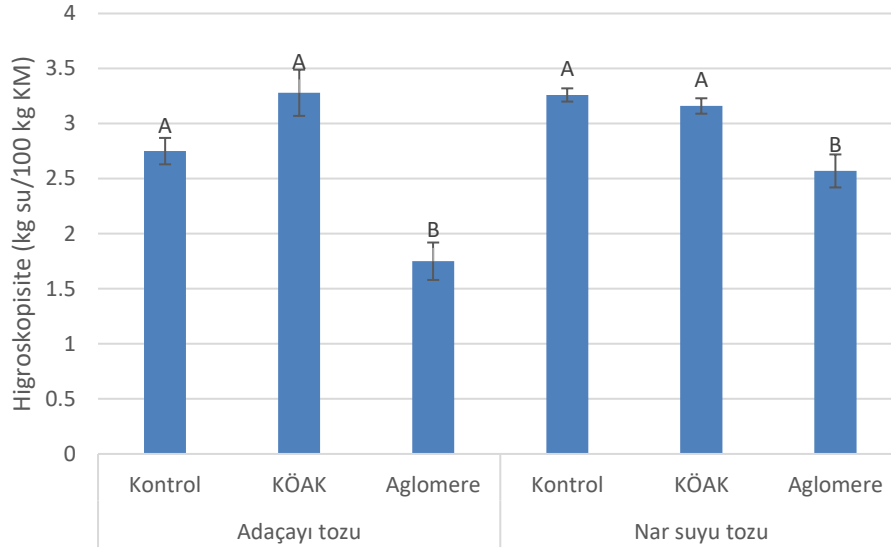
Çizelge 4.13. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının higroskopisite değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
		KO	F	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	2.42	21.68*	0.57	13.02*
Hata	3	0.17		0.07	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Elde edilen sonuçlara göre nar suyu tozlarının genel olarak ada çayı ekstraktı tozlarına kıyasla daha higroskopik karakterde olduğu anlaşılmıştır. Bu durum, nar suyu tozunun düşük moleküler ağırlıklı şekerler açısından ada çayı ekstraktı tozuna kıyasla daha zengin bir bileşime sahip olmasından kaynakladığı değerlendirilmiştir (Koç vd. 2012; Ribeiro vd. 2016). Ayrıca her iki ürün grubu içinde de aglomere edilmiş olan örneklerin nem çekme eğilimlerinin daha az ve bu farklılığın önemli seviyede ($p<0.05$) olduğu belirlenmiştir. Bu durum aglomerasyon uygulaması sonrası partiküllerin toplam yüzey alanlarının azalması ile ilişkilendirilmiştir. Nitekim, literatürde farklı ürünlerde gerçekleştirilen aglomerasyon uygulamalarında, partikül boyutunun büyümesi sonucu toplam yüzey alanının azalması ve havadaki nemle daha az etkileşime girmesine bağlı

olarak, ürünlerin su çekme eğilimlerinin azaldığını rapor eden çeşitli çalışmalar mevcuttur. Bununla birlikte ürünlerin su içeriğindeki artış da ortam ile toz partikülleri arasındaki nem farkının azalmasına ve ürünün nem çekme eğiliminin azalmasına sebep olmaktadır (Samborska vd. 2017; Yuksel ve Dirim 2020).



Şekil 4.10. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının higroskopisite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

4.3.9. Akış özellikleri

Toz ürünlerin akış özellikleri ürünün fizikokimyasal özellikleri ile doğrudan ilişkili olan kompleks bir özelliktir. Partiküllerin şekli, boyutu ve boyut dağılımı, nem içeriği, kekleşme derecesi, yüzey özellikleri, partiküllerin birbirleri ve bulundukları ortam ile ilişkileri akış özellikleri üzerinde etkili olmaktadır. Toz ürünlerde partikül boyutundaki düşüş, toplam yüzey alanında artışa sebep olmaktadır. Yüksek yüzey alanı partikül/partikül ve partikül/yüzey arasındaki sürtünme, elektrostatik ve Wan der Vaals kuvvetleri gibi etkileşimlerin artmasına neden olmaktadır. Bu durum toz ürünlerin akış özelliklerinin olumsuz yönde etkilemektedir. Yüksek yüzey alanı, partiküllerin nem çekme eğilimlerini arttırmakta ve bunun sonucunda partikül yüzeylerinin ıslanması ve/veya buna bağlı olarak ortaya çıkan kekleşme problemi de ürünün akış özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir (Fitzpatrick 2005; Stoklosa vd. 2012; Samborska vd. 2017; Samborska vd. 2023; Suhag vd. 2024). Genel olarak partikül boyutu 100 µm altında olan partiküller akış özellikleri açısından olumsuz özelliklere sahiptir (Szulc ve Lenart 2012). Partikül boyutu 200 µm ve üstünde olan partiküller ise daha iyi bir akış özelliği göstermektedir (Fitzpatrick 2005)

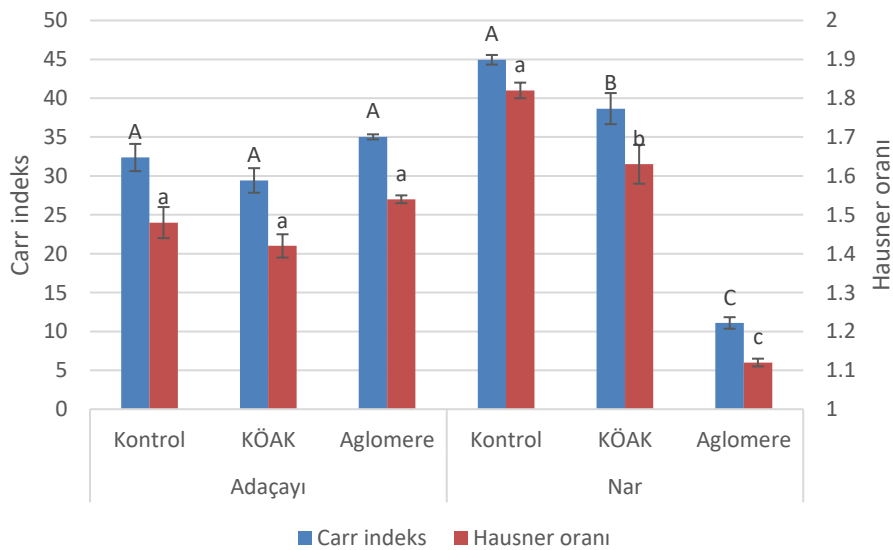
Tez çalışması kapsamında elde edilen ürünlerin akış özellikleri Carr indeks ve Hausner oranı değerleri üzerinden ifade edilmiştir. Üretilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının akış özelliği değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.14'te, akış özelliği değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.11'de verilmiştir. Sonuçlara göre ada çayı ekstraktı tozlarının Carr indeks değerleri ve Hausner oranları sırasıyla 30-35 ve 1.4-1.6 arasında, nar suyu tozları içinse

bu değerler yine sırasıyla 10-45 ve 1.1-1.8 arasında değişiklik göstermiştir. Bu veriler incelendiğinde ada çayı ekstraktı tozları üzerinde uygulanan işlemlerin akış özellikleri açısından önemli bir etkisinin olmadığı, nar suyu tozlarında ise kekleşme önleyici ajan ilavesinin ve aglomerasyon uygulamasının ürünlerin akış özellikleri üzerinde önemli seviyede ve geliştirici yönde etki gösterdiği belirlenmiştir. Ürünlerin Carr indeks değerleri, Jinapong vd. (2008) tarafından bildirilen skaladaki Carr indeks değerleriyle kıyaslandığında, ada çayı ekstraktı tozlarının akış özellikleri “orta”, kontrol ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş nar suyu tozlarının “kötü”, aglomere edilmiş nar suyu tozlarının ise “çok iyi” olarak değerlendirilmiştir. Hausner oranları açısından Barbosa-Cánovas vd. (2005) tarafından bildirilen skalaya göre değerlendirme yapıldığında ise aglomere edilmiş nar suyu tozlarının akış özellikleri “orta”, diğer örnekleri ise “çok kötü” olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.14. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının akış özelliği değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Akış özelliği	Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
			KO	F	KO	F
Carr indeks	Ü (Üretim yöntemi)	2	31.39	4.14	1297.46	197.81**
	Hata	3	11.37		9.84	
Hausner oranı	Ü	2	0.02	4.15	0.52	112.66**
	Hata	3	0.01		0.01	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01



Şekil 4.11. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının akış özelliği değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Literatürde aglomerasyon uygulamalarının toz ürünlerin akış özellikleri üzerinde iyileştirici etki gösterdiğini bildiren çok sayıda araştırma bulunmaktadır. Gerçekleştirilen bu tez çalışması kapsamında da benzer şekilde, nar suyu tozlarında aglomerasyon uygulaması, ürünün akış özelliklerini önemli düzeyde iyileştirmiştir. Ancak elde edilen akış verilerine göre test edilen uygulamalar ada çayı ekstrakt tozu

örnekleri üzerinde aynı düzeyde etkili olmamıştır. Bazı araştırmalarda buna benzer sonuçlar elde edilmiş olup, aglomerasyon sonucu bazı durumlarda ürünün akış özelliklerinin geliştirilemediği bildirilmiştir. Nitekim, Lee ve Yoo (2023) tarafından prejelatinize patates nişastası üzerinde gerçekleştirilen bir çalışmada, aglomerasyon işleminin akış özelliklerini geliştirdiği ancak proseste kullanılan bağlayıcı sıvı konsantrasyonunun artışa bağlı olarak genel kanının aksine bazı şartlarda akış özelliklerinde bir iyileşme tespit edilemediği belirtilmiştir. Bu durum, proseste partiküller arasında oluşturulan katı köprülerin kopmasına, dolayısıyla partikül boyutunun küçülmesine ve partikül boyut dağılımının genişlemesine bağlanmıştır.

Tez kapsamında gerçekleştirilen laboratuvar çalışmaları sırasında elde edilen izlenimlere göre kontrol ile kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnek gruplarına kıyasla, aglomere edilen tüm örneklerin daha iyi akış gösterdiği tespit edilmiştir. Bu durum toz ürünlerde akış özelliklerinin değerlendirilmesinde Carr indeks ve Hausner oranının ne kadar tutarlı sonuçlar verdiğinin sorgulanmasına sebep olmuştur. Nitekim, bazı çalışmalarda bu akış indeksleri yaygın olarak kullanılsa da ürünün çeşitli özelliklerinin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerini etkilemesine bağlı olarak, bu akış değerlerini de etkilediği bildirilmiştir. Dolayısıyla bu akış kriterlerinin ürün özelliklerini değerlendirme hatalı sonuçlar da verebildiğini savunmuştur (Hao 2015).

Benzer şekilde Suhag vd. (2024) tarafından yayınlanan derleme makalede de ürünün çeşitli özelliklerinin akış karakteristiklerini etkileyebildiğini bildirmiştir. Bu makalede; yüksek kohezif özelliğe sahip tozlarda partiküller arası kuvvetlerin, sıkıştırılmış yoğunluk ölçümü sırasında örneklerin yığın içinde yerleşmesini sağlayan vurma kuvvetinden daha yüksek olması durumunda yoğunluk değerlerinin hatalı olarak ölçülebildiğini, dolayısıyla yoğunluk değerlerine bağlı akış indeksleri olan Carr indeks ve Hausner oranlarının akış özelliklerini ifade etmede yetersiz kalabildiğini belirtmişlerdir. Ayrıca aglomerasyon prosesi sonucu elde edilen toz ürünlerde olduğu gibi partiküllerin daha ağır ve yoğunlukta olması, partiküllerin hazneye daha iyi yerleşerek granüler yapıli materyallerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk ölçümünde hatalara sebep olabildiğini ifade etmişlerdir. Aynı çalışmada partikül boyut dağılımının geniş olması da akış özellikleri üzerinde olumsuz etki gösterdiği bildirilmiştir. Çalışma kapsamında üretilen aglomeratların geniş bir partikül dağılımına sahip olmasının da akış özellikleri üzerinde olumsuz etki oluşturmuş olabileceği değerlendirilmiştir.

4.3.10. Kekkleşme derecesi

Kekkleşme problemi ürünün fiziksel, kimyasal, mikrobiyolojik ve duyuusal özelliklerinin olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Toz ürünlerde kekkleşme problemi, ürünün üretim ve/veya depolama aşamalarında ortaya çıkabilen, aglomerasyon uygulaması gibi bazı spesifik prosesler haricinde istenmeyen ve kontrolsüz olarak gerçekleşen bir problemliir. Toz gıdaların üretimi esnasında ortaya çıkan kekkleşme problemi genellikle üretim şartlarının uygunsuz olmasından kaynaklanmakta olup, camsı geçiş sıcaklığı ile doğrudan ilişkilidir. Ürünün üretimi sonrasında ortaya çıkan kekkleşme problemi ise uygun olmayan depolama şartları ile ilişkili olup hem camsı geçiş sıcaklığı hem de depolama atmosferinin nem içeriği ile ilişkili olabilmektedir (Palzer 2005; Lipasek vd. 2012).

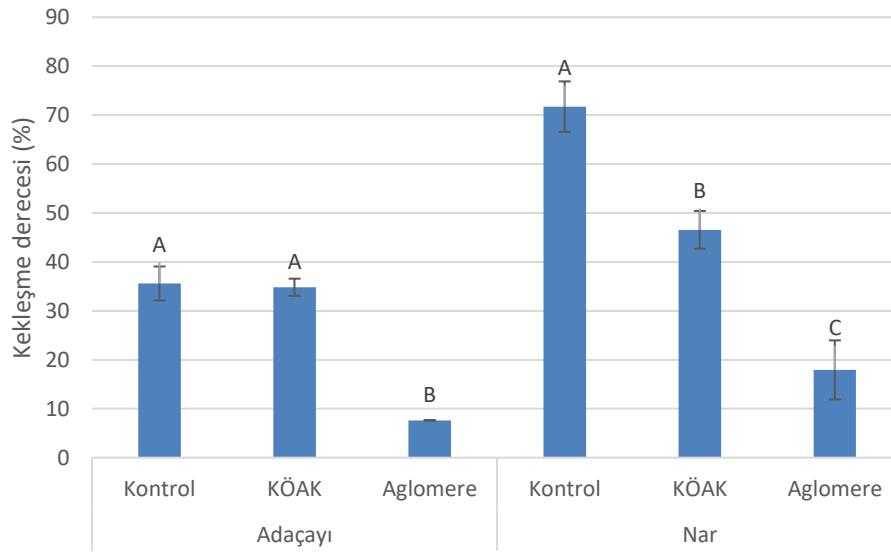
Tez çalışması kapsamında elde edilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının kekleşme derecesi verilerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.15'te, kekleşme derecesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.12'de verilmiştir. Üretilen ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesi %7-35, nar suyu tozlarının ise 19-71 arasında değişiklik göstermiştir. Kekleşme önleyici ajan ilavesi, ada çayı ekstraktı tozlarında kekleşme üzerinde önemli bir etki ortaya koymazken, nar suyu tozlarında kekleşme derecesini önemli ölçüde ($p<0.05$) azaltmıştır. Ada çayı ekstraktı tozlarında kekleşme önleyici ajan kullanımının, kekleşme problemi üzerinde etkisiz olması kullanılan ajan miktarı ile ilişkilendirilmiştir. Literatürde toz ürünlerde kullanılan kekleşme önleyici ajan miktarına göre, ajan kullanımının etkisinin farklılıklar gösterdiğini destekleyen çalışmalar mevcuttur (Roustapour vd. 2012). Ancak bu katkıların kullanım seviyesindeki yasal kısıtlamalar nedeniyle daha yüksek oranlarda kullanımı mümkün olmamıştır (Pui vd. 2024). Kekleşme önleyici ajan kullanımı dışında aglomerasyon uygulaması her iki örnek grubunda da kekleşme derecesini üzerinde önemli düzeyde azaltıcı etki göstermiştir. Nar suyu tozlarının kekleşme derecesi, ada çayı ekstraktı tozlarına kıyasla daha fazla bulunmuştur. Bu durum nar suyunun bileşiminde ada çayına ekstraktına oranla daha fazla miktarda düşük moleküler ağırlıklı şeker ve organik asit bulunması ile ilişkilendirilmiştir. Nitekim, düşük moleküler ağırlıklı şeker ve organik asitçe zengin olan materyallerin tozlarının hem üretim hem de depolama aşamalarında yapışma problemleri, dolayısıyla kekleşme problemleri yaygın görülen bir problemidir. Bu problem genellikle camsı geçiş sıcaklığı ile ilişkilendirilmektedir (Aguilera vd. 1995; Zafar vd. 2017; Samborska vd. 2023).

Çizelge 4.15. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının kekleşme derecesi değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
		KO	F	KO	F
Ü (Üretim yöntemi)	2	1015.54	50.58**	2897.84	27.86*
Hata	3	30.12		156.05	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Literatürde toz ürünlerin kekleşme derecesinin ürün bileşimine, kurutma yöntemine, kurutma sıcaklığına, kurutmada kullanılan taşıyıcı miktar ve bileşimine ve depolama şartlarına bağlı olarak değişiklik gösterdiğini bildiren çalışmalar mevcuttur. Goula ve Adamopoulos (2010) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada portakal suyundan püskürterek kurutma yöntemi ile toz üretimi ele alınmıştır. Çalışmada püskürterek kurutucu giriş hava sıcaklığının, kullanılan taşıyıcının (maltodekstrin) dekstrozu eşdeğerinin ve taşıyıcı konsantrasyonunun ürün özellikleri üzerindeki etkisi irdelenmiştir. Aktarılan sonuçlara göre daha düşük dekstrozu eşdeğerli maltodekstrin kullanımı, taşıyıcı konsantrasyonunun artırılması ve kurutma sıcaklığının yükseltilmesine bağlı olarak son ürünün kekleşme derecesinin azaldığı ve yaklaşık %6-25 arasında değişiklik gösterdiği bildirilmiştir. Bu durum belirtilen şartlar altında ürünün nem çekme eğilimlerinin azalmasına bağlı olarak partiküller arasında sıvı köprülerinin oluşması ihtimalinin azalması ile ilişkilendirilmiştir.



Şekil 4.12. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının kekleşme derecesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Püskürterek kurutma yöntemi ile taşıyıcı olarak Arabik gam ve maltodekstrin kullanarak prebiyotik özellikli ananas, kavun ve portakal suyu tozlarının üretiminin ele aldığı bir çalışmada en iyi kurutma şartlarının belirlenmesi hedeflenmiştir. Çalışmada kekleşme probleminin ürünün nem çekme eğilimi ile ilişkili olduğu, dolayısıyla ürünün higroskopisite değerini etkileyen faktörlerin kekleşme derecesini de etkilediğini belirtmiştir. Çalışma sonuçlarına göre ürünlerin kekleşme dereceleri kavun, ananas ve portakal suyu tozları için sırasıyla %67, %35 ve %23 olarak bildirilmiştir (Fontes vd. 2014).

Ansar ve Azis (2020) tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada vakum kurutuma yöntemi ile çarkıfelek meyvesi suyu tozu üretimi ele alınmıştır. Elde edilen toz ürünler farklı sıcaklık (10 °C, 20 °C ve 30 °C) ve atmosfer nemi (%32, %52 ve %75) şartları altında üç ay süreyle depolanmış ve çeşitli özellikleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre %32 bağıl nem değerine sahip ortamda depolanan örneklerde kekleşme gözlenmezken depolama sıcaklığı ve neminin artmasına bağlı olarak ürünün kekleşme derecesinde önemli düzeyde artış gözlemlendiği ve %75 bağıl nemde kekleşme seviyesinin %80 seviyelerine kadar çıkabildiği bildirilmiştir. Söz konusu kekleşme ortam neminin ürün tarafından absorbe edilmesi ve bileşimdeki şekerlerin çözünerek partiküller arası katı köprüleri oluşturması ile ilişkilendirilmiştir.

Dondurarak kurutma yöntemi ile mango suyu ve mango püresi kullanılarak, mango tozu üretiminin ele alındığı bir başka çalışmada kurutmada taşıyıcı olarak kullanılan maltodekstrinin ve ürün su aktivitesi değerinin kekleşme üzerindeki etkisi incelenmiştir. Taşıyıcı oranı azaldıkça ve ürün su aktivitesi değeri arttıkça kekleşme derecesinin de arttığı bildirilen çalışmada, taşıyıcı seviyesine göre değişmekle beraber özellikle su aktivitesi değerinin 0.4 üzerinde olduğu durumlarda kekleşme probleminde ciddi düzeyde bir artış olduğu rapor edilmiştir (Fongin vd. 2019).

Farklı kurutma yöntemlerinin mandalina tozunun fizikokimyasal özellikleri üzerindeki etkisinin incelendiği bir başka çalışmada püskürterek kurutma, dondurarak kurutma, tambur kurutma ve vakum kurutma yöntemleri test edilmiştir. Çalışmada mandalina tozlarının kekleşme dereceleri belirtilen kurutma yöntemlerine göre sırasıyla yaklaşık % 42, %35, %14 ve %9 olarak bildirilmiştir (Phing vd. 2022).

Literatürde çeşitli toz gıdaların ve üretim yöntemleri için belirtilen kekleşme derecesi değerleri dikkate alındığında, tez çalışması kapsamında elde edilen ürünlere ait kekleşme derecelerinin literatür ile uyumlu olduğu değerlendirilmiştir. Ayrıca Jaya ve Das (2004) tarafından toz gıdalarda %5-34 arasındaki bir kekleşme derecesinin, iyi bir ürün stabilitesini ifade ettiği bildirilmiştir. Bu açıdan değerlendirildiğinde tez çalışması kapsamında üretilen kontrol ve kekleşme önleyici ajan ilavesi gerçekleştirilmiş ürünlerin stabil bir yapıda olmadığı, ancak aglomere edilmiş ürünlerin ise stabil bir yapıda olduğu değerlendirilmiştir.

4.3.11. Termal özellikler

Toz ürünlerde termal özelliklerini faz geçiş sıcaklıkları, ısı kapasite, entalpi, camsı geçiş sıcaklığı vb. özellikler oluşturmaktadır. Gıda teknolojisi açısından camsı geçiş sıcaklığının en önemli termal özellikler arasında bulunmaktadır. Camsı geçiş sıcaklığı ürünün bileşimine ve nem içeriğine doğrudan bağlı olarak değişiklik göstermekte ve en düşük ile en yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip bileşenlerin camsı geçiş sıcaklığı arasında bir değer almaktadır. Toz gıdalarda camsı geçiş, genellikle 10-20 °C gibi geniş bir sıcaklık aralığında gerçekleşmektedir. Bu sebeple camsı geçiş sıcaklığının belirlenmesinde genellikle kesin sonuçlar elde edilememekte ve sonuçlar birbirinden farklılık gösterebilmektedir (Parniakov vd. 2018; Kaderides ve Goula 2019).

Toz gıdalar doğası gereği karmaşık sistemler olup, bileşiminde şeker, protein, yağ, su vb. gibi birçok alt grup bulunan karışımlardır. Bileşimde bulunan her bir besin maddesinin bulunma oranı ve camsı geçiş sıcaklığı, ürünün camsı geçiş sıcaklığını doğrudan etkilemektedir. Düşük moleküler ağırlıklı şekerler, organik asitler ve su diğer besin bileşenlerine kıyasla oldukça düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip olmaları sebebiyle ayrı bir öneme sahiptir. Ürün bileşimindeki düşük moleküler ağırlıklı şekerlerin, organik asitlerin ve suyun oranının artışıyla ters orantılı olarak, ürünün camsı geçiş sıcaklığı düşme eğilimi göstermekte ve bu düşüş özellikle ürünün kurutulması/depolanması gibi aşamalarda yapışma ve topaklanma gibi sorunlara yol açabilmektedir (Kaderides ve Goula 2019; Samborska vd. 2023).

Düşük camsı geçiş sıcaklığı kaynaklı olarak ortaya çıkan bu sorunların aşılabilmesi için ya proses şartlarında değişikliğe gidilmekte ya da camsı geçiş sıcaklığını artırıcı yönde yaklaşımlar denenmektedir. Bu amaçla gıdaların bileşimine yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip taşıyıcı maddelerin eklenmesi yaygın olarak uygulanan bir yöntemdir. Gıda bileşimine eklenen taşıyıcı maddeler sayesinde, hem düşük camsı geçiş sıcaklığına sahip olan bileşenler oransal olarak azalmakta hem de camsı geçiş sıcaklığı daha yüksek olan bileşenler karışıma dahil olmaktadır. Bu durum ürünün camsı geçiş sıcaklığını artırıcı yönde etki göstermektedir. Nitekim, bu durum Gordon-Taylor tarafından ortaya konan ve karışım halindeki maddelerin camsı geçiş sıcaklığının hesaplanmasında kullanılabilen eşitlik üzerinden de anlaşılabilmektedir (Khalloufi vd. 2000; Roos ve Drusch 2016; Samborska vd. 2023).

Tez çalışması kapsamında üretilen ada çayı ekstraktı tozlarının camsı geçiş sıcaklıkları kontrol, kekleşme önleyici ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş ürün grupları için sırasıyla 96, 95 ve 97 °C, nar suyu tozları için ise yine sırasıyla 143, 153 ve 145 °C olarak tespit edilmiştir. Ayrıca ada çayı ekstraktı tozlarının erime sıcaklıklarının pik noktalarının 154-162 °C, nar suyu tozlarının erime sıcaklıklarının pik noktalarının ise 163-171 °C arasında değişiklik gösterdiği belirlenmiştir. Ada çayı ekstraktı tozları ve nar suyu tozlarının DSC grafikleri sırasıyla EK-1 ve EK-2’de verilmiştir. Elde edilen toz ürünlerin camsı geçiş sıcaklıkları göz önüne alındığında, depolamaya bağlı nem içeriğindeki muhtemel değişimler nedeniyle camsı geçiş sıcaklığı düşmediği müddetçe, sıcaklık kaynaklı olarak ortaya çıkan kekleşme problemine karşı mevcut özelliklerini koruyabileceği değerlendirilmiştir.

Literatür verileri incelendiğinde toz toz gıdaların camsı geçiş sıcaklığının bileşime ve üretim sırasında kullanılan taşıyıcıya bağlı olarak geniş bir aralıkta değişim gösterdiği belirlenmiştir. Nar suyunun özellikle düşük moleküler ağırlıklı şeker ve organik asitçe zengin bir bileşime sahip olmasından dolayı, bu kadar yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip olması şaşırtıcı bulunsada kurutma sırasında hacme göre %25 oranında eklenen maltodekstrin ve Arabik gam (%12.5+%12.5) ile ilişkili olduğu değerlendirilmiştir. Nitekim, Goula ve Adamopoulos (2010) da nar suyuna benzer şekilde yüksek oranda düşük moleküler ağırlıklı şeker ve organik asit içeren portakal suyu tozunun camsı geçiş sıcaklığının, maltodekstrin oranının artışı ve nem miktarının azalışı ile birlikte 140 °C seviyelerine kadar çıkabildiğini belirtmiştir. Fongin vd. (2019) tarafından yapılan bir başka çalışmada da mango suyu ve püresine ait tozların camsı geçiş sıcaklığının üretimde taşıyıcı olarak kullanılan maltodekstrin miktarına bağlı olarak 40-160 °C aralığında değiştiğini bildirilmiştir.

Aglomere edilen ada çayı ekstraktı tozunun diğerlerine kıyasla daha yüksek nem içeriğine sahip olmasına rağmen camsı geçiş sıcaklığının daha yüksek olması ise partikül morfolojisi ile ilişkilendirilmiştir. Bilindiği üzere püskürterek kurutmada elden edilen toz ürünler çok kısa bir sürede kuruması ve buna bağlı olarak da kristal kafes yapısının oluşamaması sebebi ile amorf yapıda olmaktadır (Samborska vd. 2023). Proses sırasında su ile ıslatılan ada çayı ekstraktı tozları püskürterek kurutmaya kıyasla sürekli ıslanarak kuruması sebebi ile daha uzun bir sürede kurumıştır. Bu uzun kuruma süresinin, partiküllerin kristal kafes yapıya geçişi için yeterli bir süre sağladığı ve toz ürün içindeki kristal kafes yapısına sahip olan partiküllerin miktarının artmasına olanak sağladığı değerlendirilmiştir. Bu durumun da partikül içinde yüksek camsı geçiş sıcaklığına sahip toz partiküllerin bulunmasına olanak sağladığı ve ürünün camsı geçiş sıcaklığını yükseltici etki göstermiş olabileceği değerlendirilmiştir.

4.3.12. Toplam fenolik madde

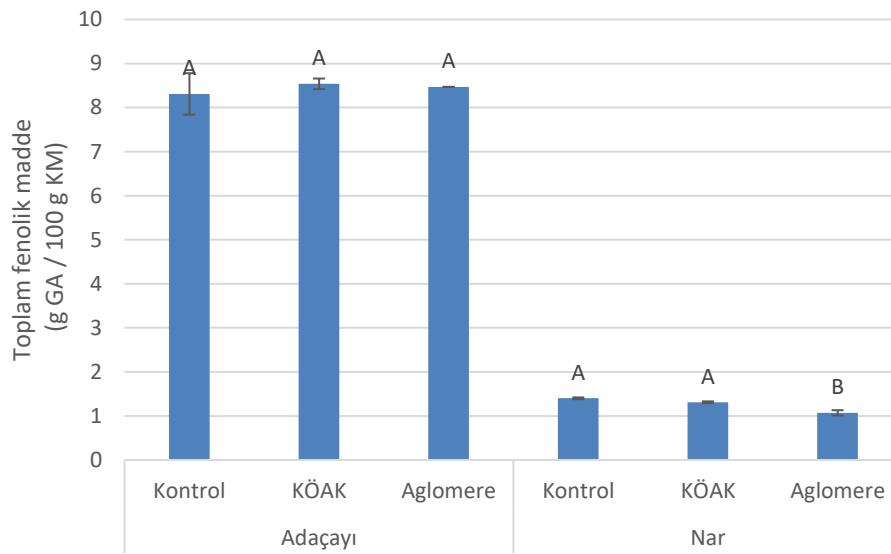
Tez çalışması kapsamında elde edilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının toplam fenolik madde sonuçlarına ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.16’da, toplam fenolik madde miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.13’te verilmiştir. Üretilen toz ürünlerin toplam fenolik madde içerikleri incelendiğinde ada çayı ekstrakt tozu örnekleri için 8.31-8.57 g GAE /100 g KM, nar suyu örnekleri içinse 1.07-1.4 g GAE/100 g KM, arasında değişiklik gösterdiği belirlenmiştir. Uygulanan prosesler incelendiğinde kekleşme önleyici ajan ilavesi ve aglomerasyon uygulamasının ada çayı ekstraktı tozlarının toplam fenolik madde içeriği

üzerinde önemli ($p>0.05$) bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Nar suyu tozu örnekleri üzerinde ise aglomerasyon uygulaması sonucunda örneklerdeki toplam fenolik madde içeriğinin istatistiksel açıdan önemli düzeyde ($p<0.05$) azaldığı tespit edilmiştir.

Çizelge 4.16. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının toplam fenolik madde miktarı verilerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
		KO	F	KO	F
Ü (Üretim yöntemi)	2	0.05	0.17	0.11	18.16*
Hata	3	0.46		0.01	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$



Şekil 4.13. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının toplam fenolik madde miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Ada çayı ekstraktı tozlarının bileşimindeki fenolik maddelerin sıcaklığa karşı daha stabil bir yapıda olduğu, bu sebeple aglomerasyon prosesinde fenolik bileşik açısından önemli seviyede ($p>0.05$) bir değişiklik yaşanmadığı değerlendirilmiştir. Nar suyu tozlarının toplam fenolik bileşik içeriklerindeki önemli seviyedeki azalma ise, her ne kadar iki ürünün aglomerasyonu aynı sıcaklıklarda gerçekleştirilse de uygulanan ısı işlem ile ilişkilendirilmiştir. Bilindiği üzere nar suyu, antosiyanin grubu fenolik bileşikler açısından zengin bir içeriğe sahiptir. Ancak antosiyanin grubu bileşikler, diğer fenolik bileşiklere kıyasla daha hassas bir yapıda olup ısı, oksijen, ışık, pH, C vitamini vb. faktörlere karşı oldukça hassas olup, kolayca degradasyona uğrayabilmektedirler (Mattioli vd. 2020; Enaru vd. 2021; Li vd. 2023). Nitekim, akışkan yatak kurutucuda aglomere edilen ürünler püskürterek kurutmaya kıyasla göreceli olarak düşük ama uzun süre bu sıcaklıklara maruz kalmakta ve bunun yanı sıra sisteme devamlı olarak yüklenen havadaki oksijen ile etkileşime girebilmekte, bu durum da degradasyon hızını arttırabilmektedir.

Alasalvar ve Cam (2019) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ada çayı yaprakları yüksek basınç altında suyla ekstrakte edilmiş ve bu tez çalışmasında da olduğu gibi ekstrakt kurumaddesi ile aynı miktarda taşıyıcı (MD) eklenerek püskürterek kurutucu yardımıyla toz forma dönüştürülmüştür. Çalışmada elde edilen ada çayı ekstraktı tozlarının fenolik bileşik miktarının 8.12 g/100 g KM düzeylerinde olduğu bildirilmiştir.

Hammadde olarak ada çayının kullanıldığı bir başka çalışmada etken maddeler maserasyon, mikrodalga destekli ekstraksiyon, ultrason destekli ekstraksiyon, kritik altı su ekstraksiyonu ve hidrodistilasyon teknikleri kullanılarak ekstrakte edilmiş ve elde edilen ekstraktlar hem taşıyıcı (MD) eklenerek hem de eklenmeden püskürterek kurutucuda kurutulmuştur. Çalışma sonuçlarına göre elde edilen toz ürünlerin toplam fenolik madde içeriklerinin ekstraksiyon tekniğine göre değişmekle beraber 9-28 g GAE/100 g aralığında olduğu ve taşıyıcı eklenmeyen toz ürünlerde daha fazla fenolik madde bulunduğu bildirilmiştir (Pavlic vd. 2017).

Taze nar suyunun kullanıldığı bir çalışmada, nar suyuna taşıyıcı olarak farklı oranlarda maltodekstrin (%25, %35 ve %45) eklenmiş ve iki farklı giriş/çıkış sıcaklığında püskürterek kurutma yöntemi ile nar suyu tozu elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre nar suyu tozunun toplam fenolik madde içeriğinin 56-88 g GAE/100 g KM düzeylerinde değişiklik gösterdiği, sıcaklık ve taşıyıcı oranındaki artışın son ürünün fenolik madde içeriğinde azaltıcı yönde etki gösterdiği belirtilmiştir (Ghalegi Ghalenoe vd. 2021). Söz konusu çalışma ile kıyaslama yapıldığında, bu tez çalışması kapsamında elde edilen nar suyu tozlarının toplam fenolik madde içeriklerinin çok daha az olduğu belirlenmiştir. Bu farklılığın hammadde, kullanılan taşıyıcı ve kurutma şartları kaynaklı olabileceği değerlendirilmiştir. Nitekim, ilgili çalışmada taze nar suyu kullanılırken, tez çalışmasında ise nar suyu konsantresi kullanılmış ve konsantre nar suyunun üretimi sırasındaki ısı işlemlerin fenolik madde içeriğini azaltıcı yönde etki gösterdiği değerlendirilmiştir.

Püskürterek kurutma yöntemi ile nar suyu tozu üretim şartlarının optimizasyonunun ele alındığı farklı bir çalışmada ise nar suyu tozunun toplam fenolik madde içeriğinin çalışmada belirtilen koşullar altında, kullanılan taşıyıcı (maltodekstrin) oranı ve kurutma sıcaklığı ile ilişkili olarak yaklaşık 1-2 g GAE/100 g KM arasında değişim gösterdiği bildirilmiştir. (Horuz vd. 2012). Yine nar suyu tozu üretiminin optimizasyonunun ele alındığı bir başka çalışmada ise son ürünün toplam fenolik madde içeriği 4.9 g GAE/100 g ürün olarak bulunmuştur (Hadree vd. 2023). Bu çalışmalarda elde edilen sonuçlar ile kıyaslama yapıldığında ise, üretilen nar suyu tozlarının toplam fenolik madde içerikleri literatür ile uyumlu bulunduğu değerlendirilmiştir.

(Bilić vd. 2011) tarafından gerçekleştirilen bir aglomerasyon çalışmasında kakao tozlarının fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi için aglomerasyon uygulaması hedeflenmiş ve farklı tatlandırıcılar ile katkılanarak aglomere edilmiştir. Çalışma sonuçlarına göre aglomere edilmiş ürünlerin toplam fenolik madde içeriklerinde, katkılanan tatlandırıcılara göre değişmekle beraber %45 seviyelerine kadar varabilen bir azalma gözlemlendiği bildirilmiştir. Püskürterek kurutulmuş çilek tozlarının aglomerasyonunu konu alan bir başka çalışmada ise gerçekleştirilen aglomerasyon uygulamasının fenolik madde içeriği üzerinde bir etkisinin olmadığı bildirilmiştir (Castaño-Pelaez vd. 2022). Dolayısıyla aglomerasyon prosesinin ürünlerin etken madde

içerikleri üzerindeki etkisinin aglomere edilen ürün bileşimi ve aglomerasyon şartlarına bağlı olarak değişiklik gösterdiği değerlendirilmiştir. Ayrıca literatürde aglomerasyon öncesi ve sonrasında toz ürünlerin biyoaktif bileşimlerindeki değişimin incelendiği çalışmalar açısından yeterince veri olmadığı kanısına varılmıştır.

Literatürde toz formda ürün üretimini ele alan mevcut ve ulaşılabilen çalışmalar incelendiğinde toz ürünlerin fenolik madde içeriklerinin hammaddeye, kullanılan üretim tekniklerine, üretim şartlarına, vb. faktörlere bağlı olarak geniş bir aralıkta değişiklik gösterdiği belirlenmiştir. Bu veriler ışığında tez çalışması kapsamında üretilen ürünlerin toplam fenolik madde içerikleri genel olarak literatürle uyumlu bulunmuştur.

4.3.13. Antioksidan aktivite

Tez çalışması kapsamında elde edilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının antioksidan aktivite değerlerine ait varyans analizi tablosu Çizelge 4.17’de, toplam antioksidan aktivite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise Şekil 4.14’de verilmiştir. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının antioksidan aktivite değerleri sırasıyla 15.79-18.1 g TE/100 g KM ve 2.18-2.53 g TE/100 g KM, arasında değişiklik göstermiştir. Uygulanan prosesler incelendiğinde ada çayı ekstrakt tozu örneklerinde en yüksek antioksidan aktivite aglomere edilmiş örneklerde, en az antioksidan aktivite ise kekleşme önleyici ajan eklenmiş örneklerde belirlenmiş ve bu farklılığın istatistiksel açıdan önemli düzeyde ($p<0.05$) olduğu belirlenmiştir. Nar suyu tozu örneklerinde ise uygulanan aglomerasyon prosesinin ürünün antioksidan aktivite değerini istatistiksel açıdan önemli seviyede ($p<0.05$) azaltıcı yönde etki gösterdiği tespit edilmiştir. Ada çayı ekstraktı tozlarında kekleşme önleyici ajan eklenmiş olan örneklerin, aglomere edilmiş örneklerle kıyasla düşük antioksidan aktivite göstermesi, eklenen silikon dioksit ile etken bileşenlerin etkileşime girmesiyle ilişkili olabileceği değerlendirilmiştir. Nar suyu tozunda ise, aglomere örneklerin daha düşük antioksidan aktiviteye sahip olması proses sırasında uygulanan sıcaklıklara bağlı olarak fenolik madde içeriğinin azalmasına kaynaklı olduğu değerlendirilmiştir.

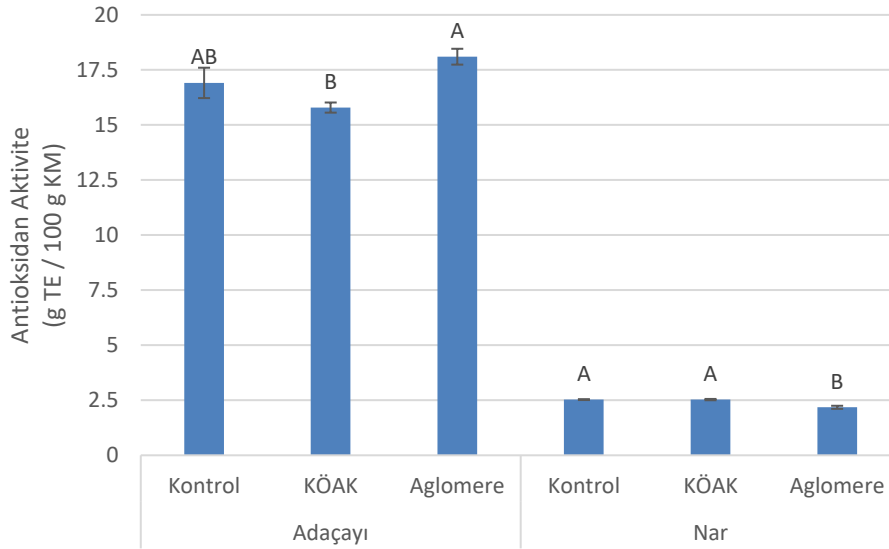
Çizelge 4.17. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının antioksidan aktivite değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Ada çayı ekstraktı tozu		Nar suyu tozu	
		KO	F	KO	F
Ü (Üretim yöntemi)	2	5.31	6.08	0.16	16.39*
Hata	3	1.31		0.02	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Gıda maddelerinin antioksidan özellikleri vitamin, karotenoid, polifenol ve fenolik bileşik gibi etken maddelerden kaynaklanmakta olup, gıdanın türü, bileşiminde bulunan antioksidan özellikli bileşikler ve bunların miktarına bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Bununla birlikte literatürde antioksidan aktivite analizi için farklı yaklaşımlar/hesaplamalar mevcuttur. Ayrıca antioksidan bileşiklerin farklı ölçüm yöntemlerine göre farklı seviyelerde antioksidan özellik gösterebildiği de bildirilmektedir. Bu sebeplerden dolayı antioksidan aktive analizine ait sonuçların

literatür verileri ile kıyaslanmasında çoğu zaman zorluklarla karşılaşabilmektedir (Ou vd. 2001; Huang vd. 2005; Prior vd. 2005).



Şekil 4.14. Ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozlarının antioksidan aktivite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Alasalvar ve Cam (2019) tarafından gerçekleştirilen ve çözünür formda ada çayı üretimini konu alan bir araştırmada püskürterek kurutulmuş ada çayı ekstrakt tozu örneklerinin antioksidan aktivitesi 20.74 g TE/100 g KM olarak bildirilmiştir. Pavlic vd. (2017) tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise farklı tekniklerle ekstrakte edilerek püskürterek kurutulmuş ada çayı ekstraktlarının antioksidan aktivite değerlerinin 24.7-47.6 g TE/100 g KM düzeylerinde değiştiği bildirilmiştir. Püskürterek kurutulmuş nar suyu tozu üzerinde gerçekleştirilen bir çalışmada ise ürünlerin antioksidan aktivite değerlerinin 0.6 g TE/100 g KM düzeylerinde olduğu bildirilmiştir (Miravet vd. 2016).

4.3.14. Fenolik bileşik kompozisyonu

Tez çalışması kapsamında üretilen ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozlarına ait standardı mevcut olan ve örneklerde tespit edilebilen fenolik bileşiklerin miktarlarına ait varyans analizi tablosu sırasıyla Çizelge 4.18 ve Çizelge 4.19'da, fenolik bileşiklerin miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları ise yine sırasıyla Çizelge 4.20 ve Çizelge 4.21'de verilmiştir. Ada çayı ekstraktı tozlarının fenolik bileşik kompozisyonu incelendiğinde baskın fenolik bileşiğin rosmarinik asit olduğu belirlenmiştir. Uygulanan prosesler sonucunda sadece rosmarinik asit açısından istatistiksel olarak bir farklılık ($p < 0.05$) tespit edilmiş olup, aglomere edilmiş olan ada çayı ekstraktı tozlarında daha fazla miktarda olduğu belirlenmiştir. Nar suyu tozlarının fenolik bileşik kompozisyonu incelendiğinde ise ellajik asit, punikalagin A, Punikalagin B ve Delfinidin-3-O-Glikozit açısından aglomere edilmiş örneklerin püskürterek kurutulmuş örneklere kıyasla daha zengin bir bileşime sahip olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.18. Ada çayı ekstraktı tozlarında tespit edilebilen fenolik bileşiklerin miktarlarına ait varyans analizi sonuçları

Fenolik bileşik	Varyasyon kaynağı	SD	Nar suyu tozu	
			KO	F
Apigenin	Ü (Üretim yöntemi)	2	7.71	0.26
	Hata	3	44.74	
Ferulik asit	Ü	2	0.28	0.27
	Hata	3	1.55	
Gallik asit	Ü	2	0.51	0.08
	Hata	3	9.10	
Kafeik asit	Ü	2	5.27	0.78
	Hata	3	10.14	
Klorojenik asit	Ü	2	4.17	0.33
	Hata	3	18.77	
Kuersetin	Ü	2	0.12	2.39
	Hata	3	0.08	
Rosmarinik asit	Ü	2	11665.66	21.93*
	Hata	3	798.09	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Çizelge 4.19. Nar suyu tozlarında tespit edilebilen fenolik bileşiklerin miktarlarına ait varyans analizi sonuçları

Fenolik bileşik	Varyasyon kaynağı	SD	Nar suyu tozu	
			KO	F
Delfinidin-3-O-glukozit	Ü (Üretim yöntemi)	2	17.98	8.29
	Hata	3	3.25	
Ellajik asit	Ü	2	103.17	13.65*
	Hata	3	11.33	
Ferulik asit	Ü	2	0.03	0.05
	Hata	3	0.081	
Fumarik asit	Ü	2	5.20	0.65
	Hata	3	12.08	
Gallik asit	Ü	2	3.86	1.76
	Hata	3	3.30	
Granatin	Ü	2	2.78	1.20
	Hata	3	3.49	
Pelargonidin	Ü	2	3.53	1.80
	Hata	3	2.95	
Punikalagin A	Ü	2	426.22	20.82*
	Hata	3	30.70	
Punikalagin B	Ü	2	874.15	50.66**
	Hata	3	25.88	
Punikalin	Ü	2	3.73	2.49
	Hata	3	2.25	
Siyanidin	Ü	2	3.23	1.61
	Hata	3	3.01	
Siyanidin-3-O-glukozit	Ü	2	5.64	1.83
	Hata	3	4.61	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Çizelge 4.20. Optimum şartlarda üretilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının fenolik bileşik miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (mg/100 g KM)

Fenolik bileşik	Kontrol	KÖAK	Aglomere
Apigenin	48.55±2.14	51.2±3.16	49.30±2.79
Ferulik asit	2.88±0.34	2.80±0.53	2.40±0.62
Gallik asit	15.95±0.79	16.16±1.86	16.65±0.68
Kafeik asit	42.21±1.24	43.20±0.99	44.50±1.60
Klorojenik asit	27.55±1.80	26.2±2.15	28.20±1.24
Kuersetin	0.40±0.10	0.70±0.14	0.70±0.09
Rosmarinik asit	1234.50±12.16 ^B	1296.40±9.85 ^A	1342.10±12.42 ^A

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir. Aynı satırdaki farklı harfler ortalamanın $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Çizelge 4.21. Optimum şartlarda üretilmiş nar suyu tozu tozlarının fenolik bileşik miktarlarının ortalamalarına ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları (mg/100 g KM)

Fenolik bileşik	Kontrol	KÖAK	Aglomere
Delfinidin-3-O-glukozit	53.10±0.80	54.86±0.76	57.32±0.65
Ellajik asit	129.77±1.53 ^B	133.62±1.13 ^B	139.84±1.43 ^A
Ferulik asit	1.22±0.32	1.27±0.36	1.38±0.43
Fumarik asit	38.28±1.80	38.53±1.45	40.37±0.84
Gallik asit	6.96±0.90	8.76±0.84	8.56±0.37
Granatin	19.73±1.12	19.89±0.38	21.25±0.59
Pelargonidin	23.95±0.95	24.69±0.64	25.82±0.38
Punikalagin A	250.72±1.46 ^B	267.29±2.64 ^A	269.67±2.50 ^A
Punikalagin B	383.47±0.94 ^C	393.85±1.45 ^B	412.63±3.15 ^A
Punikalin	22.43±0.59	24.06±0.67	24.14±0.56
Siyanidin	8.34±0.56	9.63±0.89	10.07±0.63
Siyanidin-3-O-glukozit	41.39±0.89	41.69±0.89	43.58±0.85

Sonuçlar ortalama ± standart hata olarak verilmiştir. Aynı satırdaki farklı harfler ortalamanın $p < 0.05$ seviyesinde farklı olduğunu ifade etmektedir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Literatürde ada çayı bitkisinin fenolik bileşik kompozisyonunda bitkinin türü, hasat dönemi, kurutma yöntemi, ekstraksiyon yöntemi ve şartları vb. faktörlere bağlı olarak çeşitli sonuçlar bildirilmiştir. Dent vd. (2017) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada *Salvia officinalis* L. bitkisinin fenolik madde kompozisyonunun farklı yetiştirme bölgelerine göre değişimi incelenmiştir. Çalışmada ada çayının toplam fenolik madde içeriğinin 5.5-7.7 g GAE/100 g KM düzeylerinde değişiklik gösterdiği ve baskın fenolik bileşenin rosmarinik asit (2.4-3.8 g/100 g KM) olduğu bildirilmiştir. Rosmarinik asit dışında baskın fenolik bileşiklerin luteolin ve apigenin türevleri olduğu ve toplam miktarlarının sırasıyla 1.1-5.6 g/100 g KM ile 0.18-0.98 g/100 g KM düzeylerinde değişiklik gösterdiği rapor edilmiştir. Araştırmacılar çalışmada ada çayının fenolik bileşik içeriğinin bölgeye ve çevresel faktörlere bağlı olarak önemli düzeyde değişiklik gösterdiğini belirtmişlerdir.

Farklı kurutma yöntemlerinin ada çayının fenolik bileşik içeriği üzerine yürütülen bir çalışmada yaş ada çayı ile hava akımında, etüvde, mikrodalga fırında ve

kızılötesi destekli yöntemlerle kurutulmuş adaçayıları birbirleri ile kıyaslanmıştır. Çalışmada ada çayının toplam fenolik madde içeriğinin kurutma yöntemlerine bağlı olarak önemli düzeyde ($p<0.05$) farklılık gösterdiği ve 26.7-87.4 mg/100 g KM arasında değişiklik gösterdiği bildirilmiştir. Çalışmada fenolik asitlerden rosmarinik asit, kafeik asit, ferulik asit, karnosik asit flavonoidlerden ise flavon, kumarin, karnosol ve rezorsinol kurutma yöntemlerine göre değişiklik gösterse de en fazla bulunan fenolik bileşikler olarak bildirilmiştir (Hamrouni-Sellami vd. 2013).

Hasat döneminin ada çayının fenolik bileşikleri üzerindeki etkisinin incelendiği bir çalışmada ise araştırmacılar hasat döneminin hem fenolik bileşik kompozisyonu üzerinde hem de fenolik bileşiklerin miktarı üzerinde etkili olduğunu rapor etmişlerdir. Dört farklı mevsimde gerçekleştirilen analiz sonuçlarına göre rosmarinik asit, sirinjik asit, kafeik asit ve kuersetin-4-glikozit baskın fenolik bileşikler olduğu ve her mevsimde gözlenebildiği belirtilmiştir (Generalic vd. 2012). Farklı ada çayı türlerinin fenolik bileşik içerikleri üzerinde yürütülen bir başka çalışmada ise, türe bağlı olarak bazı türlerde rosmarinik asit, bazı türlerde ise luteolin türevlerinin baskın fenolik bileşen olduğunu belirtmiştir (Al-Jaber vd. 2020).

Narın fenolik bileşik kompozisyonu incelendiğinde ise ada çayına benzer şekilde tür, yetiştirilme bölgesi, meyve bölümleri, uygulanan prosesler vb. faktörlere göre değişiklik gösterdiği belirlenmiştir. Gil vd. (2000) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada nar suyu konsantresinden hazırlanan meyve suyunda punikalagin B ve D başta olmak üzere tanenlerin en yaygın fenolik bileşik olduğu, bu bileşikler ellajik asit türevlerinin ve antosiyaninlerin takip ettiğini belirtmiştir.

Mousavinejad vd. (2009) tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada ise farklı nar türlerine ait meyve sularının fenolik madde içerikleri incelenmiştir. Araştırmacılar türlere göre değişmekle beraber en fazla bulunan antosiyanin delfinidin-3,5-diglikozit ve siyanidin-3,5-diglikozit olduğunu ve miktarlarının sırasıyla 12.1-118.0 mg/mL ve 18.6-265.1 mg/mL arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Benzer şekilde ellajik asit ve tanen miktarları açısından da türler arasında oldukça fazla değişiklikler olduğunu ve sırasıyla 7-160 mg/L ile 15-22 g/100 g arasında değişiklik gösterdiğini bildirmişlerdir.

Ticari nar suları üzerinde gerçekleştirilen bir çalışmada ise, ürünlerin çeşitli fizikokimyasal özellikleri incelenmiştir. 8 farklı nar suyu üzerinde gerçekleştirilen bir çalışmada ise diğer çalışmalar benzer şekilde ürünlerin fenolik bileşik içeriğinin geniş bir yelpazede salınım yaptığı belirtilmiştir. Çalışmada tespit edilen temel bileşenler olan punikalagin A 16-799 mg/L, punikalagin B 22-1042, toplam ellajik asit türevlerinin 36-103 mg/L arasında, toplam fenolik bileşik miktarının ise 150-2374 mg/L arasında değiştiği bildirilmiştir (Esposto vd. 2021).

Literatürdeki ada çayı ve nar suyu üzerine gerçekleştirilen çalışmalar incelendiğinde hammaddenin türüne, yetiştirilme koşullarına, hasat zamanına, uygulanan proseslere vb. faktörlere bağlı olarak fenolik madde kompozisyonlarında ve miktarlarında farklılıklar olduğu görülmektedir. Bu açıdan değerlendirildiğinde tez çalışması kapsamında elde edilen ürünlerin fenolik madde içerikleri literatür ile uyumlu bulunmuştur.

Çizelge 4.9 ve 4.10’da görüldüğü üzere bazı fenolik bileşiklerin miktarında aglomerasyon işlemi sonrasında artışlar görüldüğü tespit edilmiştir. Söz konusu artışın aglomerasyon sırasında uygulanan ısı işlem kaynaklı olarak ortaya çıkmış olabileceği değerlendirilmiştir. Nitekim literatürde çeşitli araştırmacılar da uygulanan ısı işlem etkisine bağlı olarak fenolik bileşiklerin miktarlarında artış olabileceğini ifade etmişlerdir.

Chen vd. (2011) tarafından limon kabukları üzerinde gerçekleştirdikleri kurutma çalışmasında toplam fenolik madde ve flavonoid içeriği yanı sıra bireysel olarak bir fenolik bileşik olan neohesperidin bileşiğinin de miktarında artışlar gözlemlendiğini belirtmiştir. Araştırmacılar bu artışı sıcaklık etkisi ile yeni fenolik bileşiklerin oluşumuna bağlamıştır.

Mango kurutulmasını konu alan bir başka çalışmada da kurutma işleminin örneklerin fenolik bileşik miktarı üzerinde arttırıcı etki gösterdiği rapor edilmiştir. Araştırmacılar bu durumu fenolik öncüsü bileşiklerin kimyasal yapısındaki değişim sonucu fenolik bileşik haline dönüşmesine ve maillard reaksiyonları kaynaklı olarak yeni fenolik bileşiklerin oluşumuna bağlamışlardır (Nyangena vd. 2019). Benzer şekilde López vd. (2010) tarafından yabamersi üzerinde gerçekleştirilen çalışmada da fenolik bileşiklerin artışına değiniliş ve genel olarak kurutma sıcaklığının artışına bağlı olarak son ürünün fenolik madde içeriğinin de arttığını rapor etmişlerdir.

Literatürde kurutma işlemi sırasında biyoaktif bileşenlerin termal degradasyonunu konu alan bir derleme çalışmasında da fenolik bileşiklerin miktarlarında proses sırasında artışlar olabileceği belirtilmiştir. Söz konusu makalede portakal, limon, mango, papaya, nar pestili, kırmızı biber, domates, çilek gibi birçok gıda ürününün kurutulması/ısı işlemi tabi tutulması sırasında fenolik bileşik artışını rapor eden çalışmalar verilmiştir (Elgamal vd. 2023).

4.4. Depolama Testleri

Çalışma kapsamında üretilen ada çayı ekstraktı ve nar suyu tozları incelendiğinde aglomerasyon uygulaması ile her iki üründe de kekleşme probleminin önemli seviyede azaltılabildiği belirlenmiştir. Ürünlerin nem içerikleri ve su aktiviteleri değerlendirildiğinde püskürterek kurutulmuş ürünler ile benzer özelliklerde olduğu tespit edilmiş ve mikrobiyolojik açıdan güvenli olduğu değerlendirilmiştir. Ürünlere ait test edilen diğer özellikler de genel olarak literatür verileri ile uyumlu bulunmuştur. Ancak ürünler özellikle renk özellikleri açısından değerlendirildiğinde nar suyu tozlarının nara özgü kırmızı renk tonlarına sahip olmadığı tespit edilmiştir. Özellikle taşıyıcı olarak kullanılan Arabik gam miktarının artışıyla paralel olarak nar suyu tozlarının renk özelliklerinin daha da kötüleştiği belirlenmiştir. Ayrıca enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonlarının da rengin kararmasında etkili olduğu değerlendirilmiştir.

Elde edilen nar suyu tozlarının renk özellikleri sebebi ile tüketici beğenisi açısından tercih edilebilir bir ürün olmadığı ve teknolojik olarak kullanım olanaklarının sınırlı kalacağı değerlendirilmiştir. Bu nedenle nar suyu tozu ile üretilen ürünler depolama çalışmalarında kullanılmamış olup sadece ada çayı ekstraktı tozları

depolamaya alınmıştır. Depolanan ürünlerde gerçekleştirilen fizikokimyasal testlere ait sonuçlar aşağıdaki bölümlerde verilmiştir.

4.4.1. Nem içeriği ve su aktivitesi

Püskürterek kurutulmuş (Kontrol), kekleşme önleyici ajan eklenmiş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama sıcaklığına ve süresine bağlı olarak nem içerikleri ve su aktivitesi değerleri Çizelge 4.22’de verilmiştir. Ürünlerin depolama süresi boyunca nem içeriklerinin %10’un altında, su aktivitesi değerlerinin ise 0.65’in altında olduğu belirlenmiş ve bu değerler göz önüne alındığında ürünlerin mikrobiyal bozulmalara karşı stabil olduğu değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.22. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak nem içeriği ve su aktivitesi sonuçları

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
Nem içeriği (g su/100 g örnek)						
0	1.69±0.06	1.69±0.06	2.03±0.05	2.03±0.05	5.25±0.05	5.25±0.05
30	3.04±0.96	2.79±0.28	3.18±0.20	2.92±0.11	5.20±0.05	5.39±0.07
60	2.65±0.11	3.11±0.13	2.58±0.20	3.44±0.15	5.78±0.21	5.12±0.22
90	1.62±0.20	2.77±0.13	1.36±0.09	2.78±0.04	4.29±0.39	4.00±0.02
Su aktivitesi						
0	0.223±0.021	0.223±0.021	0.261±0.003	0.261±0.003	0.387±0.017	0.387±0.017
30	0.257±0.020	0.329±0.008	0.289±0.000	0.329±0.001	0.399±0.014	0.405±0.002
60	0.330±0.001	0.358±0.004	0.320±0.001	0.358±0.004	0.387±0.002	0.375±0.000
90	0.289±0.007	0.356±0.000	0.292±0.001	0.357±0.003	0.371±0.001	0.373±0.003

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Depolama çalışması bağlı olarak kontrol grubu, kekleşme önleyici ajan ilave edilmiş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının nem içeriklerine ve su aktivitesi değerlerine ait varyans analizi tablosu ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.23 ve Çizelge 4.24’te verilmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre ada çayı ekstraktı tozlarının nem içerikleri üzerinde üretim yöntemi, depolama sıcaklığı ve depolama süresi ile bunların interaksiyonları önemli seviyede ($p<0.05$) etkili olmuş ve depolama süresince örneklerin nem içeriklerinde genellikle bir artış tespit edilmiştir. Depolama süresince 25 °C’de depolanan örneklerin nem içeriğinin 4 °C sıcaklıkta depolanan örneklere kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra aglomere edilmiş örneklerin nem içerikleri, başlangıç nem içeriğine bağlı olarak diğer örneklerden daha fazla bulunmuş olup yaklaşık %5 düzeylerinde değişim göstermiştir. Kontrol grubu ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş örneklerde ise nem içeriklerinin yaklaşık %2.5 düzeylerinde salınım gösterdiği belirlenmiştir.

Örneklerin su aktivitesi değerlerinde de nem içeriklerine benzer sonuçlar elde edilmiş olup, varyans analizine göre üretim yöntemi, depolama sıcaklığı ve süresi ile bu faktörlerin interaksiyonlarının su aktivitesi üzerinde önemli seviyede etkili olduğu belirlenmiştir ($p<0.05$). Örneklerin su aktivitesi değerlerinin 0.25-0.40 düzeylerinde değişim gösterdiği ve 25 °C’de depolanan ürünler ile aglomere edilmiş örneklerin genel olarak daha yüksek su aktivitesine sahip olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.23. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının nem ve su aktivitesi değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Nem içeriği		a _w	
		KO	F	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	34.8488	567.36**	0.0384	541.68**
G (depolama süresi)	3	3.1043	50.54**	0.0080	112.39**
S (depolama sıcaklığı)	1	0.5699	9.28*	0.0075	105.88**
Ü x G	6	0.5034	8.20**	0.0035	49.60**
Ü x S	2	0.5338	8.69*	0.0023	33.44**
G x S	3	0.4471	7.28*	0.0015	20.94**
Ü x G x S	6	0.3365	5.48*	0.0003	4.50*
Hata	24	0.0614		0.0001	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Çizelge 4.24. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının nem ve su aktivitesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

	Nem (g su/100 g örnek)	a _w
Üretim yöntemi		
Kontrol	2.42±0.67 ^B	0.30±0.05 ^C
KÖAK	2.54±0.68 ^B	0.31±0.04 ^B
Aglomere	5.03±0.58 ^A	0.39±0.01 ^A
Sıcaklık		
4 °C	3.22±1.53 ^B	0.32±0.06 ^B
25 °C	3.44±1.22 ^A	0.34±0.05 ^A
Depolama süresi (gün)		
0	2.99±1.67 ^B	0.29±0.07 ^C
30	3.75±1.19 ^A	0.33±0.06 ^B
60	3.78±1.29 ^A	0.35±0.02 ^A
90	2.80±1.15 ^B	0.34±0.04 ^B

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.2. Renk özellikleri

Örneklerin depolama sıcaklığına ve süresine bağlı olarak LCH renk değerleri Çizelge 4.25'te verilmiştir. Depolama süresine bağlı olarak ada çayı ekstraktı tozlarının renk özellikleri incelendiğinde, küçük değişiklikler gözlenirse de ürünlerin genel olarak başlangıç renk özelliklerini koruduğu tespit edilmiştir.

Örneklerin renk özelliklerine ait varyans analizi tablosu ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.26 ve Çizelge 4.27'de verilmiştir. Örneklerin renk özelliklerinden L değeri ve Hue açısı üzerinde üretim yöntemi, depolama süresi ve depolama sıcaklığı ile bu faktörleri interaksyonları etkili olurken Chroma değerleri üzerinde bu faktörlerden depolama sıcaklığı, depolama süresi ve depolama sıcaklığı interaksyonu ve bu faktörlerin üçlü interaksyonu hariç diğerleri önemli seviyede (p<0.05) etkili olduğu bulunmuştur.

Çizelge 4.25. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak renk analizi sonuçları

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Agglomer	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
	L					
0	78.09±0.04	78.09±0.04	74.84±0.52	74.84±0.52	61.16±0.28	61.16±0.28
30	75.76±2.07	77.53±0.25	76.80±0.54	74.45±0.27	61.52±0.08	61.19±0.28
60	74.16±0.25	77.31±0.11	74.95±0.17	75.61±0.66	61.28±0.81	62.00±0.32
90	74.38±0.78	76.86±0.16	76.10±0.06	74.89±0.70	60.85±0.18	60.66±0.39
	h °					
0	87.53±0.03	87.53±0.03	84.89±0.45	84.89±0.45	77.06±0.45	77.06±0.45
30	85.38±1.89	86.74±0.10	86.29±0.93	84.33±0.11	76.67±0.04	76.65±0.05
60	84.04±0.16	86.96±0.07	84.97±0.14	85.20±0.40	76.78±0.60	77.32±0.21
90	84.58±0.17	87.05±0.09	85.84±0.01	84.93±0.26	76.51±0.27	76.67±0.09
	C*					
0	22.93±0.01	22.93±0.01	23.44±0.18	23.44±0.18	25.03±0.26	25.03±0.26
30	23.16±0.20	22.07±0.92	23.51±0.43	22.92±0.08	23.14±0.47	23.60±0.57
60	23.60±0.22	22.61±0.04	22.59±0.33	22.68±0.47	24.22±0.16	23.85±0.35
90	23.54±0.08	22.12±0.10	22.61±0.23	22.97±0.09	24.55±0.26	25.05±0.29

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Ürünlerin parlaklık değerleri (L) kıyaslandığında aglomer edilmiş olan örneklerin diğerlerine kıyasla parlaklıklarının daha az olduğu belirlenmiş ve örnekler arasındaki farklılıkların önemli seviyede ($p<0.05$) olduğu anlaşılmıştır. Depolama süresine sıcaklığına bağlı olarak 25 °C’de depolanan örneklerin daha yüksek L değerine sahip olduğu anlaşılmış olup, depolama süresi ile orantılı olarak da ürünlerin parlaklığını kaybettiği tespit edilmiş ve bu değişimlerin önemli seviyede olduğu ($p<0.05$) belirlenmiştir.

Çizelge 4.26. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının renk değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	L		h °		C*	
		KO	F	KO	F	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	1156.81	3431.28**	422.55	1667.85**	11.04	102.22**
G (depolama süresi)	3	1.33	3.94*	0.96	3.77*	1.18	10.97**
S (depolama sıcaklığı)	1	1.83	5.44*	1.91	7.53*	0.07	0.62
Ü x G	6	2.46	7.30**	1.37	5.41*	0.67	6.22**
Ü x S	2	7.00	20.77**	5.67	22.36**	1.13	10.50**
G x S	3	1.88	5.58*	1.25	4.92*	0.28	2.63
Ü x G x S	6	0.97	2.89*	0.75	2.97*	0.25	2.35
Hata	24	8.09		0.25		0.11	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Renk tonları (h°) açısından da L değerlerine benzer şekilde Hue açısının en yüksek değerleri kontrol örneklerinde, en düşük değeri de aglomer edilmiş örneklerde tespit edilmiş ve bu farklılıklar önemli seviyede ($p<0.05$) bulunmuştur. Ayrıca 25 °C’de depolanan örneklerin Hue açısı değerleri daha yüksek bulunmuş ve depolama süresiyle orantılı olarak düşüş eğiliminde oldukları belirlenmiştir.

Renk yoğunluğu (C^*) açısından değerlendirme yapıldığında ise aglomere edilen örneklerin Chroma değerlerinin daha yüksek olduğu ve farkın önemli seviyede ($p<0.05$) olduğu belirlenmiştir. Kontrol grubu ile kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler arasında Chroma değerleri açısından önemli bir farklılık ($p>0.05$) tespit edilmemiştir. Ayrıca depolama sıcaklığının bu renk özelliği üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı ancak depolama süresine bağlı olarak düşüş eğiliminde olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.27. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının renk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

	L	h°	C^*
Üretim yöntemi			
Kontrol	76.52±1.63 ^A	86.22±1.41 ^A	22.98±0.47 ^B
KÖAK	75.31±0.84 ^B	85.17±0.68 ^B	22.87±0.55 ^B
Aglomere	61.22±0.48 ^C	76.84±0.36 ^C	24.36±0.68 ^A
Sıcaklık			
4 °C	70.82±7.05 ^B	82.54±4.30 ^B	23.44±0.87 ^A
25 °C	71.21±7.29 ^A	82.94±4.46 ^A	23.36±0.92 ^A
Depolama süresi (gün)			
0	71.36±7.67 ^A	83.16±4.65 ^A	23.80±0.95 ^A
30	71.21±7.37 ^A	82.68±4.55 ^B	23.07±0.65 ^C
60	70.88±6.91 ^{AB}	82.54±4.17 ^B	23.25±0.72 ^{CB}
90	70.62±7.35 ^B	82.60±4.51 ^B	23.47±1.09 ^B

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekküşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.3. Yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk

Depolanan ada çayı ekstrakt tozu örneklerinin süreye ve sıcaklığa bağlı olarak yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri Çizelge 4.28’de verilmiştir. Depolama süresince örneklerin yoğunluk değerlerinde salınımlar gözlemlendiği belirlenmiştir. Yoğunluk değerlerindeki bu salınımların ürünün nem içeriğindeki salınımlar ve partiküllerin yüzey şekilleri ve büyüklükleri ile ilişkili olduğu değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.28. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak renk analizi sonuçları

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Agglomer	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
Yığın yoğunluğu						
0	330.11±16.43	330.11±16.43	292.01±3.96	292.01±3.96	430.97±6.55	430.97±6.55
30	318.62±14.63	303.58±12.36	284.98±26.54	297.54±21.15	429.10±2.89	425.44±12.10
60	303.39±5.52	337.91±0.15	301.04±13.45	325.24±8.31	424.19±6.61	428.80±3.49
90	317.75±6.50	337.82±14.49	295.24±7.59	323.40±14.19	452.71±18.61	438.46±1.65
Sıkıştırılmış yoğunluk						
0	487.96±6.40	487.96±6.40	413.84±7.51	413.84±7.51	663.33±14.85	663.33±14.85
30	459.94±15.38	456.33±21.79	404.94±15.58	408.93±2.97	636.47±5.82	648.55±9.26
60	467.25±9.19	484.99±14.08	402.47±8.01	421.20±18.95	655.74±22.83	648.87±13.26
90	484.27±13.18	492.66±17.81	429.60±7.93	434.36±21.30	653.05±22.20	655.84±5.09

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekküşme önleyici ajan katkılanmış

Örneklerin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin değişimine ait varyans analizi tablosu ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.29 ve Çizelge 4.30'da verilmiştir. Yığın yoğunluğu üzerinde üretim yöntemi, depolama süresi ve depolama sıcaklığının, sıkıştırılmış yoğunluk değerleri üzerinde ise üretim yöntemi, depolama süresi ve bu iki değişkenin interaksiyonunun önemli seviyede ($p<0.05$) etkisinin bulunduğu tespit edilmiştir. Her iki yoğunluk değeri açısından da aglomere edilmiş örneklerin daha yüksek değere sahip olduğu, en düşük değerlerin ise kekleşme önleyici ajan eklenmiş ürün gruplarında tespit edildiği belirlenmiş ve aralarındaki farklılıklar önemli olarak ($p<0.05$) bulunmuştur. Depolama süresine artışına bağlı olarak da ürünlerin yoğunluk değerlerinde önemli seviyede ($p<0.05$) artışlar gözlemlendiği tespit edilmiştir. Sıcaklığın yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri üzerindeki etkisi incelendiğinde sadece yığın yoğunluğu üzerinde önemli seviyede ($p<0.05$) etkili olduğu 25 °C'de depolanan örneklerin daha yüksek yoğunluğa sahip olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.29. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Yığın yoğunluğu		Sıkıştırılmış yoğunluk	
		KO	F	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	79406.54	540.35**	274275.07	1289.46**
G (depolama süresi)	3	637.36	4.34*	6960.31	37.72**
S (depolama sıcaklığı)	1	692.51	4.71*	280.43	1.32
Ü x G	6	246.41	1.68	7603.56	35.75**
Ü x S	2	398.27	2.71	25.59	0.12
G x S	3	347.18	2.36	49.38	0.23
Ü x G x S	6	177.31	1.21	84.71	0.40
Hata	24	146.95		212.71	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Çizelge 4.30. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

	Yığın yoğunluğu (kg/m ³)	Sıkıştırılmış yoğunluk (kg/m ³)
Üretim yöntemi		
Kontrol	322.41±16.10 ^B	438.21±66.64 ^B
KÖAK	301.43±17.88 ^C	416.15±14.45 ^C
Aglomere	432.58±11.05 ^A	653.15±13.79 ^A
Sıcaklık		
4 °C	348.34±64.20 ^B	500.08±116.81 ^A
25 °C	355.94±56.66 ^A	504.92±115.54 ^A
Depolama süresi (gün)		
0	351.03±61.72 ^{AB}	469.09±148.17 ^C
30	342.21±64.14 ^B	502.53±106.20 ^B
60	353.43±55.82 ^{AB}	513.42±107.07 ^{AB}
90	360.90±64.65 ^A	524.96±99.36 ^A

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekküşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.4. Çözünürlük

Örneklerinin süreye ve sıcaklığa bağlı olarak çözünürlük değerlerindeki değişimler Çizelge 4.31’de verilmiştir. Örneklerin çözünürlük değerleri incelendiğinde kontrol grubu ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş örneklerde genel olarak ilk ay sonunda bir artış, daha sonra ise azalışlar olduğu gözlenmiştir. Aglomere edilen ada çayı ekstraktı tozlarında çözünürlük açısından genellikle bir değişiklik gözlenmediği ve örneklerin çözünürlük değerlerini depolama süresince koruduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.31. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak çözünürlük değerleri (%)

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
0	97.82±0.78	97.82±0.78	94.10±0.33	94.10±0.33	96.43±0.30	96.43±0.30
30	95.90±0.56	98.12±0.11	95.09±1.37	96.11±0.88	96.48±0.21	95.49±1.36
60	95.64±0.48	96.36±0.37	95.24±0.89	95.11±0.49	96.60±0.09	96.46±0.30
90	91.65±0.28	90.59±0.07	95.86±0.37	93.65±1.48	97.22±0.43	96.36±0.43

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekkşme önleyici ajan katkılanmış

Örneklerin depolama süresi ve sıcaklığına bağlı çözünürlük değerlerinin değişimine ait varyans analizi tablosu ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.32 ve Çizelge 4.33’te verilmiştir. Çözünürlük değerleri üzerinde sadece üretim yöntemi ve depolama süresi ile bu iki faktörün interaksiyonunun önemli seviyede ($p<0.05$) etkili olduğu belirlenmiştir. Örneklerin çözünürlük değerleri %90 üzerinde bulunmuş olup en iyi çözünürlüğe sahip olan ürünlerin aglomere edilmiş olan ada çayı ekstraktı tozları olduğu belirlenmiştir. Kontrol grubu ile kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekleri çözünürlük dereceleri açısından aglomere edilmiş örneklere kıyasla bir farklılık tespit edilmemiştir. Depolama süresine bağlı olarak ise aglomere edilmiş örnekler dışındaki örneklerde üçüncü aydan itibaren çözünürlük değerlerinde önemli seviyede ($p<0.05$) azalmalar tespit edilmiştir.

Çizelge 4.32. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının çözünürlük değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	9.50	10.57**
G (depolama süresi)	3	10.45	11.62**
S (depolama sıcaklığı)	1	0.17	0.19
Ü x G	6	13.86	15.42**
Ü x S	2	1.07	1.19
G x S	3	2.43	2.70
Ü x G x S	6	0.78	0.87
Hata	24	0.90	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Çizelge 4.33. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının çözünürlük değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları (%)

	Çözünürlük
Üretim yöntemi	
Kontrol	95.49±2.81 ^B
KÖAK	94.91±1.25 ^B
Aglomere	96.43±0.74 ^A
Sıcaklık	
4 °C	95.67±1.69
25 °C	95.55±2.12
Depolama süresi (gün)	
0	96.12±1.69 ^A
30	96.20±1.38 ^A
60	95.90±0.81 ^A
90	94.22±2.67 ^B

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.5. Higroskopsite

Örneklerinin depolama süresine ve sıcaklığına bağlı olarak higroskopsite değerlerindeki değişimler Çizelge 4.34'te verilmiştir. Örneklerin higroskopik karakterleri incelendiğinde genel olarak depolama süresinin ve sıcaklığının artışına bağlı olarak nem çekme eğilimlerinin azaldığı anlaşılmıştır.

Çizelge 4.34. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak higroskopsite sonuçları (kg su/100 kg KM)

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
0	2.75±0.17	2.75±0.17	3.27±0.29	3.27±0.29	1.75±0.23	1.75±0.23
30	1.52±0.05	0.61±0.11	1.28±0.00	0.73±0.10	0.83±0.06	0.58±0.09
60	1.99±0.08	0.71±0.13	1.70±0.06	0.80±0.28	1.36±0.72	0.52±0.10
90	1.95±0.13	0.86±0.06	1.84±0.15	0.93±0.06	1.09±0.24	0.54±0.03

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının higroskopsite değerlerine ait varyans analizi tablosu ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.35 ve Çizelge 4.36'da verilmiştir. Varyans analizi tablosuna göre üretim yöntemi, depolama sıcaklığı ve süresi ile bu faktörlerin interaksiyonları ürünlerin nem çekme eğilimleri üzerinde etkili ($p<0.05$) bulunmuştur.

Higroskopsite değerleri açısından kontrol ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler arasında bir farklılık gözlenmezken, aglomere edilmiş tozların daha az nem çekme eğiliminde oldukları ve bu farklılığın istatistiksel açıdan önemli seviyede ($p<0.05$) olduğu belirlenmiştir. Ayrıca 4 °C sıcaklıkta depolanan örneklerin diğerlerine kıyasla önemli seviyede ($p<0.05$) daha higroskopik karakterde oldukları görülmüştür. Depolama süresinin artışına bağla olarak ise ürünlerin depolama başlangıcına göre nem çekme eğilimlerinin azaldığı tespit edilmiştir.

Çizelge 4.35. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının higroskopisite değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	2.18	47.04 ^{**}
G (depolama süresi)	3	6.83	147.51 ^{**}
S (depolama sıcaklığı)	1	4.50	96.36 ^{**}
Ü x G	6	0.34	7.38 ^{**}
Ü x S	2	0.17	3.65 [*]
G x S	3	0.59	12.79 ^{**}
Ü x G x S	6	0.02	0.52
Hata	24	0.05	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Çizelge 4.36. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının higroskopisite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

	Higroskopisite (kg su/100 kg)
Üretim yöntemi	
Kontrol	1.64±0.84 ^A
KÖAK	1.73±1.01 ^A
Aglomere	1.05±0.55 ^B
Sıcaklık	
4 °C	1.78±0.69 ^A
25 °C	1.17±0.91 ^B
Depolama süresi (gün)	
0	2.59±0.69 ^A
30	0.93±0.37 ^C
60	1.18±0.61 ^B
90	1.20±0.55 ^B

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.6. Akış özellikleri

Depolanan püskürterek kurutulmuş, kekleşme önleyici ajan katkılanmış ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının süre ve sıcaklığa bağlı olarak Carr indeks ve Hausner oranı değerleri Çizelge 4.37’de verilmiştir. Örneklerin akış indeksleri incelendiğinde depolama sıcaklığı ve süresinden bağımsız olarak rastgele salınımlar gerçekleştiği görülmüştür.

Depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının akış özelliklerine ait varyans analizi sonuçları ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.38 ve Çizelge 4.39’da verilmiştir. Varyans analizi tablosuna göre sadece üretim yönteminin Carr indeks değeri ve Hausner oranı üzerinde önemli seviyede etkili olduğu (p<0.05), depolama süresi ve sıcaklığının ise kayda değer bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. En düşük Carr indeks değerine sahip olan örnekler kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler olarak belirlenmiş, kontrol grubu ile aglomere edilmiş olan örneklerin arasında ise bir farklılık tespit edilmemiştir (p<0.05). Jinapong vd. (2008) tarafından bildirilen

skalaya göre Carr indeks değerleri açısından ürünlerin akış özellikleri yorumlandığında genel olarak tüm örnekler “orta” seviyede akabilir olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.37. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak akış özelliği değerleri

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
Carr indeks						
0	32.36±2.48	32.36±2.48	29.42±2.24	29.42±2.24	35.02±0.47	35.02±0.47
30	30.63±5.50	33.33±5.89	29.45±9.27	27.22±5.70	32.58±1.07	34.41±0.93
60	35.07±0.10	30.30±1.99	25.16±4.83	22.75±1.50	35.29±1.25	33.91±0.81
90	34.38±0.44	31.44±0.46	31.28±0.50	25.53±0.38	30.69±0.49	33.14±0.27
Hausner oranı						
0	1.48±0.05	1.48±0.05	1.42±0.04	1.42±0.04	1.54±0.01	1.54±0.01
30	1.45±0.11	1.51±0.13	1.43±0.19	1.38±0.11	1.48±0.02	1.52±0.02
60	1.54±0.00	1.44±0.04	1.34±0.09	1.29±0.03	1.55±0.03	1.51±0.02
90	1.52±0.01	1.46±0.01	1.46±0.01	1.34±0.01	1.44±0.01	1.50±0.01

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Ürünler yapışkanlık değerlerin açısından kıyaslandığında ise kekleşme önleyici ajan içeren örneklerin yapışkanlık seviyeleri diğer örneklerle kıyasla önemli derecede daha az ($p<0.05$) olarak bulunmuştur. Barbosa-Cánovas vd. (2005) tarafından bildirilen değerlendirme skalasına göre kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler yapışkanlık açısından “kötü”, diğer örnekler ise “çok kötü” olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.38. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının akış özelliği sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	Carr indeks		Hausner oranı	
		KO	F	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	173.22	17.25**	0.071	17.29**
G (depolama süresi)	3	7.08	0.71	0.003	0.65
S (depolama sıcaklığı)	1	12.99	1.29	0.006	1.43
Ü x G	6	12.49	1.24	0.005	1.20
Ü x S	2	11.15	1.11	0.005	1.15
G x S	3	8.72	0.87	0.004	0.87
Ü x G x S	6	5.39	0.54	0.002	0.59
Hata	24	10.04		0.004	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Çizelge 4.39. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının akış özelliği değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

	Carr indeks	Hausner oranı
Üretim yöntemi		
Kontrol	32.49±2.86 ^A	1.48±0.06 ^A
KÖAK	27.53±4.24 ^B	1.39±0.08 ^B
Aglomere	33.76±1.62 ^A	1.51±0.04 ^A
Sıcaklık		
4 °C	31.78±3.91	1.47±0.08
25 °C	30.74±4.23	1.45±0.09
Depolama süresi (gün)		
0	32.27±2.79	1.48±0.06
30	31.27±4.84	1.46±0.10
60	30.41±5.39	1.45±0.11
90	31.08±2.92	1.45±0.06

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.7. Kekleşme derecesi

Depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme dereceleri süre ve sıcaklıkla ilişkili olarak Çizelge 4.40'ta verilmiştir. Örneklerin kekleşme dereceleri incelendiğinde aglomere edilmiş olan toz ürünlerin belirgin bir şekilde daha düşük kekleşme derecesine sahip olduğu görülmektedir. Kekleşme önleyici ajanların kullanımının ise düşük sıcaklıklarda kekleşmeyi önlemede daha başarılı olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.40. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak kekleşme dereceleri

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
0	35.59±4.90	35.59±4.90	34.82±2.47	34.82±2.47	7.62±0.12	7.62±0.12
30	37.27±5.47	30.49±4.18	24.60±5.58	25.43±0.07	9.94±2.34	9.65±1.30
60	31.39±0.87	38.66±1.03	30.67±3.30	24.15±6.88	9.56±1.53	8.04±1.46
90	37.25±3.28	31.48±3.75	32.85±8.01	24.92±5.62	9.21±1.74	7.84±1.36

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresince kekleşme derecesi verilerine ait varyans analizi sonuçları ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.41 ve Çizelge 4.42'de verilmiştir. Depolamaya alınan örnekler kekleşme dereceleri açısından karşılaştırıldıklarında, depolama süresinin ve sıcaklığının kekleşme derecesi üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı ($p>0.05$) ve sadece üretim yönteminin ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesinde önemli seviyede ($p<0.05$) etkisi olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesi üzerinde etkili olan partikül ve yığın özelliklerini test edilen depolama süresi boyunca her iki sıcaklıkta da koruyabildiği değerlendirilmiştir. Bu açıdan tez çalışması hedefleri doğrultusunda aglomerasyon uygulaması başarılı olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.41. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesi sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	2996.89	214.26**
G (depolama süresi)	3	21.01	1.50
S (depolama sıcaklığı)	1	40.70	2.91
Ü x G	6	27.13	1.94
Ü x S	2	7.62	0.54
G x S	3	16.09	1.15
Ü x G x S	6	23.05	1.65
Hata	24	13.99	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Çizelge 4.42. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme derecesi değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları

	Kekleşme derecesi (%)
Üretim yöntemi	
Kontrol	34.72±4.17 ^A
KÖAK	29.03±5.85 ^B
Aglomere	8.69±1.43 ^C
Sıcaklık	
4 °C	25.07±12.35
25 °C	23.23±11.88
Depolama süresi (gün)	
0	26.01±13.79
30	22.90±10.95
60	23.74±12.13
90	23.93±12.46

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.8. Partikül boyutu

Örneklerin depolama süresince partikül boyut büyüklükleri ve değişimleri Çizelge 4.43'te verilmiştir. Genel olarak depolama süresince örneklerin partikül boyutlarının korunduğu, ancak aglomere edilmiş örneklerde depolamanın üçüncü ayında partikül boyutlarında artışlar yaşandığı belirlenmiştir. Ayrıca kekleşme önleyici ajan eklenmiş olan örneklerde 25 °C sıcaklıkta depolananların genel olarak daha büyük partikül boyutuna sahip olduğu görülmüştür. Kekleşme önleyici ajan eklenen ve 25 °C sıcaklıkta depolanan bu örneklerin 4 °C sıcaklıkta depolananlara kıyasla daha iyi akış özelliklerine ve daha düşük kekleşme derecesine sahip olması, daha büyük boyutlu partiküllere sahip olması ile ilişkilendirilmiştir.

Ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresince partikül boyut özelliklerine ait varyans analizi sonuçları ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.44 ve Çizelge 4.45'te verilmiştir. Varyans analizi sonuçları incelendiğinde partikül boyut özellikleri olan d (0.1), d (0.5), D [3, 2] ve D [4, 3] değerleri üzerinde üretim

yöntemi, depolama sıcaklığı ve depolama süresi ile bu değişkenlerin interaksiyonlarının önemli seviyede ($p<0.05$) etkisinin olduğu belirlenmiştir. Partikül boyut özelliklerinden d (0.9) değeri üzerinde ise sadece üretim yönteminin etkisi önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Bu durum büyük boyutlu partiküllerin çevresel faktörlerden etkilenmediği, ancak küçük boyutlu partiküllerin ise kısmen birleşerek daha büyük partiküllere dönüştüğü şeklinde yorumlanmıştır.

Çizelge 4.43. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak partikül boyut büyüklükleri

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
d (0.1)						
0	1.73±0.16	1.73±0.16	1.60±0.13	1.60±0.13	5.96±0.13	5.96±0.13
30	2.10±0.14	2.31±0.11	1.54±0.08	1.77±0.19	5.76±1.26	4.84±1.46
60	1.89±0.05	2.37±0.19	1.43±0.04	1.73±0.14	6.05±0.13	6.52±0.61
90	1.85±0.15	2.19±0.08	1.37±0.03	1.63±0.02	61.79±3.16	36.08±15.01
d (0.5)						
0	5.81±0.18	5.81±0.18	5.57±0.06	5.57±0.06	44.26±0.87	44.26±0.87
30	6.42±0.51	6.76±0.28	4.86±0.73	5.65±0.08	46.02±1.53	45.03±2.93
60	6.10±0.21	5.86±0.15	4.90±0.10	5.58±0.12	52.19±2.51	46.32±0.54
90	5.43±0.36	5.67±0.04	4.83±0.09	5.28±0.06	84.11±13.54	57.02±0.28
d (0.9)						
0	11.61±0.30	11.61±0.30	11.53±1.13	11.53±1.13	122.08±1.47	122.08±1.47
30	12.55±1.19	13.34±0.76	9.26±1.95	11.28±0.18	121.87±15.97	128.41±14.35
60	11.94±1.00	11.96±0.53	8.41±0.32	10.77±0.27	124.66±4.68	122.10±3.57
90	10.60±1.73	11.00±0.28	9.54±0.43	10.39±0.21	118.70±2.91	121.04±6.49
D [3, 2]						
0	3.37±0.20	3.37±0.20	3.22±0.27	3.22±0.27	13.79±0.10	13.79±0.10
30	3.32±0.21	3.56±0.18	2.57±0.28	2.97±0.16	13.67±1.70	12.30±1.99
60	3.10±0.07	3.54±0.15	2.58±0.14	2.92±0.05	14.21±1.46	17.06±2.70
90	3.00±0.06	3.36±0.13	2.58±0.03	2.79±0.06	81.54±5.89	51.80±6.08
D [4, 3]						
0	6.31±0.01	6.31±0.01	6.17±0.36	6.17±0.36	56.92±1.62	56.92±1.62
30	6.93±0.61	7.41±0.47	5.14±0.90	6.18±0.10	57.01±6.81	55.90±8.65
60	6.53±0.09	6.72±0.34	5.32±0.15	6.04±0.12	60.62±2.72	51.86±2.29
90	5.93±0.53	6.13±0.06	5.20±0.17	5.68±0.10	87.08±6.21	59.68±3.15

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katılanmış

Örnekler arası farklılıklar incelendiğinde aglomere edilmiş örneklerin test edilen tüm partikül boyut özellikleri açısından daha yüksek değerlere sahip olduğu ve bu farkın önemli seviyede olduğu belirlenmiştir. Kontrol grubu ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler kıyaslandığında ise aralarında partikül boyutu açısından önemli seviyede bir farklılık olmadığı ($p>0.05$) ancak kontrol grubunun genellikle bir miktar daha büyük partikül boyutuna sahip olduğu görülmüştür. Bu durumun örnek içine eklenen kekleşme önleyici ajan olarak eklenen silikon dioksitin partikül boyutu ile ilişkili olduğu değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.44. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının partikül boyut değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	d (0.1)		d (0.5)		d (0.9)		D [3, 2]		D [4, 3]	
		KO	F	KO	F	KO	F	KO	F	KO	F
Ü	2	1171.8	117.4**	11668.0	1375.0**	66354.7	2825.4**	3119.5	847.4**	15910.2	2014.4**
G	3	615.60	61.68**	186.83	22.02**	13.41	0.57	906.70	246.30**	83.11	10.52**
S	1	49.33	4.94*	83.69	9.86*	13.60	0.58	57.62	15.65**	97.36	12.33*
Ü x G	6	620.64	62.19**	209.22	24.66**	6.16	0.26	929.30	252.44**	101.12	12.80**
Ü x S	2	61.09	6.12*	102.80	12.11**	1.82	0.08	71.33	19.38**	125.62	15.90**
G x S	3	53.76	5.39*	52.82	6.22*	6.60	0.28	76.93	20.90**	53.78	6.81*
Ü x G x S	6	54.94	5.50*	53.86**	6.35**	4.81	0.20	77.34	21.01**	53.43	6.76**
Hata	24	9.98		8.49		23.49		3.68		7.90	

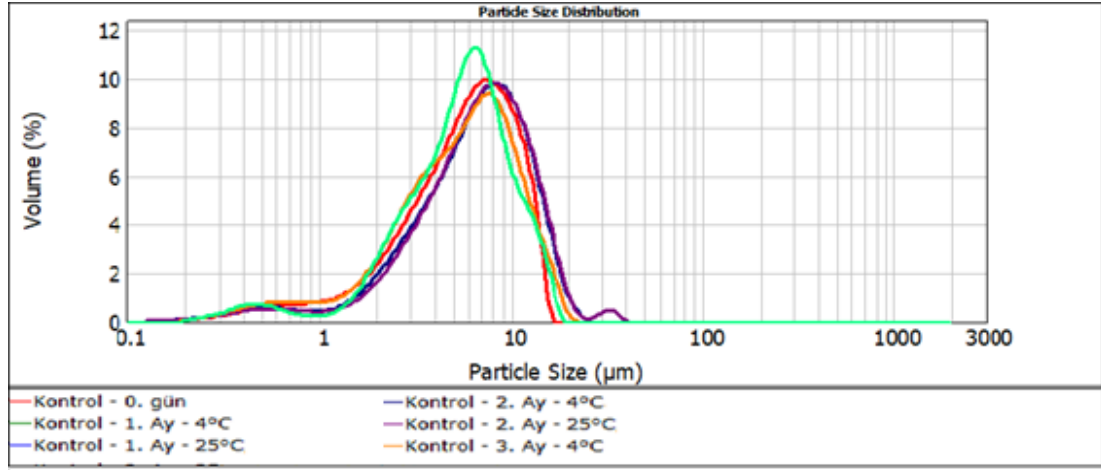
Ü: üretim yöntemi, G: depolama süresi, S: depolama sıcaklığı, SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Çizelge 4.45. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının partikül boyutu değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları (µm)

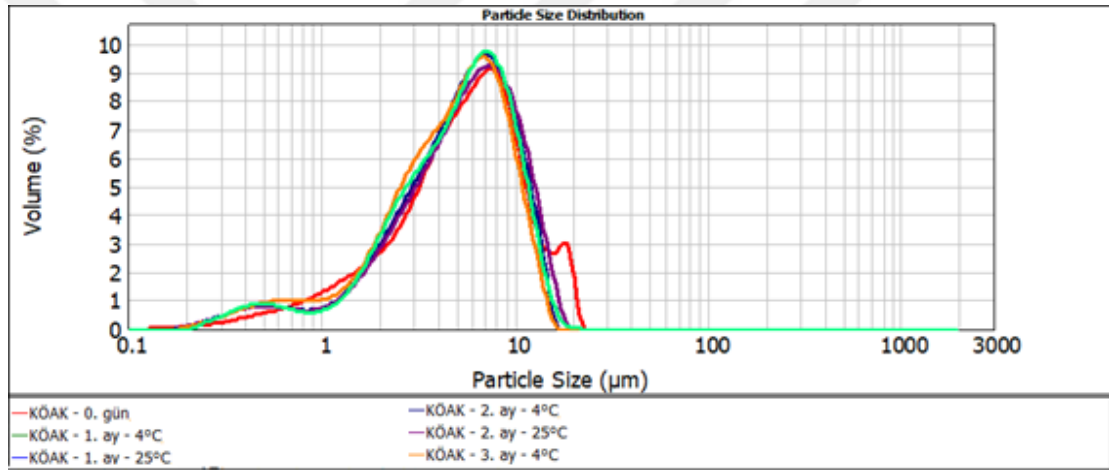
	d (0.1)	d (0.5)	d (0.9)	D [3, 2]	D [4, 3]
Üretim yöntemi					
Kontrol	2.02±0.27 ^B	5.98±0.46 ^B	11.82±1.06 ^B	3.33±0.22 ^B	6.53±0.53 ^B
KÖAK	1.58±0.15 ^B	5.28±0.40 ^B	10.34±1.31 ^B	2.86±0.30 ^B	5.74±0.52 ^B
Aglomere	16.62±20.77 ^A	52.40±13.63 ^A	122.62±6.65 ^A	27.27±24.87 ^A	60.75±11.16 ^A
Sıcaklık					
4 °C	7.76±16.76 ^A	22.54±26.57 ^A	47.73±53.67	12.25±21.91 ^A	25.77±29.66 ^A
25 °C	5.73±10.02 ^B	19.90±20.65 ^B	48.79±54.03	10.06±13.86 ^B	22.92±24.11 ^B
Depolama süresi (gün)					
0	3.10±2.12 ^B	18.54±18.99 ^B	48.41±54.42	6.79±5.17 ^B	23.14±24.96 ^B
30	3.06±1.80 ^B	19.12±19.54 ^B	49.45±56.33	6.40±4.96 ^B	23.10±24.87 ^B
60	3.33±2.22 ^B	20.16±21.58 ^B	48.31±55.49	7.24±6.34 ^B	22.85±24.83 ^B
90	17.49±24.92 ^A	27.05±33.41 ^A	46.88±53.96	24.18±32.74 ^A	28.28±34.38 ^A

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

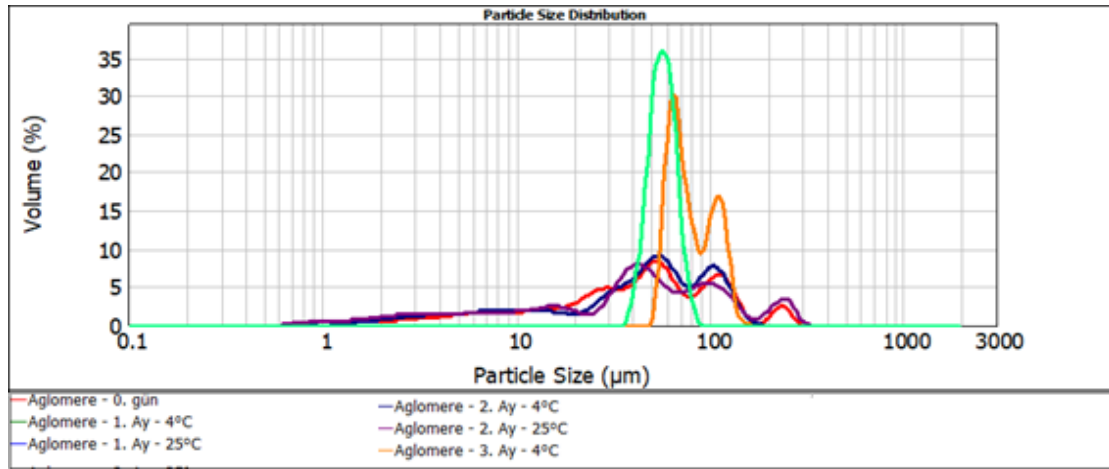
Partikül boyutu dağılım özellikleri incelendiğinde ise (Şekil 4.15, Şekil 4. 16 ve Şekil 4.17) depolama süresi boyunca ürünlerin partikül boyutlarını genellikle koruduğu ancak depolamanın ikinci ayı sonrası aglomere edilmiş örneklerde partikül boyut dağılımının aralığının daha da azaldığı anlaşılmıştır. Bu durumun aglomere edilmiş ürünlerin bileşiminde halen var olan küçük partiküllerin birleşerek daha büyük partiküller oluşturması ve oransal olarak miktarlarının azalması kaynaklı olduğu değerlendirilmiştir.



Şekil 4.15. Püskürterek kurutulmuş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresine bağlı olarak partikül boyut dağılımları



Şekil 4.16. Püskürterek kurutulmuş ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresine bağlı olarak partikül boyut dağılımları



Şekil 4.17. Püskürterek kurutulmuş ve aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresine bağlı olarak partikül boyut dağılımları

4.4.9. Toplam fenolik madde

Örneklerin depolama süresince toplam fenolik madde içerikleri Çizelge 4.46'da verilmiştir. Genel olarak depolama süresince örneklerin bileşimindeki fenolik maddelerin korunduğu, düşük sıcaklıklarda depolamanın ise fenolik bileşiklerin stabilitesi açısından daha başarılı olduğu değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.46. Adaçayı ekstraktı ekstraktı tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak toplam fenolik madde içerikleri (g GAE/100 g KM)

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Aglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
0	8.31±0.66	8.31±0.66	8.54±0.18	8.54±0.18	8.47±0.01	8.47±0.01
30	9.46±0.10	9.43±0.48	9.33±0.56	9.33±0.68	9.20±0.22	8.86±0.05
60	8.27±0.01	7.76±0.34	9.23±0.08	8.40±0.50	9.56±0.11	8.55±0.33
90	8.06±0.13	7.28±0.22	8.46±0.10	7.39±0.23	9.14±0.16	7.90±0.05

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Ada çayı ekstraktı tozlarının depolama süresince toplam fenolik madde miktarı sonuçlarına ait varyans analizi sonuçları ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.47 ve Çizelge 4.48'de verilmiştir. Örneklerin fenolik madde miktarları üzerinde üretim yöntemi ve depolama sıcaklığının ikili interaksyonu ile üretim yöntemi, depolama sıcaklığı ve depolama süresinin üçlü interaksyonu hariç diğer faktörler önemli seviyede ($p<0.05$) etkili bulunmuştur.

Çizelge 4.47. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının toplam fenolik madde sonuçlarına ait varyans analizi tablosu

Varyasyon kaynağı	SD	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	0.71	6.42*
G (depolama süresi)	3	3.14	28.43**
S (depolama sıcaklığı)	1	2.80	25.39**
Ü x G	6	0.49	4.43*
Ü x S	2	0.10	0.93
G x S	3	0.75	6.77*
Ü x G x S	6	0.02	0.16
Hata	24	0.11	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * $p<0.05$, ** $p<0.01$

Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler ile aglomere edilmiş örneklerin toplam fenolik madde içerikleri daha fazla bulunmuş olup, bu farklılığın önemli seviyede olduğu ($p<0.05$) belirlenmiştir. Fenolik bileşiklerin korunumu açısından da düşük sıcaklıkta depolama uygulamasının daha etkili olduğu tespit edilmiştir. Depolama süresine bağlı olarak ise depolama süresiyle fenolik madde miktarının ters orantılı olarak değişim gösterdiği anlaşılmıştır.

Çizelge 4.48. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının toplam fenolik madde miktarlarının ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları (g GA/100 g KM)

	Toplam fenolik madde
Üretim yöntemi	
Kontrol	8.36±0.78 ^B
KÖAK	8.65±0.69 ^A
Aglomere	8.77±0.52 ^A
Sıcaklık	
4 °C	8.84±0.56 ^A
25 °C	8.35±0.72 ^B
Depolama süresi (gün)	
0	8.44±0.31 ^B
30	9.27±0.37 ^A
60	8.63±0.66 ^B
90	8.04±0.67 ^C

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

4.4.10. Antioksidan aktivite

Örneklerin depolama süresince antioksidan aktivite değerleri Çizelge 4.49’da verilmiştir. Düşük sıcaklıkta depolanan örneklerin genellikle yüksek sıcaklıkta depolanan örneklerle kıyasla daha yüksek antioksidan aktiviteye sahip olduğu belirlenmiştir. Depolama süresinin artışına bağlı olarak ise ürünlerin antioksidan aktivite değerlerinde düşüşler gözlenmiştir.

Çizelge 4.49. Adaçayı ekstrakt tozlarının depolama sıcaklığı ve süresine bağlı antioksidan aktivite değerleri (g TE/100 g KM)

Depolama süresi (gün)	Kontrol		KÖAK		Agglomere	
	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C	4 °C	25 °C
	Antioksidan aktivite					
0	16.91±0.97	16.91±0.97	15.79±0.32	15.79±0.32	18.10±0.50	18.10±0.50
30	17.18±0.07	17.03±0.02	16.91±0.11	16.62±0.07	18.22±0.17	17.92±0.61
60	16.30±1.04	15.91±0.14	16.67±0.46	16.18±0.03	18.03±0.02	17.34±0.11
90	15.01±0.35	14.17±0.29	15.97±1.01	13.87±0.18	17.28±0.21	16.01±0.24

Sonuçlar ortalama±standart sapma olarak verilmiştir. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

Ada çayı ekstraktı tozlarının depolama şartları altındaki antioksidan aktivite değerlerine ait varyans analizi sonuçları ile Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları sırasıyla Çizelge 4.50 ve Çizelge 4.51’de verilmiştir. Örneklerin antioksidan aktiviteleri üzerinde, toplam fenolik madde miktarlarında da olduğu gibi üretim yöntemi ve depolama sıcaklığının ikili etkileşimi ile üretim yöntemi, depolama sıcaklığı ve depolama süresinin üçlü etkileşimi hariç diğer faktörler önemli seviyede ($p<0.05$) etkili bulunmuştur.

Çizelge 4.50. Farklı sıcaklıklarda depolanmış ada çayı ekstraktı tozlarının antioksidan aktivite değerlerine ait varyans analizi sonuçları

Varyasyon kaynağı	SD	KO	F
Ü (üretim yöntemi)	2	12.94	54.33**
G (depolama süresi)	3	8.44	35.42**
S (depolama sıcaklığı)	1	3.55	14.92**
Ü x G	6	0.63	2.62*
Ü x S	2	0.14	0.58
G x S	3	1.12	4.70*
Ü x G x S	6	0.10	0.41
Hata	24	0.24	

SD: serbestlik derecesi, KO: kareler ortalaması, F: F değeri, * p<0.05, ** p<0.01

Antioksidan aktivite değerlerine ait Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçları incelendiğinde aglomere edilmiş olan örneklerin diğer örneklerle kıyasla daha yüksek antioksidan aktiviteye sahip olduğu görülmüştür. Depolama sıcaklığının ve süresinin artışı ise örneklerin antioksidan aktiviteleri üzerinde negatif yönlü etki göstermiştir.

Çizelge 4.51. Farklı sıcaklıklarda depolanan ada çayı ekstraktı tozlarının antioksidan aktivite değerlerinin ortalamalarına ait Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi sonuçları (g TE/100 g KM)

	Antioksidan aktivite
Üretim yöntemi	
Kontrol	16.18±1.15 ^B
KÖAK	15.98±0.97 ^B
Aglomere	17.62±0.76 ^A
Sıcaklık	
4 °C	16.86±1.05 ^A
25 °C	16.32±1.31 ^B
Depolama süresi (gün)	
0	16.93±1.10 ^{AB}
30	17.31±0.62 ^A
60	16.74±0.84 ^B
90	15.39±1.27 ^C

Değerler ortalama±standart sapma olarak verilmiş olup, aynı sütundaki farklı harfler önemli seviyede farklılığı ifade eder. KÖAK: Kekleşme önleyici ajan katkılanmış

5. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında, toz formdaki gıda ürünlerinde depolamaya bağlı olarak ortaya çıkan ve ürünün teknolojik özelliklerini olumsuz yönde etkileyen kekleşme (topaklanma) probleminin giderilmesi/azaltılması ve ürünlerin akış özelliklerinin korunması/iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla model gıda olarak toz ürünlerde kekleşme problemi yaşandığı bilinen ada çayı ekstraktı ve nar suyu olmak üzere iki farklı ürün grubu seçilmiştir. Çalışma kapsamında ilk olarak ürünler literatürde belirtilen şartlar kısmen modifiye edilerek püskürterek kurutma tekniği ile toz forma dönüştürülmüştür. Püskürterek kurutulmuş olan ürünler kontrol grubu olarak değerlendirilmiştir. Daha sonra üretilen ürünlerin kekleşme derecesini azaltmak ve akış özelliklerini geliştirmek amacıyla kekleşme önleyici ajan ilavesi ve aglomerasyon tekniklerinin uygulanabilirliği test edilmiştir. Son olarak her üç yöntemle de üretilen ürünler üç ay süre ile iki farklı sıcaklıkta depolanmış, depolama süresince ürünlerin fizikokimyasal özellikleri izlenmiştir. Çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir;

- Hem ada çayı ekstraktı tozlarında hem de nar suyu tozlarında kekleşme önleyici ajan bileşiminin optimizasyonu amacıyla test edilen kekleşme önleyici ajanların bileşiminin bağımlı değişkenler üzerinde önemli düzeyde bir etkisi belirlenememiştir.
- Ada çayı ekstraktı tozlarının aglomerasyonu bağlayıcı sıvı olarak sadece su kullanımı ile ve 70-80 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilebilmiştir. Test edilen taşıyıcıların (maltodekstrin (DE 18) ve Arabik gam) çözeltileri ile aglomerasyon gerçekleştirilememiştir. Sadece sıcaklığın bağımsız değişken olarak etkili olması sebebi ile aglomerasyon şartları optimize edilememiş ve aglomerasyon işlemi 75 °C sıcaklıkta, bağlayıcı sıvı olarak su kullanımıyla gerçekleştirilmiştir.
- Nar suyu tozlarının aglomerasyon optimizasyonu çalışmasında kullanılan bağlayıcı sıvı konsantrasyonu ve üretim sıcaklığı ürün özellikleri üzerinde etkili olmuştur. Bağlayıcı sıvı konsantrasyonunun ve kurutma sıcaklığının artışı partikül büyüklüğünü artırıcı etki göstermiştir. Nar suyu tozu için optimum aglomerasyon şartları 78.5 °C kurutma sıcaklığı ve %25 Arabik gam çözeltisi olarak belirlenmiştir.
- Ada çayı ekstraktı tozlarının kekleşme eğilimlerinin azaltılmasında test edilen kekleşme önleyici ajanların kullanımının önemli düzeyde bir etkisinin olmadığı, ancak aglomerasyon uygulamasının kekleşme derecesini azaltmada başarılı bulunduğu ve kekleşme derecesini yaklaşık 3-4 kat azalttığı belirlenmiştir.
- Kekleşme önleyici ajan kullanımının nar suyu tozlarının kekleşme derecesini %71'den %46 seviyelerine kadar azaltmış ve kekleşme probleminin giderilmesinde başarılı bulunmuştur.
- Aglomerasyonu uygulamasının nar suyu tozlarının %71 olan kekleşme derecesini yaklaşık 4 kat azalttığı ve %17 seviyelerine kadar düşürdüğü gözlenmiş ve kekleşme probleminin giderilmesinde oldukça başarılı olduğu belirlenmiştir.
- Kekleşme önleyici ajan kullanımının ada çayı ekstraktı tozlarının akış özellikleri üzerinde önemli bir etki göstermediği ve Carr indeks değerlerine

göre orta derecede akabilir olduğu belirlenmiştir. Nar suyu tozlarının akış özellikleri üzerinde ise kekleşme önleyici ajan kullanımının geliştirici etki gösterdiği ancak yine de Carr indeks değerlerine göre ürünlerin kötü akış özelliğine sahip olduğu belirlenmiştir.

- Aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozu örneklerinin akış özelliklerinde kayda değer bir değişimin tespit edilemediği ve orta derecede akabilir olduğu belirlenmiştir. Nar suyu tozunun akış özellikleri üzerinde ise aglomerasyon uygulamasının oldukça etkili olduğu ve ürünlerin çok iyi akış özelliğine sahip olduğu tespit edilmiştir.
- Renk özellikleri açısından her üç yöntemle üretilen ada çayı ekstraktı tozu örneklerinin kabul edilebilir düzeyde olduğu belirlenmiştir. Nar suyu tozlarının ise renk açısından kabul edilebilir düzeyde olmadığı değerlendirilmiştir. Genel olarak test edilen şartlarda aglomerasyon uygulaması sonucunda daha koyu renklerde örneklerin elde edilebildiği gözlenmiştir.
- Üretilen tüm ürünlerin %95'ten yüksek çözünürlüğe sahip olduğu, aglomere edilmiş örneklerin ise genel olarak daha iyi çözünürlüğe sahip olduğu ve depolama süresince çözünürlük özelliklerini daha iyi koruduğu belirlenmiştir.
- Ada çayı ekstraktı tozlarının yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin sırasıyla 292-430 kg/m³ ve 413-663 kg/m³ arasında, nar suyu tozlarının ise 309-411 kg/m³ ve 463-562 kg/m³ arasında değişiklik gösterdiği belirlenmiştir.
- Üretilen ada çayı ekstraktı tozu ve nar suyu tozu örneklerinin partikül boyutları incelendiğinde genellikle d (0.1), d (0.5) ve d (0.9) değerlerinin genellikle 15 µm ve altında olduğu belirlenmiştir. Aglomerasyon prosesi sonrasında ise bu partikül boyut özelliklerine ait değerlerin her biri 5-15 kat arasında artırılabilmiştir.
- Hem ada çayı ekstraktı tozunda hem de nar suyu tozunda aglomerasyon uygulaması ürünlerin fiziksel özelliklerini değiştirerek nem çekme eğilimlerini azaltıcı yönde etki göstermiştir. Kekleşme önleyici ajan ilavesinin ise higroskopisite açısından ürünlerde önemli bir değişime yol açmadığı görülmüştür.
- Uygulanan yöntemlerin ada çayı ekstraktı tozlarının fenolik madde içerikleri üzerinde önemli farklılığa yol açmadığı ve ürünlerin 8.31-8.47 g GAE/100 g KM arasında toplam fenolik madde içerdiği belirlenmiştir. Antioksidan aktivite açısından değerlendirme yapıldığında ise örneklerin antioksidan aktivitelerinin 15.79-18.1 g TE/100 g KM arasında değiştiği ve kekleşme önleyici ajan eklenmiş örneklerin daha az antioksidan özellik gösterdiği tespit edilmiştir.
- Nar suyu tozlarının fenolik madde içeriklerinin 1.07-1.40 g GAE/100 g KM, antioksidan aktivite değerlerinin ise 2.18-2.53 g TE/100 g KM arasında değişiklik gösterdiği, aglomere edilmiş örneklerin her iki özellik yönünden de daha zayıf kaldığı belirlenmiştir.
- Depolama şartları altında aglomere edilmiş ada çayı ekstraktı tozlarının kontrol grubuna ve kekleşme önleyici ajan ilave edilen örneklerle kıyasla, test edilen özellikler yönünden genellikle saha stabil kaldığı tespit edilmiştir.

- Çalışmada test edilen kalite analizleri açısından kekleşme önleyici ajan eklenmiş örnekler kısmen başarılı bulunmuştur. Alternatif kekleşme önleyici ajanların daha başarılı sonuçlar verebileceği değerlendirilmiş ve bu konuda yeni çalışmalara ihtiyaç olduğu değerlendirilmiştir.
- Nar suyu tozlarının rengi, kullanılan taşıyıcı bileşimiyle de bağlantılı olarak oldukça olumsuz etkilenmiştir. Renk özelliklerinin geliştirilebilmesi amacıyla yeni çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır. Bunun yanında taşıyıcı konsantrasyonu azaltılarak daha düşük sıcaklıklarda üretim gerçekleştirmenin renk özelliklerini geliştirebileceği değerlendirilmiştir.



6. KAYNAKLAR

- Abdelrahman, K.N., Abdel Ghany, A.G.A., Saber, R.A., Osman, A., Sitohy, B. and Sitohy, M. 2024. Anthocyanins from pomegranate peel (*punica granatum*), chili pepper fruit (*capsicum annuum*), and bougainvillea flowers (*bougainvillea spectabilis*) with multiple biofunctions: Antibacterial, antioxidant, and anticancer. *Heliyon*, 10 (11):
- Adhikari, B., Howes, T., Lecomte, D. and Bhandari, B.R. 2005. A glass transition temperature approach for the prediction of the surface stickiness of a drying droplet during spray drying. *Powder Technol.*, 149 (2-3): 168-179.
- Aguilera, J., Del Valle, J. and Karel, M. 1995. Caking phenomena in amorphous food powders. *Trends Food Sci. Technol.*, 6 (5): 149-155.
- Ahmed, J., Al-Foudari, M., Al-Salman, F. and Almusallam, A.S. 2014. Effect of particle size and temperature on rheological, thermal, and structural properties of pumpkin flour dispersion. *J. Food Eng.*, 124: 43-53.
- Ahrné, L., Chamayou, A., Dewettinck, K., Depypere, F., Dumoulin, E., Fitzpatrick, J. and Meesters, G. 2008. Processing of food powders. In: Aguilera, J.M. and Lillford, P.J. (Eds.), *Food materials science*, Springer New York, New York, NY, pp. 341-368.
- Al-Jaber, H.I., Shakya, A.K. and Elagbar, Z.A. 2020. Hplc profiling of selected phenolic acids and flavonoids in *salvia eigii*, *salvia hierosolymitana* and *salvia viridis* growing wild in jordan and their in vitro antioxidant activity. *PeerJ*, 8: e9769.
- Alasalvar, H. and Cam, M. 2019. Process for production of ready to drink iced teas from sage (*salvia officinalis* L.) and linden (*tilia cordata*): Pressurized hot water extraction and spray drying. *Food Sci Biotechnol*, 28 (3): 779-785.
- Andreola, K., Silva, C.a.M. and Taranto, O.P. 2018. Agglomeration process of rice protein concentrate using glucomannan as binder: In-line monitoring of particle size. *Chem. Eng. Res. Des.*, 135: 37-51.
- Anonymous 2021. Gras notices. <https://www.cfsanappsexternal.fda.gov/scripts/fdcc/index.cfm?set=GRASNotices> [Son erişim tarihi: 27.07.2021]
- Ansar, N. and Azis, A. 2020. Caking mechanisms of passion fruit powder during storage. *International Journal of Innovation, Creativity, and Change*, 13 (2): 618-628.
- Anwar, A. 2023. Effects of dietary supplementation of sage (*salvia officinalis*) on physiological performance in juvenile common carp (*cyprinus carpio*). *Anbar Journal of Agricultural Sciences*, 21 (2): 284-297.
- Atalar, İ., Kurt, A., Saricaoğlu, F.T., Gül, O. and Gençcelep, H. 2021. Agglomerated mushroom (*agaricus bisporus*) powder: Optimization of top spray fluidized bed agglomeration conditions. *J. Food Process Eng.*, 44 (6): e13687.
- Atalar, İ. and Yazıcı, F. 2021. Top-spray agglomeration process applications in food powders: A review of recent research advances. *European Food Science and Engineering*, 2 (1): 18-25.

- Baltacı, C., Şidim, M. and Akşit, Z. 2022. Effects of spray and freeze-drying methods on aroma compounds, sensory characteristics, physicochemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of instant sage (*salvia rosifolia* sm.) tea. *Turkish Journal of Analytical Chemistry*, 4 (1): 19-30.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Fontana, A.J., Schmidt, S.J. and Labuza, T.P. 2020. Water activity in foods: Fundamentals and applications. 1-616 s.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P. and Yan, H. 2005. Food powders. Springer, NewYork, NY, 372 s.
- Baysan, U., Koç, M. and Koç, B. 2021. Food powders particle properties. In: Ermiş, E. (Ed.), Food powders properties and characterization, Springer International Publishing, Cham, pp. 37-52.
- Bebartta, R.P., Umar, M., Ruktanonchai, U.R. and Anal, A.K. 2023. Development of cryo-desiccated whey and soy protein conglomerates; effect of maltodextrin on their functionality and digestibility. *J. Food Process Eng.*, 46 (7):
- Benelli, L., Cortés-Rojas, D.F., Souza, C.R.F. and Oliveira, W.P. 2015. Fluid bed drying and agglomeration of phytopharmaceutical compositions. *Powder Technol.*, 273: 145-153.
- Beristain, C.I., García, H.S. and Vernon-Carter, E.J. 2001. Spray-dried encapsulation of cardamom (*elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*prosopis juliflora*) gum. *LWT-Food Sci. Technol.*, 34 (6): 398-401.
- Bhandari, B. 2013. Introduction to food powders. In: Bhandari, B., Bansal, N., Zhang, M. and Schuck, P. (Eds.), Handbook of food powders, Woodhead Publishing, pp. 1-25.
- Bhandari, B. and Adhikari, B. 2008. Glass-transition based approach in drying of foods. In: Ratti, C. (Ed.), Advances in food dehydration, CRC Press, Boca Raton, pp. 37-62.
- Bilić, J., Benković, M., Belščak-Cvitanović, A., Horžić, D., Komes, D. and Bauman, I. 2011. The effect of agglomeration on physical properties and bioactive compounds of cocoa drink mixtures prepared with various sweeteners. 7th International Congress of Food Technologists, Biotechnologists and Nutritionists, ss. 208-214, 20-23 Eylül 2011, Croatian Society of Food Technologists, Biotechnologists and Nutritionists, Opatija, Croatia.
- Blekas, G.A. 2016. Food additives: Classification, uses and regulation. In: Caballero, B., Finglas, P.M. and Toldrá, F. (Eds.), Encyclopedia of food and health, Academic Press, Oxford, pp. 731-736.
- Bozkurt, S., Altay, Ö., Koç, M. and Kaymak Ertekin, F. 2020. Toz gıda proseslerinde akışkan yatak uygulamaları. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 8 (4): 818-825.
- Bück, A. and Tsotsas, E. 2016. Agglomeration. In: Caballero, B., Finglas, P.M. and Toldrá, F. (Eds.), Encyclopedia of food and health, Academic Press, Oxford, pp. 73-81.

- Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, A.M. and Cal-Vidal, J. 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, 6 (4): 420-428.
- Cardona, L.M., Cortés-Rodríguez, M. and Castellanos Galeano, F.J. 2022. Optimization of fluidized bed agglomeration process of a pineapple powder mixture using a binder solution of ginger extract and vitamin c. *LWT*, 171:
- Carpin, M., Bertelsen, H., Bech, J.K., Jeantet, R., Risbo, J. and Schuck, P. 2016. Caking of lactose: A critical review. *Trends Food Sci. Technol.*, 53: 1-12.
- Carpin, M., Bertelsen, H., Dalberg, A., Bech, J.K., Risbo, J., Schuck, P. and Jeantet, R. 2017. How does particle size influence caking in lactose powder? *J. Food Eng.*, 209: 61-67.
- Castaño-Pelaez, H., Cortés Rodríguez, M., Gil, J., López, G. and Ortega-Toro, R. 2022. Fluidised bed agglomeration of strawberry powder mix obtained for spray drying. *Journal of Berry Research*, 12: 495-512.
- Chaves, M.A., Dacanal, G.C. and Pinho, S.C. 2023. High-shear wet agglomeration process for enriching cornstarch with curcumin and vitamin d3 co-loaded lyophilized liposomes. *Food Res. Int.*, 169:
- Chavez Montes, E., Santamaria, N.A., Gumy, J.C. and Marchal, P. 2011. Moisture-induced caking of beverage powders. *J. Sci. Food Agric.*, 91 (14): 2582-2586.
- Chen, M.-L., Yang, D.-J. and Liu, S.-C. 2011. Effects of drying temperature on the flavonoid, phenolic acid and antioxidative capacities of the methanol extract of citrus fruit (*citrus sinensis* (L.) osbeck) peels. *Int. J. Food Sci. Tech.*, 46 (6): 1179-1185.
- Chen, M.Y., Wu, S.G., Xu, S.J., Yu, B., Shilbayeh, M., Liu, Y., Zhu, X.W., Wang, J.K. and Gong, J.B. 2018. Caking of crystals: Characterization, mechanisms and prevention. *Powder Technol.*, 337: 51-67.
- Chen, M.Y., Zhang, D.J., Dong, W.B., Luo, Z.L., Kang, C., Li, H.C., Wang, G. and Gong, J.B. 2019. Amorphous and humidity caking: A review. *Chin. J. Chem. Eng.*, 27 (6): 1429-1438.
- Christakis, N., Wang, J., Patel, M.K., Bradley, M.S.A., Leaper, M.C. and Cross, M. 2006. Aggregation and caking processes of granular materials: Continuum model and numerical simulation with application to sugar. *Adv. Powder Technol.*, 17 (5): 543-565.
- Cuq, B., et al. 2013a. Advances in food powder agglomeration engineering. In: Henry, J. (Ed.), *Advances in food and nutrition research*, Academic Press, pp. 41-103.
- Cuq, B., Mandato, S., Jeantet, R., Saleh, K. and Ruiz, T. 2013b. Agglomeration/granulation in food powder production. In: Bhandari, B., Bansal, N., Zhang, M. and Schuck, P. (Eds.), *Handbook of food powders*, Woodhead Publishing, pp. 150-177.
- Dent, M., Bursać Kovačević, D., Bosiljkov, T. and Dragović-Uzelac, V. 2017. Polyphenolic composition and antioxidant capacity of indigenous wild dalmatian sage (*salvia officinalis* L.). *Croat. Chem. Acta*, 90 (3): 451-459.

- Descamps, N., Palzer, S., Roos, Y.H. and Fitzpatrick, J.J. 2013. Glass transition and flowability/caking behaviour of maltodextrin de 21. *J. Food Eng.*, 119 (4): 809-813.
- Dhanalakshmi, K. and Bhattacharya, S. 2014. Agglomeration of turmeric powder and its effect on physico-chemical and microstructural characteristics. *J. Food Eng.*, 120: 124-134.
- Dhanalakshmi, K., Ghosal, S. and Bhattacharya, S. 2011. Agglomeration of food powder and applications. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.*, 51 (5): 432-441.
- Dincer, C., Topuz, A., Sahin-Nadeem, H., Ozdemir, K.S., Cam, I.B., Tontul, I., Gokturk, R.S. and Ay, S.T. 2012. A comparative study on phenolic composition, antioxidant activity and essential oil content of wild and cultivated sage (*salvia fruticosa* miller) as influenced by storage. *Ind. Crop. Prod.*, 39: 170-176.
- Dinçer, C. 2007. Bazı adaçayı (*salvia spp.*) ve dağ çayı (*sideritis spp.*) türlerinin kimyasal ve duyuşal özelliklerinin belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Akdeniz Üniversitesi, Antalya, 70 s.
- Dinçer, C., Tontul, İ., Çam, İ.B., Özdemir, K.S., Topuz, A., Şahin Nadeem, H., Tuğrul Ay, S. and Göktürk, R.S. 2013. Phenolic composition and antioxidant activity of *salvia tomentosa* miller: Effects of cultivation, harvesting year, and storage. *Turk J Agric For*, 37 (5): 561-567.
- Dopfer, D., Palzer, S., Heinrich, S., Fries, L., Antonyuk, S., Haider, C. and Salman, A.D. 2013. Adhesion mechanisms between water soluble particles. *Powder Technol.*, 238: 35-49.
- Dumoulin, E. 2008. From powders end use properties to process engineering. ss. 243-253, Springer New York, New York, NY.
- Ekren, S., Sönmez, Ç., Sancaktaroğlu, S. and Bayram, E. 2007. Farklı biçim yüksekliklerinin adaçayı (*salvia officinalis* l.) genotiplerinde agronomik ve teknolojik özelliklere etkisinin belirlenmesi. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 44 (1): 55-70.
- Elgamal, R., Song, C., Rayan, A.M., Liu, C., Al-Rejaie, S. and Elmasry, G. 2023. Thermal degradation of bioactive compounds during drying process of horticultural and agronomic products: A comprehensive overview. *Agronomy*, 13 (6): 1580.
- Enaru, B., Dreţcanu, G., Pop, T.D., Stănilă, A. and Diaconeasa, Z. 2021. Anthocyanins: Factors affecting their stability and degradation. *Antioxidants*, 10 (12): 1967.
- Enferad, S., Petit, J., Gaiani, C., Falk, V., Burgain, J., Kiesgen De Richter, S. and Jenny, M. 2020. Effect of particle size and formulation on powder rheology. *Part. Sci. Technol.*, 39 (3): 362-370.
- Esposto, S., Veneziani, G., Taticchi, A., Urbani, S., Selvaggini, R., Sordini, B., Daidone, L., Gironi, G. and Servili, M. 2021. Chemical composition, antioxidant activity, and sensory characterization of commercial pomegranate juices. *Antioxidants*, 10 (9): 1381.

- Faria, G.M.L. and Silva, E.K. 2024. Pulsed electric field, ultrasound and microwave heating based extraction techniques for valorization of pomegranate peel by-products: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 12 (4):
- Feeney, J. and Fitzpatrick, J.J. 2011. Visualization of the caking behavior between two powder particles. *Part. Sci. Technol.*, 29 (5): 397-406.
- Fernández-León, M.F., Fernández-León, A.M., Lozano, M., Ayuso, M.C., Amodio, M.L., Colelli, G. and González-Gómez, D. 2013. Retention of quality and functional values of broccoli ‘parthenon’ stored in modified atmosphere packaging. *Food Control*, 31 (2): 302-313.
- Ferrari, C.C., Germer, S.P.M. and De Aguirre, J.M. 2012. Effects of spray-drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder. *Drying Technol.*, 30 (2): 154-163.
- Ferrati, M., et al. 2024. Microwave-assisted hydrodiffusion and gravity extraction: An efficient method to produce pomegranate juice. *Food Chem.*, 448:
- Fitzpatrick, J. 2013. Powder properties in food production systems. In: Bhandari, B., Bansal, N., Zhang, M. and Schuck, P. (Eds.), *Handbook of food powders*, Woodhead Publishing, pp. 285-308.
- Fitzpatrick, J.J. 2005. Food powder flowability. In: Onwulata, C. (Ed.), *Encapsulated and powdered foods*, CRC Press, pp. 259-272.
- Fitzpatrick, J.J., Barringer, S.A. and Iqbal, T. 2004. Flow property measurement of food powders and sensitivity of jenike’s hopper design methodology to the measured values. *J. Food Eng.*, 61 (3): 399-405.
- Fitzpatrick, J.J., Hodnett, M., Twomey, M., Cerqueira, P.S.M., O’flynn, J. and Roos, Y.H. 2007. Glass transition and the flowability and caking of powders containing amorphous lactose. *Powder Technol.*, 178 (2): 119-128.
- Fongin, S., Alvino Granados, A.E., Harnkarnsujarit, N., Hagura, Y. and Kawai, K. 2019. Effects of maltodextrin and pulp on the water sorption, glass transition, and caking properties of freeze-dried mango powder. *J. Food Eng.*, 247: 95-103.
- Fontes, C.P.M.L., Silva, J.L.A., Sampaio-Neta, N.A., Da Costa, J.M.C. and Rodrigues, S. 2014. Dehydration of prebiotic fruit drinks by spray drying: Operating conditions and powder characterization. *Food Bioprocess Tech*, 7 (10): 2942-2950.
- Freeman, T., Brockbank, K. and Armstrong, B. 2015. Measurement and quantification of caking in powders. *New Paradigm of Particle Science and Technology, Proceedings of the 7th World Congress on Particle Technology*, 102: 35-44.
- Ganesan, V., Rosentrater, K.A. and Muthukurnarappan, K. 2008. Flowability and handling characteristics of bulk solids and powders - a review with implications for ddgs. *Biosys. Eng.*, 101 (4): 425-435.
- Generalić, I., Skroza, D., Šurjak, J., Možina, S.S., Ljubenkov, I., Katalinić, A., Šimat, V. and Katalinić, V. 2012. Seasonal variations of phenolic compounds and biological properties in sage (*salvia officinalis* l.). *Chem. Biodivers.*, 9 (2): 441-457.

- Ghalegi Ghalenoe, M., Dehnad, D. and Jafari, S.M. 2021. Physicochemical and nutritional properties of pomegranate juice powder produced by spray drying. *Drying Technol.*, 39 (12): 1941-1949.
- Gil, M.I., Tomas-Barberan, F.A., Hess-Pierce, B., Holcroft, D.M. and Kader, A.A. 2000. Antioxidant activity of pomegranate juice and its relationship with phenolic composition and processing. *J Agric Food Chem*, 48 (10): 4581-4589.
- Giri, N.A., Bhangale, A., Gaikwad, N.N., Manjunatha, N., Raigond, P. and Marathe, R.A. 2024. Comparative study on effect of pomegranate peel powder as natural preservative and chemical preservatives on quality and shelf life of muffins. *Scientific Reports*, 14 (1):
- Goula, A.M. and Adamopoulos, K.G. 2005. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. *J. Food Eng.*, 66 (1): 35-42.
- Goula, A.M. and Adamopoulos, K.G. 2010. A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, 11 (2): 342-351.
- Goula, A.M., Adamopoulos, K.G. and Kazakis, N.A. 2004. Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Drying Technol.*, 22 (5): 1129-1151.
- Hadree, J., Shahidi, F., Mohebbi, M. and Abbaspour, M. 2023. Evaluation of effects of spray drying conditions on physicochemical properties of pomegranate juice powder enriched with pomegranate peel phenolic compounds: Modeling and optimization by rsm. *Foods*, 12 (10): 2066.
- Haider, C.I., Hounslow, M.J., Salman, A.D., Althaus, T.O., Niederreiter, G. and Palzer, S. 2014. Influence of environmental conditions on caking mechanisms in individual amorphous food particle contacts. *Aiche Journal*, 60 (8): 2774-2787.
- Hamrouni-Sellami, I., Rahali, F.Z., Rebey, I.B., Bourgou, S., Limam, F. and Marzouk, B. 2013. Total phenolics, flavonoids, and antioxidant activity of sage (*salvia officinalis* L.) plants as affected by different drying methods. *Food Bioprocess Tech*, 6 (3): 806-817.
- Hao, T. 2015. Understanding empirical powder flowability criteria scaled by hausner ratio or carr index with the analogous viscosity concept. *RSC Advances*, 5 (70): 57212-57215.
- Hartmann, M. and Palzer, S. 2011. Caking of amorphous powders - material aspects, modelling and applications. *Powder Technol.*, 206 (1-2): 112-121.
- Horuz, E., Altan, A. and Maskan, M. 2012. Spray drying and process optimization of unclarified pomegranate (*punica granatum*) juice. *Drying Technol.*, 30 (7): 787-798.
- Huang, D., Ou, B. and Prior, R.L. 2005. The chemistry behind antioxidant capacity assays. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53 (6): 1841-1856.
- İncegöl, Y. and Çam, M. 2021. Recovery of water-soluble materials after distillation of sage (*salvia officinalis* L.) and the use of materials in the production of cake and ice cream. *J. Food Meas. Charact.*, 15 (3): 2688-2694.

- Jafari, S.M., Ghaleñoi, M.G. and Dehnad, D. 2017. Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technol.*, 311: 59-65.
- Jaya, S. and Das, H. 2004. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powder properties. *J. Food Eng.*, 63 (2): 125-134.
- Jinapong, N., Suphantharika, M. and Jamnong, P. 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *J. Food Eng.*, 84 (2): 194-205.
- Juarez-Enriquez, E., Olivas, G.I., Zamudio-Flores, P.B., Ortega-Rivas, E., Perez-Vega, S. and Sepulveda, D.R. 2017. Effect of water content on the flowability of hygroscopic powders. *J. Food Eng.*, 205: 12-17.
- Kaderides, K. and Goula, A.M. 2019. Encapsulation of pomegranate peel extract with a new carrier material from orange juice by-products. *J. Food Eng.*, 253: 1-13.
- Kha, T.C., Nguyen, M.H. and Roach, P.D. 2010. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *J. Food Eng.*, 98 (3): 385-392.
- Khalloufi, S., El-Maslouhi, Y. and Ratti, C. 2000. Mathematical model for prediction of glass transition temperature of fruit powders. *J. Food Sci.*, 65 (5): 842-848.
- Kiran, S., et al. 2024. Punicalagin, a pomegranate polyphenol sensitizes the activity of antibiotics against three mdr pathogens of the enterobacteriaceae. *BMC Complementary Medicine and Therapies*, 24 (1):
- Koc, B., Sakin-Yilmazer, M., Kaymak-Ertekin, F. and Balkir, P. 2014. Physical properties of yoghurt powder produced by spray drying. *J Food Sci Technol*, 51 (7): 1377-1383.
- Koc, B., Yilmazer, M.S., Balkir, P. and Ertekin, F.K. 2010. Spray drying of yogurt: Optimization of process conditions for improving viability and other quality attributes. *Drying Technol.*, 28 (4): 495-507.
- Koç, B., Koç, M. and Baysan, U. 2021. Food powders bulk properties. In: Ermiş, E. (Ed.), *Food powders properties and characterization*, Springer International Publishing, Cham, pp. 1-36.
- Koç, M., Koç, B., Güngör, Ö. and Ertekin, F.K. 2012. The effects of moisture on physical properties of spray-dried egg powder. *Drying Technol.*, 30 (6): 567-573.
- Kuck, L.S. and Noreña, C.P.Z. 2016. Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. *Food Chem.*, 194: 569-576.
- Kudo, Y., Yasuda, M. and Matsusaka, S. 2020. Effect of particle size distribution on flowability of granulated lactose. *Adv. Powder Technol.*, 31 (1): 121-127.
- Laroche, C., Fine, F. and Gervais, P. 2005. Water activity affects heat resistance of microorganisms in food powders. *Int. J. Food Microbiol.*, 97 (3): 307-315.

- Lee, D. and Yoo, B. 2022. Changes in structural and rheological properties of guar gum particles in fluidized-bed agglomeration: Effect of sucrose binder concentration. *Foods*, 11 (1):
- Lee, H. and Yoo, B. 2023. Particle agglomeration and properties of pregelatinized potato starch powder. *Gels*, 9 (2): 93.
- Li, Q., Zhang, F., Wang, Z., Feng, Y. and Han, Y. 2023. Advances in the preparation, stability, metabolism, and physiological roles of anthocyanins: A review. *Foods*, 12 (21): 3969.
- Lipasek, R.A., Ortiz, J.C., Taylor, L.S. and Mauer, L.J. 2012. Effects of anticaking agents and storage conditions on the moisture sorption, caking, and flowability of deliquescent ingredients. *Food Res. Int.*, 45 (1): 369-380.
- Lipasek, R.A., Taylor, L.S. and Mauer, L.J. 2011. Effects of anticaking agents and relative humidity on the physical and chemical stability of powdered vitamin c. *J. Food Sci.*, 76 (7): C1062-1074.
- López, J., Uribe, E., Vega-Gálvez, A., Miranda, M., Vergara, J., Gonzalez, E. and Di Scala, K. 2010. Effect of air temperature on drying kinetics, vitamin c, antioxidant activity, total phenolic content, non-enzymatic browning and firmness of blueberries variety o'neil. *Food Bioprocess Tech*, 3 (5): 772-777.
- Machado, V.G., Hirata, T.a.M. and Menegalli, F.C. 2014. Agglomeration of soy protein isolate in a pulsed fluidized bed: Experimental study and process optimization. *Powder Technol.*, 254: 248-255.
- Mathlouthi, M. 2001. Water content, water activity, water structure and the stability of foodstuffs. *Food Control*, 12 (7): 409-417.
- Mattioli, R., Francioso, A., Mosca, L. and Silva, P. 2020. Anthocyanins: A comprehensive review of their chemical properties and health effects on cardiovascular and neurodegenerative diseases. *Molecules*, 25 (17): 3809.
- Mehos, G. 2021. Agglomeration advisor: Using agglomeration to prevent agglomeration. <https://www.powderbulk.com/article/using-agglomeration-to-prevent-agglomeration/> [Son erişim tarihi: 17.08.2021]
- Miravet, G., Alacid, M., Obón, J.M. and Fernández-López, J.A. 2016. Spray-drying of pomegranate juice with prebiotic dietary fibre. *Int. J. Food Sci. Tech.*, 51 (3): 633-640.
- Moradnia, M., Mohammadkhani, N., Azizi, B., Mohammadi, M., Ebrahimpour, S., Tabatabaei-Malazy, O., Mirsadeghi, S. and Ale-Ebrahim, M. 2024. The power of punica granatum: A natural remedy for oxidative stress and inflammation; a narrative review. *J. Ethnopharmacol.*, 330:
- Mousavinejad, G., Emam-Djomeh, Z., Rezaei, K. and Khodaparast, M.H.H. 2009. Identification and quantification of phenolic compounds and their effects on antioxidant activity in pomegranate juices of eight iranian cultivars. *Food Chem.*, 115 (4): 1274-1278.
- Moussa, H., Dahmoune, F., Mahdjoub, M.M., Kadri, N. and Remini, H. 2022. Definitive screening design and i-optimal design for optimization of ultrasound-

- assisted extraction of phenolic content and antioxidant capacity from *salvia officinalis* L. Leaves. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 29:
- Muzaffar, K., Nayik, G. and Kumar, P. 2015. Nutrition & food sciences stickiness problem associated with spray drying of sugar and acid rich foods. *Nutr Food Sci. S*, 12: 11-13.
- Naziruddin, M.A., Kian, L.K., Jawaidd, M., Aziman, N., Yusof, N.L., Abdul-Mutalib, N.A., Sanny, M., Fouad, H. and Tverezovskaya, O.A. 2022. Development of encapsulated sage extract powder: Inter-comparison with commercially available powder for physical properties and metabolites composition. *J. Supercrit. Fluids*, 184:
- Naziruddin, M.A., Kian, L.K., Jawaidd, M., Fouad, H., Sanny, M. and Braganca, R.M. 2023. Sage biomass powders by supercritical fluid extraction and hydro-distillation techniques: A comparative study of biological and chemical properties. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 13 (14): 13091-13101.
- Nurhadi, B., Maidannyk, V.A., Djali, M., Herlina Dwiyantri, E., Putrinda Editha, N. and Febrian, M. 2022. Physical and functional properties of agglomerated coconut sugar powder and honey powder using polyvinylpyrrolidone as a binder. *Int. J. Food Prop.*, 25 (1): 93-104.
- Nyangena, I.O., Owino, W.O., Imathiu, S. and Ambuko, J. 2019. Effect of pretreatments prior to drying on antioxidant properties of dried mango slices. *Scientific African*, 6: e00148.
- Opaliński, I., Chutkowski, M. and Stasiak, M. 2012. Characterizing moist food-powder flowability using a jenike shear-tester. *J. Food Eng.*, 108 (1): 51-58.
- Ostrowska-Ligeża, E., Wirkowska-Wojdyła, M., Brzezińska, R., Piasecka, I. and Górka, A. 2024. The influences of agglomeration and storage on the thermal properties and stability of fats in infant formulas. *Applied Sciences*, 14 (5): 2103.
- Ou, B., Hampsch-Woodill, M. and Prior, R.L. 2001. Development and validation of an improved oxygen radical absorbance capacity assay using fluorescein as the fluorescent probe. *J Agric Food Chem*, 49 (10): 4619-4626.
- Palzer, S. 2005. The effect of glass transition on the desired and undesired agglomeration of amorphous food powders. *Chem. Eng. Sci.*, 60 (14): 3959-3968.
- Palzer, S. 2007. Agglomeration of dehydrated consumer foods. In: Salman, A.D., Hounslow, M.J. and Seville, J.P.K. (Eds.), *Granulation*, Elsevier Science B.V., pp. 591-671.
- Palzer, S. 2009. Influence of material properties on the agglomeration of water-soluble amorphous particles. *Powder Technol.*, 189 (2): 318-326.
- Palzer, S. 2011. Agglomeration of pharmaceutical, detergent, chemical and food powders - similarities and differences of materials and processes. *Powder Technol.*, 206 (1-2): 2-17.
- Palzer, S. and Sommer, K. 2011. Caking of water-soluble amorphous and crystalline food powders. *Food Engineering Interfaces*, ss. 491-514, 2011, Springer New York, New York, NY.

- Parniakov, O., Bals, O., Barba, F.J., Mykhailik, V., Lebovka, N. and Vorobiev, E. 2018. Application of differential scanning calorimetry to estimate quality and nutritional properties of food products. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.*, 58 (3): 362-385.
- Pathare, P.B. and Byrne, E.P. 2011. Application of wet granulation processes for granola breakfast cereal production. *Food Eng. Rev.*, 3 (3-4): 189-201.
- Patil, N., Yadav, P. and Gogate, P.R. 2024. Ultrasound assisted intensified enzymatic extraction of total phenolic compounds from pomegranate peels. *Sep. Purif. Technol.*, 350:
- Pavlic, B., Teslic, N., Vidakovic, A., Vidovic, S., Velicanski, A., Versari, A., Radosavljevic, R. and Zekovic, Z. 2017. Sage processing from by-product to high quality powder: I. Bioactive potential. *Ind. Crop. Prod.*, 107: 81-89.
- Peleg, M. 1977. Flowability of food powders and methods for its evaluation ? A review. *J. Food Process Eng.*, 1 (4): 303-328.
- Peleg, M. 2020. Humidity caking and its prevention. In: Barbosa-Cánovas, G.V., Jr., A.J.F., Schmidt, S.J. and Labuza, T.P. (Eds.), *Water activity in foods*, John Wiley & Sons, pp. 453-464.
- Phing, P.L., Abdullah, A., Sin, C.L. and Foong, S.C.Y. 2022. The effect of drying methods on the physicochemical and antioxidant properties of bintangor orange (*citrus nobilis*) powders. *Acta Sci. Pol. Technol. Aliment*, 21 (1): 111-122.
- Prior, R.L., Wu, X. and Schaich, K. 2005. Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *J Agric Food Chem*, 53 (10): 4290-4302.
- Proestos, C., Sereli, D. and Komaitis, M. 2006. Determination of phenolic compounds in aromatic plants by rp-hplc and gc-ms. *Food Chem.*, 95 (1): 44-52.
- Pui, L.P., Saleena, L.a.K. and Ghazali, H.M. 2024. Storage stability and anti-caking agents in spray-dried fruit powders: A review. *Foods and Raw Materials*, 12 (2): 229-239.
- Ratti, C. 2013. Freeze drying for food powder production. In: Bhandari, B., Bansal, N., Zhang, M. and Schuck, P. (Eds.), *Handbook of food powders*, Woodhead Publishing, pp. 57-84.
- Rayo, L.M., Carvalho, L.C.E., Sarda, F.a.H., Dacanal, G.C., Menezes, E.W. and Tadini, C.C. 2015. Production of instant green banana flour (*musa cavendishii*, var. Nanicao) by a pulsed-fluidized bed agglomeration. *LWT-Food Sci. Technol.*, 63 (1): 461-469.
- Ribeiro, L.C., Costa, J.M.D. and Afonso, M.R. 2016. Hygroscopic behavior of lyophilized acerola pulp powder. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 20 (3): 269-274.
- Ripke Ferreira, C.S., Figueiredo Saqueti, B.H., Silva Dos Santos, P.D., Martins Da Silva, J., Matiucci, M.A., Feihrmann, A.C., Graton Mikcha, J.M. and Santos, O.O. 2022. Effect of salvia (*salvia officinalis*) on the oxidative stability of salmon hamburgers. *LWT*, 154:

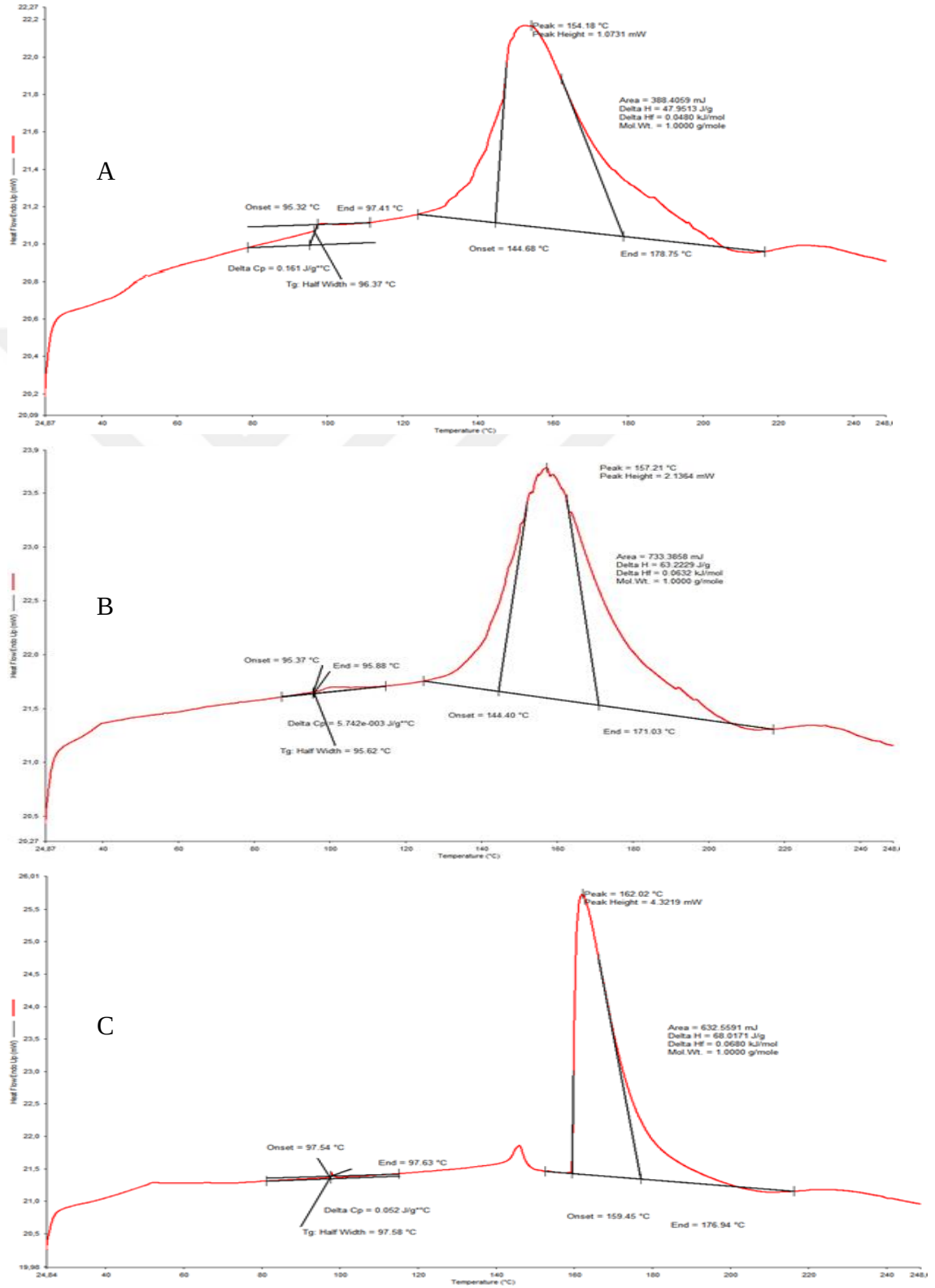
- Rodríguez-Hernández, G., González-García, R., Grajales-Lagunes, A., Ruiz-Cabrera*, M. and Abud-Archila, M. 2005. Spray-drying of cactus pear juice (*Opuntia streptacantha*): Effect on the physicochemical properties of powder and reconstituted product. *Drying Technol.*, 23 (4): 955-973.
- Roos, Y.H. 2010. Glass transition temperature and its relevance in food processing. *Annu Rev Food Sci Technol*, 1: 469-496.
- Roos, Y.H. 2020. Water activity and glass transition. In: Barbosa-Cánovas, G.V., Jr., A.J.F., Schmidt, S.J. and Labuza, T.P. (Eds.), *Water activity in foods*, John Wiley & Sons, pp. 27-43.
- Roos, Y.H. and Drusch, S. 2016. Food components and polymers. In: Roos, Y.H. and Drusch, S. (Eds.), *Phase transitions in foods*, Academic Press, San Diego, pp. 115-172.
- Roustapour, O.R., Azad, N.M. and Sarshar, M. 2012. Determination of pomegranate juice powder properties produced by a pilot plant spray dryer with a two-fluid nozzle. *Drying Technol.*, 30 (16): 1906-1917.
- Ruan, R., Choi, Y.J. and Chung, M.S. 2007. Caking in food powders. *Food Sci. Biotechnol.*, 16 (3): 329-336.
- Salameh, A.K. and Taylor, L.S. 2006. Deliquescence-induced caking in binary powder blends. *Pharm. Dev. Technol.*, 11 (4): 453-464.
- Samborska, K., Sarabandi, K., Tonon, R., Topuz, A., Eroglu, E., Kaymak-Ertekin, F., Malekjani, N. and Jafari, S.M. 2023. Recent progress in the stickiness reduction of sugar-rich foods during spray drying. *Drying Technol.*, 10.1080/07373937.2023.2229916: 1-20.
- Samborska, K., Sokołowska, P. and Szulc, K. 2017. Diafiltration and agglomeration as methods to improve the properties of honey powder obtained by spray drying. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, 39: 33-41.
- Savlak, N., Türker, B. and Yeşilkanat, N. 2016. Effects of particle size distribution on some physical, chemical and functional properties of unripe banana flour. *Food Chem.*, 213: 180-186.
- Scholl, S.K. and Schmidt, S.J. 2014. Determining the physical stability and water-solid interactions responsible for caking during storage of glucose monohydrate. *J. Food Meas. Charact.*, 8 (4): 316-325.
- Seo, C.W. 2022. Improved flowability and wettability of whey protein-fortified skim milk powder via fluidized bed agglomeration. *Food Science of Animal Resources*, 42 (6): 915-927.
- Sepúlveda, L., Ascacio, A., Rodríguez-Herrera, R., Aguilera-Carbó, A. and Aguilar, C.N. 2011. Ellagic acid: Biological properties and biotechnological development for production processes. *African journal of biotechnology*, 10 (22): 4518-4523.
- Stoklosa, A.M., Lipasek, R.A., Taylor, L.S. and Mauer, L.J. 2012. Effects of storage conditions, formulation, and particle size on moisture sorption and flowability of powders: A study of deliquescent ingredient blends. *Food Res. Int.*, 49 (2): 783-791.

- Suhag, R., Kellil, A. and Razem, M. 2024. Factors influencing food powder flowability. *Powders*, 3 (1): 65-76.
- Szulc, K. and Lenart, A. 2012. Water vapour adsorption properties of agglomerated baby food powders. *J. Food Eng.*, 109 (1): 135-141.
- Şahin-Nadeem, H., Dinçer, C., Torun, M., Topuz, A. and Özdemir, F. 2013. Influence of inlet air temperature and carrier material on the production of instant soluble sage (*salvia fruticosa miller*) by spray drying. *LWT-Food Sci. Technol.*, 52 (1): 31-38.
- Teunou, E., Fitzpatrick, J.J. and Synnott, E.C. 1999. Characterisation of food powder flowability. *J. Food Eng.*, 39 (1): 31-37.
- Tian, F., Lu, J., Qiao, C., Wang, C., Pang, T., Guo, L., Li, J., Pang, R. and Xie, H. 2024. Effects of storage and processing on the residual distribution and behavior of five preservatives and their metabolites in pomegranate. *Food Chem.*, 455:
- Tontul, I. 2017. Kırınım pencere (refractance window) ve mikrodalga destekli sıcak hava kurutma teknikleri ile fonksiyonel bileşenlerce zengin nar pestili üretimi. Doktora Tezi, Akdeniz Üniversitesi, Antalya, 139 s.
- Tontul, I., Eroglu, E. and Topuz, A. 2018. Convective and refractance window drying of cornelian cherry pulp: Effect on physicochemical properties. *J. Food Process Eng.*, 41 (8):
- Tontul, I. and Topuz, A. 2017. Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends Food Sci. Technol.*, 63: 91-102.
- Topuz, A., Feng, H. and Kushad, M. 2009. The effect of drying method and storage on color characteristics of paprika. *LWT - Food Science and Technology*, 42 (10): 1667-1673.
- TÜİK 2021. Türkiye İstatistik kurumu. [Son erişim tarihi: 25.06.2021]
- Vardin, H. and Yasar, M. 2012. Optimisation of pomegranate (*punica granatum l.*) juice spray-drying as affected by temperature and maltodextrin content. *Int. J. Food Sci. Technol.*, 47 (1): 167-176.
- Verma, R.S., Padalia, R.C. and Chauhan, A. 2015. Harvesting season and plant part dependent variations in the essential oil composition of *salvia officinalis l.* Grown in northern india. *J. Herb. Med.*, 5 (3): 165-171.
- Walker, J.B., Sytsma, K.J., Treutlein, J. and Wink, M. 2004. *Salvia* (lamiaceae) is not monophyletic: Implications for the systematics, radiation, and ecological specializations of *salvia* and tribe mentheae. *Am. J. Bot.*, 91 (7): 1115-1125.
- Yang, B., Kealey, K., Chen, J. and Solval, K.M. 2022. Developing microencapsulated powders containing polyphenols and pectin extracted from georgia-grown pomegranate peels. *LWT*, 154:
- Yapıcı, E., Karakuzu-İkizler, B. and Yücel, S. 2021. Anticaking additives for food powders. In: Ermiş, E. (Ed.), *Food powders properties and characterization*, Springer International Publishing, Cham, pp. 109-123.

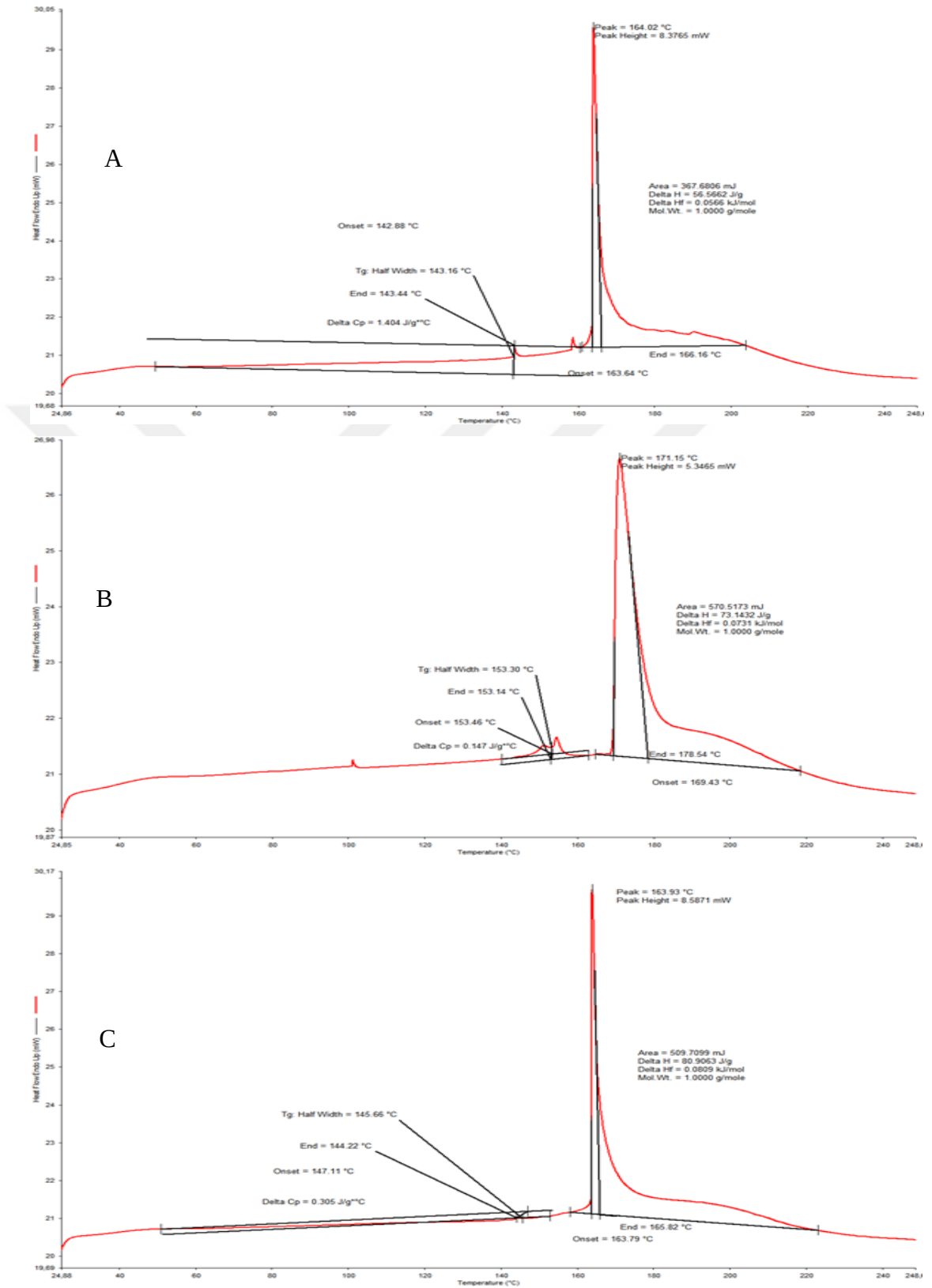
- Yekdane, N. and Goli, S.a.H. 2019. Effect of pomegranate juice on characteristics and oxidative stability of microencapsulated pomegranate seed oil using spray drying. *Food Bioprocess Tech*, 12 (9): 1614-1625.
- Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z. and Mousavi, S.M. 2011. Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*punica granatum l.*). *J Food Sci Technol*, 48 (6): 677-684.
- Yuksel, H. and Dirim, S.N. 2020. Application of the agglomeration process on spinach juice powders obtained using spray drying method. *Drying Technol.*, 39 (1): 19-34.
- Yüksel Sarioğlu, H. and Dirim, S.N. 2023. The effect of the fluidized bed agglomeration process on the powder properties of black carrot juice powders. *J. Food Process Eng.*, 46 (12):
- Zafar, U., Vivacqua, V., Calvert, G., Ghadiri, M. and Cleaver, J.a.S. 2017. A review of bulk powder caking. *Powder Technol.*, 313: 389-401.

7. EKLER

EK-1 Ada çayı ekstraktı tozlarına ait DSC grafikleri (A: Kontrol, B: KÖAK, C: Aglomere)



EK-2 Nar suyu tozlarına ait DSC grafikleri (A: Kontrol, B: KÖAK, C: Aglomere)



ÖZGEÇMİŞ

Emrah EROĞLU

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Doktora	Akdeniz Üniversitesi
2015 – 2024	Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Antalya
Yüksek Lisans	Akdeniz Üniversitesi
2012-2015	Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Antalya
Lisans	Akdeniz Üniversitesi
2007-2012	Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya

MESLEKİ VE İDARİ GÖREVLER

Öğretim Görevlisi	Akdeniz Üniversitesi
2019-Devam Ediyor	Gıda Güvenliği ve Tarımsal Araştırmalar Merkezi, Antalya

ESERLER

A. Uluslararası hakemli dergilerde yayımlanan makaleler:

- A1.** Samborska, K., Sarabandi, K., Tonon, R., Topuz, A., Eroğlu, E., Kaymak-Ertekin, F., Malekjani, N., Jafari, S. M. (2023). Recent progress in the stickiness reduction

- of sugar-rich foods during spray drying. *Drying Technology*, 1-20. Doi: 10.1080/07373937.2023.2229916
- A2. Mert, F., Hoda, N., Topuz, A., Budama Akpolat, L., Eroğlu, E. (2022) Adsorption of dimethyl disulfide onto activated carbon cloth. *Turkish Journal of Chemistry*, 46(3), 859-868
- A3. Tontul, İ., Ergin, F., Eroğlu, E., Küçükçetin, A., Topuz, A. (2021) The impact of refractance window drying conditions on the physical and microbiological properties of kefir powder. *Food Bioscience*, 101317, Doi: 10.1016/j.fbio.2021.101317.
- A4. Tontul, İ., Eroğlu, E., Topuz, A. (2018) Convective and refractance window drying of cornelian cherry pulp: Effect on physicochemical properties. *Journal of Food Process Engineering*, e12917, Doi: 10.1111/jfpe.12917
- A5. Tontul, İ., Ergin, F., Eroğlu, E., Küçükçetin, A., Topuz, A. (2018) Physical and microbiological properties of yoghurt powder produced by refractance window drying. *International Dairy Journal*, 85, 169-176. Doi: 10.1016/j.idairyj.2018.06.002
- A6. Cam, İ. B., Başüenal Gülmez, H., Eroğlu, E., Topuz, A. (2018) Strawberry drying: Development of a closed-cycle modified atmosphere drying system for food products and the performance evaluation of a case study. *Drying Technology*, 36(12), 1460-1473. DOI: 10.1080/07373937.2017.1409233
- A7. Eroğlu, E., Tontul, İ., Topuz, A. (2018) Optimization of aqueous extraction and spray drying conditions for efficient processing of hibiscus blended rosehip tea powder. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(6), e13643. Doi: 10.1111/jfpp.13643
- A8. Eroğlu E., Torun M., Dinçer C., Topuz A. (2014) Influence of pullulan-based edible coating on some quality properties of strawberry during cold storage. *Packaging Technology and Science*, 27(10), 831-838. Doi: 10.1002/pts.2077

B. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında (proceedings) basılan bildiriler:

- B1. Vural, E., Eroğlu, E., Topuz, A. (2018). Extraction optimization of sunflower head pectin and determination some gel properties of the pectin. 12th International Conference of Food Physicists ss. 89-97, Antalya, Turkey
- B2. Çam İ.B., Başüenal Gülmez H., Eroğlu E., Topuz A. (2018). Effect of closed cycle modified atmosphere drying on characteristic of kiwi fruit during storage. 21st International Drying Symposium, 333-333. Valencia, Spain.
- B3. Çam İ.B., Eroğlu E., Başüenal Gülmez H., Topuz A. (2018). Modelling drying kinetics of closed cycle modified atmosphere drying of banana fruit. 21st International Drying Symposium, 59-59. Valencia, Spain.
- B4. Çam İ.B., Eroğlu E., Başüenal Gülmez H., Topuz A., Ertekin C. (2017). Modelling kinetic parameters of optimised solar assisted modified atmosphere drying of strawberry for product quality and energy efficiency. VIth European Drying Conference, pp. 109-109, Liege, Belgium.
- B5. Tontul İ., Eroğlu E., Topuz A. (2017). Effect of drying temperature and air velocity on bioactive compounds of dried cornelian cherry puree. 1st International Congress on Medicinal and Aromatic Plants, pp. 1197-1198, Konya, Turkey.

- B6.** Eroğlu E., Tontul İ., Topuz A. (2016). Study on recoalescence in O-W emulsions prepared with two different techniques. XIIth International Conference of Food Physicists, pp. 23-23, Debrecen, Hungary.
- B7.** Çam İ.B., Başunal H., Eroğlu E., Topuz A. (2015). Alternative approaches in strawberry drying with optimised modified atmosphere drying for product quality. Euro Food Chem XVIII, Madrid, Spain.
- B8.** Eroğlu E., Tontul İ., Topuz A. (2015). Production of instant rosehip tea and evaluation of its key components during storage. Euro Food Chem XVIII, Madrid, Spain.

C. Yazılan ulusal/uluslararası kitaplar veya kitaplardaki bölümler:

C1. Yazılan ulusal/uluslararası kitaplar:

C2. Yazılan ulusal/uluslararası kitaplardaki bölümler:

- C2.1.** Başunal Gülmez, H., Eroğlu, E., Topuz, A. (2021). “Spray drying encapsulation of minerals”. Spray Drying Encapsulation of Bioactive Materials. Jafari, S.M., Rashidinejad, A. (Eds.). CRC Press. ISBN: 9780429355462
- C2.2.** Tontul İ., Eroğlu E., Topuz A. (2017). “Nano-encapsulation of fish oil and essential fatty acids”. Nanoencapsulation of Food Bioactive Ingredients: Principles and Applications. Jafari, SM. Academic Press, ISBN:9780128097403

D. Ulusal hakemli dergilerde yayımlanan makaleler:

- D1.** Tontul, İ., Eroğlu, E., Topuz, A. (2019) Kırınım Pencereli Kurutma ve Sıcak Hava Akımında Kurutma İşlem Şartlarının Kuşburnu Tozlarının Fizikokimyasal Özellikleri Üzerine Etkisi. Gıda, 44(1), 1-9. Doi: 10.15237/gıda.GD18092

E. Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında basılan bildiriler:

- E1.** Eroğlu E., Özer E., Can İ., Topuz A. (2016). Hibiskus (*Hibiscus sabdariffa* L.) ekstraktı antosiyaninlerinin farklı sıcaklıklardaki degradasyon kinetiklerinin incelenmesi. Türkiye 12. Gıda Kongresi, ss. 328-328.
- E2.** Eroğlu E., Çalışkan M.B., Topuz A. (2016). Lokum üretiminde süttozu kullanılabilirliğinin araştırılması. Türkiye 12. Gıda Kongresi, ss. 330-330.
- E3.** Eroğlu E., Tontul İ., Topuz A. (2015). Çözünür kuşburnu çayı üretiminde püskürterek kurutma koşullarının belirlenmesi. Pamukkale Gıda Sempozyumu III, ss. 29-30.

Diğer yayımlar:

- 1.** Azarabadi N., Eroğlu E., Torun M. (2014). Kış aylarının vazgeçilmez içeceği: kuşburnu çayı. Drink Tech. ss. 54-58.