



**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ADANA ALPARSLAN TÜRKER BİLİM VE TEKNOLOJİ
ÜNİVERSİTESİ**

**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**TOZ SORBİTOLÜN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
ŞEKERSİZ SAKIZ KALİTESİ ÜZERİNE ETKİLERİ**

**SUAT SÖBÜÇOVALI
DOKTORA TEZİ**



**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ADANA ALPARSLAN TÜRKER BİLİM VE TEKNOLOJİ
ÜNİVERSİTESİ**

**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**TOZ SORBİTOLÜN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
ŞEKERSİZ SAKIZ KALİTESİ ÜZERİNE ETKİLERİ**

**SUAT SÖBÜÇOVALI
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
PROF.DR. OSMAN KOLA**

ADANA, 2025

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak, bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yol ve yardıma başvurmaksızın hazırladığım bu tez çalışmasında;

Bu tezin özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin akademik kurallara ve etik davranışa uygun olarak elde edilerek sunulduğunu beyan ederim. Ayrıca, tez kapsamında bu kuralların ve davranışların gerektirdiği şekilde bu çalışmaya özgün olmayan tüm veri ve bilgiler için bilimsel etik ve gelenek çerçevesinde kaynak gösterdiğimi; bu kaynakları da kaynakçada belirttiğimi beyan ederim. Çalışmam ile ilgili yaptığım beyana aykırı bir durum saptanması halinde tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

30/05/2025

[İmza]

Suat SÖBÜÇOVALI

ÖZET

TOZ SORBITOLÜN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN ŞEKERSİZ SAKIZ KALİTESİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Suat SÖBÜÇOVALI

Doktora, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Osman KOLA

Mayıs 2025, 164 sayfa

Bu doktora çalışmasında, şeker yerine kullanılan sorbitolün fiziksel özelliklerinin şekersiz sakız kalitesi üzerindeki etkileri kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Çalışmanın temel amacı, toz sorbitolün partikül boyutu dağılımı (D10 ve D50) ile yığın yoğunluğu gibi fiziksel parametrelerinin sakızın tekstürel özellikleri, duyuşal nitelikleri ve raf ömrü performansı üzerindeki rolünü bilimsel olarak ortaya koymaktır. Yürütülen bu deneysel çalışmalarda, farklı kristalizasyon koşullarında üretilmiş sorbitol örnekleri kullanılarak, yüksek gama formuna (%95–100) sahip toz sorbitoller elde edilmiştir. Bu örnekler XRD, DSC, SEM ve partikül boyutu analizleriyle karakterize edilmiş; ardından şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılarak tekstür, nem, duyuşal özellikler ve depolama stabilitesi açısından değerlendirilmiştir.

Deneysel tasarım yanıt yüzey metodolojisi (RSM) yaklaşımıyla oluşturulmuş; D10 (30–120 μm), D50 (150–250 μm) ve yığın yoğunluğu (0.45–0.55 g/cm^3) seviyeleri arasında deneysel kombinasyonlarla 20 farklı sakız örneği üretilmiştir. Analizler sonucunda, D10'un yaklaşık 75–90 μm , D50'nin 200–225 μm ve yığın yoğunluğunun 0.50–0.55 g/cm^3 aralığında olduğu örneklerin hem mekanik hem de duyuşal olarak daha üstün performans gösterdiği belirlenmiştir. Sertlik testleri, hedef aralık olan 10-12 N değerinde optimize edilmiş; panelistler tarafından yapılan duyuşal analizlerde bu örnekler tat yoğunluğu, çiğnenebilirlik ve yapışmazlık açısından yüksek puan almıştır.

Özellikle RSM'ye göre optimize edilen D97 numaralı şekersiz şerit sakız örneği (D10 $\approx$ 90 μm , D50 $\approx$ 225 μm , yığın yoğunluğu $\approx$ 0.55 g/cm^3 , sertlik değeri 15.8 N ve nem içeriği

%3.9 olan) fiziksel ve duyuşal aıdan en yksek performansa sahip formlasyon olarak belirlenmiřtir.D97, yksek gama kristalinite, uygun partikl boyutu daėılımı ve homojen yapı zellikleriyle, raf mr sresince tekstrel stabilitesini ve nem kontroln bařarıyla korumuřtur.

Sonuç olarak, bu tez alıřması, sorbitoln yalnızca kimyasal deėil, fiziksel zelliklerinin de řekersiz sakız kalitesi zerindeki belirleyici roln ortaya koyarak, endstriyel formlasyon geliřtirme srelerinde partikl mhendisliėinin nemini vurgulamaktadır. Elde edilen bulgular, hem akademik arařtırmalara hem de ticari retim uygulamalarına rehberlik edebilecek nitelikte zgn ve uygulanabilir sonuçlar sunmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Sorbitol, Sakız, Tekstr, Partikl, Yoėunluk

ABSTRACT

THE EFFECTS OF PHYSICAL PROPERTIES OF POWDERED SORBITOL ON THE QUALITY OF SUGAR-FREE GUM

Suat SÖBÜÇOVALI

PhD, Department of Food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Osman KOLA

May 2025, 164 pages

In this doctoral study, the effects of the physical properties of sorbitol, used as a sugar substitute, on the quality of sugar-free chewing gum were comprehensively investigated. The primary objective of the research was to scientifically elucidate the role of key physical parameters of powdered sorbitol -such as particle size distribution (D10 and D50) and bulk density- on the textural attributes, sensory characteristics, and shelf-life performance of the final product. In the experimental work, sorbitol powders with high gamma crystal content (95–100%) were produced under different crystallization conditions. These samples were characterized using X-ray diffraction (XRD), differential scanning calorimetry (DSC), scanning electron microscopy (SEM), and particle size distribution (PSD) analysis, followed by their application in the production of sugar-free stick gum, where they were evaluated in terms of texture, moisture, sensory properties, and storage stability.

The experimental design was developed using the response surface methodology (RSM), where 20 different gum formulations were created by varying D10 (30–120 μm), D50 (150–250 μm), and bulk density (0.45–0.55 g/cm^3). The results indicated that formulations with D10 values of approximately 75–90 μm , D50 values of 200–225 μm , and bulk density within 0.50–0.55 g/cm^3 demonstrated superior mechanical and sensory performance. Hardness tests showed that these formulations fell within the target range of 10–12 N, and sensory panel evaluations confirmed high ratings in terms of sweetness intensity, chewability, and non-stickiness.

Among the samples, the D97 sugar-free stick chewing gum -optimized via RSM and characterized by $D_{10} \approx 90 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 225 \mu\text{m}$, bulk density $\approx 0.55 \text{ g/cm}^3$, hardness value of 15.8 N, and moisture content of 3.9%- was identified as the highest-performing formulation in terms of both physical and sensory properties. Owing to its high gamma crystallinity, optimized particle size distribution, and homogeneous structure, D97 maintained its textural stability and moisture control effectively throughout the storage period.

In conclusion, this study demonstrates that the physical properties of sorbitol, beyond its chemical composition, play a critical role in determining the quality of sugar-free chewing gum. The findings highlight the importance of particle engineering in industrial formulation development and offer original, practical insights that can guide both academic research and commercial production practices.

Keywords: Sorbitol, Chewing gum, Texture, Particle, Density

İthaf

Kıymetli Eşime;

Bu tez çalışmasını, yaşam boyu süren fedakârlıkları, özverili çabaları ve karşılıksız sevgisiyle hem bana hem de çocuklarımıza her daim öncelik veren, zor zamanlarda moral kaynağım, huzur ve mutluluk kaynağımız olan sevgili eşim Fatmanur'a ithaf ediyorum. Onun bitmek bilmeyen desteği, hoşgörüsü ve sabrı olmasaydı, bu uzun ve emek gerektiren yolculuğu tamamlamak mümkün olamazdı. Varlığıyla çalışma masamın en büyük ilham kaynağı olan sevgili eşim, hayatımızı güzelleştiren tüm kararlarında önce ailemizi düşündü; bu tez, onun umut dolu yüreğine ve eşsiz dayanışmasına bir minnet göstergesidir.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmamın her aşamasında bilgi, deneyim ve hoşgörüsünü büyük bir cömertlikle paylaşan; yüksek enerjisi, moral desteği, cesaretlendirici yaklaşımı ve kıymetli önerileriyle yolumu aydınlatan değerli danışmanım Prof. Dr. Osman KOLA'ya en içten şükranlarımı sunarım. Kendisi, araştırma sürecinden tezin nihai hâline gelmesine kadar geçen tüm süreçte rehberliğini esirgememiş; bu çalışmanın başarısında belirleyici bir rol oynamıştır. Kendisine saygı ve minnetle teşekkür ederim.

Bu çalışmaya verdikleri değerli desteklerden dolayı Sunar Mısır Entegre Tesisleri San. ve Tic. A.Ş. yönetim kuruluna; doktora yapma fırsatı sundukları, akademik çalışmalarını teşvik ettikleri, Ar-Ge altyapısını kullanmama imkân tanıdıkları ve şirket bilgi-birikimlerini paylaşma hususunda gösterdikleri anlayış için Sayın Hüseyin Nuri ÇOMU ve Sayın Mustafa ÇOMU'ya en içten teşekkürlerimi sunar, kendilerine minnettar olduğumu belirtmek isterim. Ayrıca, Sunar Ar-Ge ekibinin tüm üyelerine özverili destekleri için tek tek teşekkür ederim. Deneme ve test süreçlerindeki katkılarından dolayı Sayın Ali Kemal AKGÜN'e; tez yazımı sürecinde sağladıkları değerli destek için Sayın Nur Beliz Aşkın DÖĞER ve Sayın Büşra GÖRGEN'e; tez kurgusu, yönlendirme ve fikir katkılarıyla sürece ışık tutan Sayın Gökhan AYGÜN'e ve analitik değerlendirmeleriyle çalışmaya katkı sağlayan sayın Kemal BOLAT'a içten teşekkür ederim.

Doktora sürecinde birlikte yol aldığım arkadaşlarımdan Araş. Gör. Erva PARILDI'ya ve özellikle her aşamada desteğini hissettiren Sayın Neslihan ÖZKUL'a gönülden teşekkür ederim. Ders kayıt süreci ve ders aşamasındaki katkıları da ayrıca takdire şayandır.

Tez çalışmam süresince bilgi ve tecrübeleriyle katkıda bulunan tüm öğretim üyelerine ve birlikte çalışma fırsatı bulduğum tüm akademisyenlere teşekkür ederim. Başta Prof. Dr. Sertaç ÖZER, Doç. Dr. Murat Reis AKKAYA, Doç. Dr. Hamza BOZKIR ve Doç. Dr. Erdal KUŞVURAN olmak üzere katkı sunan tüm hocalarıma ayrıca şükranlarımı sunarım.

Sakız konusundaki bilgi ve tecrübelerini bizlerle paylaşan, süreç boyunca desteklerini esirgemeyen CCC Ar-Ge Merkezi'ne ve özellikle Sayın Mmin ALAÇAM ile Sayın Glah ÇELİK'e teekkr ederim.

Sakız mayası ve sakız sektr konusundaki engin tecrbesiyle çalışmalarımıza yn veren, her anlamda kıymetli destekler sunan Sayın Edip TAHİNCİOĞLU'na ve Remik Kimya'ya iten teekkrlerimi iletirim.



İÇİNDEKİLER

JÜRİ ONAY SAYFASI	i
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANNAMESİ	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	v
<i>İthaf</i>	vii
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	x
ŞEKİL LİSTESİ	xiii
TABLO LİSTESİ	xvi
KISALTMALAR	xviii
SEMBOLLER	xix
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ	3
2.1. Sakız Üretimi	3
2.1.1. Ana Malzemeler ve Bileşenler	3
2.1.1.1. Sakız Mayası	7
2.1.1.2. Suda Çözünebilir Maya	9
2.1.2. Üretim Teknikleri ve Süreçleri	10
2.1.3. Sakız Çeşitleri ve Özellikleri	12
2.1.4. Sakızlarda kalite parametreleri	13
2.1.4.1. Tat-Aroma	14
2.1.4.2. Tekstür	18
2.1.4.3. Duyusal Özellikler	20
2.1.5. Türk Gıda Kodeksi (TGK), Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (EFSA) vb. Yasal Düzenlemeler	23
2.2. Sorbitol (Glusitol): Tanımı, Özellikleri ve Kullanım Alanları	24
2.2.1. Sorbitolün Kimyasal Yapısı	25
2.2.2. Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	27
2.2.3. Diğer Endüstrilerdeki Kullanım Alanları	28
2.3. Sorbitolün Sakız Üretimindeki Rolü	29

2.3.1.	Sakızın Yapısına ve Özelliklerine Etkileri	29
2.3.2.	Diğer Tatlandırıcılarla Karşılaştırılma	31
2.3.3.	Sakız Üretiminde Sorbitol Kullanımının Avantajları ve Dezavantajları	32
2.4.	Sakız Üretiminde Yenilikçi Uygulamalar ve Teknolojiler	33
2.4.1.	Sorbitol vb. Temelli Yenilikçi Sakız Çeşitleri	33
2.4.2.	Sürdürülebilirlik ve Çevresel Etki	33
2.4.3.	Sağlık ve Güvenlik Standartları	34
3.	MATERYAL VE METOT	35
3.1.	Materyal	35
3.2.	Metot	36
3.2.1.	Toz Sorbitol ve Sakız Üretimi	36
3.2.1.1.	Toz Sorbitol Üretimi	36
3.2.1.2.	Sakız Üretimi	39
3.2.2.	Sorbitol ve Sakız Analizleri	48
3.2.2.1.	X-RAY Difraksiyon (XRD) Analizi	48
3.2.2.2.	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi	50
3.2.2.3.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	51
3.2.2.4.	Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analizi	52
3.2.2.5.	Yüzey Alanı Analizi	55
3.2.2.6.	Yığın Yoğunluğu ($\rho_{yığın}$) Analizi	56
3.2.2.7.	Nem Tayin Analizi	57
3.2.2.8.	Tekstür Analizi	58
3.2.2.9.	Raf Ömrü (İklimlendirme) Çalışmaları	60
3.2.2.10.	Organoleptik Analizler	61
3.2.3.	Şekersiz Sakız Üretimi Deneysel Tasarımı	63
4.	ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	65
4.1.	Toz Sorbitolde X-RAY Difraksiyon (XRD) Analiz Sonuçları	65
4.2.	Toz Sorbitolde Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları	69
4.3.	Toz Sorbitolde Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları	77
4.4.	Toz Sorbitol Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analiz Sonuçları	81
4.5.	Toz Sorbitolde Yığın Yoğunluğu Analiz Sonuçları	94
4.6.	Raf Ömrü Analiz Sonuçları	97
4.7.	Şekersiz Şerit Sakız Nem ve Tekstür Analiz Sonuçları	97

4.7.1.	Şekersiz Şerit Sakız Nem Analiz Sonuçları	97
4.7.2.	Şekersiz Şerit Sakız Tekstür Analiz Sonuçları	102
4.8.	Organoleptik Testler	110
4.8.1.	Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Sertlik Sonuçları	112
4.8.2.	Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Tat Yoğunluğu Sonuçları	114
4.8.3.	Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Ağızda Yapışma Sonuçları	116
4.8.4.	Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Çiğnenebilirlik Sonuçları	117
4.9.	DeneySEL Tasarıma Göre Belirlenen Şekersiz Şerit Sakızların Özellikleri	119
5.	SONUÇ VE ÖNERİLER	138
	KAYNAKLAR	142
	EKLER	149
	ÖZGEÇMİŞ	164

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1.	Sakız üretim akış şeması	11
Şekil 2.2.	Sorbitolün kimyasal yapısı	26
Şekil 3.1.	Toz sorbitol üretim akış şeması	38
Şekil 3.2.	Sakız üretim akış şeması	41
Şekil 3.3.	Şekersiz şerit sakız üretimi ve kullanılan karıştırma sistemi	42
Şekil 3.4.	Sunar Mısır Ar-Ge merkezi laboratuvarı Z-bıçaklı karıştırıcı ekipmanı	47
Şekil 3.5.	Sakız hamuru kesme aparatı, merdane ve metal levhalar	47
Şekil 3.6.	Ambalajlanmış şerit sakız numuneleri	48
Şekil 3.7.	Bruker X-ray Diffraction (XRD) and Scattering cihazı	49
Şekil 3.8.	Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)	50
Şekil 3.9.	Toz sorbitolün partikül boyut dağılımı için kullanılan laboratuvar tipi öğütücü ve elek seti	53
Şekil 3.10.	Microtrac Camsizer X2 Particle Sizing Instrument cihazı	54
Şekil 3.11.	Shimadzu MOC63U model nem tayin cihazı	58
Şekil 3.12.	Tekstür analiz cihazı ile yapılan sakız sertlik ölçümü	59
Şekil 3.13.	Duyusal Değerlendirme Formu Örneği	61
Şekil 4.1.	Kristal Morfolojisi %100–95 Gama ve Kısmen Alfa Formundan Oluşan Toz Sorbitolün X-ışını Difraksiyon (XRD) Analizi	65
Şekil 4.2.	%98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol XRD analiz sonucu ...	67
Şekil 4.3.	%98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip Roquette firmasına ait toz sorbitol XRD analiz sonucu	68
Şekil 4.4.	%100-95 gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol DSC analiz sonucu	70
Şekil 4.5.	Kristal Yapısı %100–95 Oranında Gama ve Kısmen Alfa Formdan Oluşan Toz Sorbitol Örneğine Ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi ..	71
Şekil 4.6.	Kristal Yapısı %95–90 Oranında Gama ve Kısmen Alfa Formdan Oluşan Toz Sorbitol Örneğine Ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi	72
Şekil 4.7.	%98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol DSC analiz sonucu ...	73
Şekil 4.8.	Gama içeriği %91 olan toz sorbitolün DSC profili	76
Şekil 4.9.	%98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol SEM analiz sonucu ...	78
Şekil 4.10.	%95-90 gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol SEM analiz sonucu	79

Şekil 4.11.	%95-90 gama morfolojik yapıya ve alfa formuna sahip toz sorbitol SEM analiz sonucu	80
Şekil 4.12.	Toz sorbitol öğütülmüş elenmiş numune PSD analiz sonucu (hedef D90:250 µm)	82
Şekil 4.13	Toz sorbitol öğütülmüş elenmiş numune PSD analiz sonucu (hedef D90:350 µm).....	83
Şekil 4.14.	Farklı D10 ve D50 partikül boyutu değerlerine sahip toz sorbitol numunelerine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analiz sonuçları.....	86
Şekil 4.15.	Toz sorbitolde görüntü analizi yöntemiyle parçacık boyutu dağılımının belirlenmesi (örneğin, D1)	87
Şekil 4.16.	Referans numune, Roquette P60W Toz sorbitol PSD analiz sonucu	89
Şekil 4.17.	Referans numune, Tereos Merisorb 200 Toz sorbitol PSD analiz sonucu	89
Şekil 4.18.	Toz Sorbitol DD3 Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analizi	90
Şekil 4.19.	Toz sorbitol partikül boyutu dağılımı (PSD) analizi	91
Şekil 4.20.	Toz Sorbitol DD3 Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analizi	92
Şekil 4.21.	Şekersiz sakızın (şerit) depolama süresine göre nem içerikleri (%)	99
Şekil 4.22.	Aynı partikül boyutu ve yoğunluğa sahip şekersiz şerit sakız örneklerinin 90 günlük depolama süresine bağlı olarak değişen nem içerikleri (%)	100
Şekil 4.23.	Farklı deneme setleriyle üretilen şekersiz şerit sakız örneklerinin depolama süresine bağlı olarak değişen sertlik (kuvvet, N) değerlerinin karşılaştırmalı grafiği	105
Şekil 4.24.	Aynı partikül boyutu dağılımı ve yoğunluk özelliklerine sahip farklı deneme setleriyle üretilen şekersiz şerit sakız örneklerinin depolama süresine bağlı olarak değişen sertlik (kuvvet, N) değerleri	106
Şekil 4.25.	DeneySEL tasarıma göre şekersiz şerit sakız örneklerinin 1 ve 3 dakikalık çiğneme sürelerine göre duyuSEL özelliklerinin (sertlik, tat yoğunluğu, ağızda yapışma ve çiğnenebilirlik) radar grafiği	110
Şekil 4.26.	Çiğneme süresine bağlı olarak sakız örneklerinin sertlik değerlerinin değişimi (1. ve 3. dakika)	113
Şekil 4.27.	Çiğneme süresine bağlı olarak sakız örneklerinin tat yoğunluğu değerlerinin değişimi (1. ve 3. dakika).....	114

Şekil 4.28.	Çiğneme süresine bağlı olarak sakız örneklerinin ağızda yapışma değerlerinin değişimi (1. ve 3. dakika).....	116
Şekil 4.29.	Çiğneme süresine bağlı olarak sakız örneklerinin çiğnenebilirlik değerlerinin değişimi (1. ve 3. dakika)	118
Şekil 4.30.	D10 ve D50 partikül boyutlarının tekstür üzerine etkisini gösteren 3 boyutlu yüzey grafiği (RSM Analizi)	121
Şekil 4.31.	Model tarafından tahmin edilen ve gerçek tekstür değerleri arasındaki ilişkiyi gösteren “Predicted vs. Actual” grafiği.....	122
Şekil 4.32.	D61 ve D97 numaralı şekerli sakız örneklerinin farklı günlerdeki sertlik (N) değerlerinin değişimi	127
Şekil 4.33.	D61 ve D97 numaralı şekerli sakız örneklerinin farklı günlerdeki nem içeriklerindeki değişim	127
Şekil 4.34.	D61 ve D97 numaralı şekerli sakız örneklerinin 1. ve 3. dakikalardaki duysal özelliklerine ilişkin radar grafiği	129
Şekil 4.35.	D61 numaralı şekerli sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait X-ışını kırınımı (XRD) deseni	130
Şekil 4.36.	D61 numaralı şekerli sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) eğrisi	131
Şekil 4.37.	D61 numaralı toz sorbitol örneğine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analizi sonuçları	132
Şekil 4.38.	D97 numaralı şekerli sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait X-ışını kırınımı (XRD) deseni	134
Şekil 4.39.	D97 numaralı şekerli sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) eğrisi	134
Şekil 4.40.	D97 numaralı şekerli sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analizi sonuçları	135

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1.	Sakız mayasının bileşimi	7
Tablo 2.2.	Şekerli ve Şekersiz Sakızların Bileşim Açısından Karşılaştırması	12
Tablo 2.3.	Tıbbi Sakızlarda Kullanılan Biyoaktif Bileşenler ve Terapötik Amaçları ..	13
Tablo 2.4.	Sakız üretiminde kullanılan katkı maddeleri ve yasal düzenlemelere göre maksimum kullanım sınırları	23
Tablo 2.5.	Bazı poliollerin fiziko-kimyasal özellikleri	25
Tablo 2.6.	Kristal sorbitol polimorfik formlarının bazı fiziksel özellikleri	30
Tablo 3.1.	Sarf malzemeleri ve tedarikçileri	35
Tablo 3.2.	Makine ve teçhizat	37
Tablo 3.3.	Sakız üretimi denemelerinde kullanılan bileşenler	40
Tablo 3.4.	Sakız hamuru proses bileşenleri hazırlama ve proses verileri	43
Tablo 3.5.	Sakız formülasyonu ve bileşenleri (1 kg sakız için)	44
Tablo 3.6.	Farklı Yığın Yoğunluğu ve Partikül Boyutu Dağılımlarına Sahip Toz Sorbitol Örneklerinden Oluşturulan Deney Setleri	64
Tablo 4.1.	Toz sorbitol X-ray difraksiyon analizi kristalinite (%) değerleri	69
Tablo 4.2.	Gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol DSC analiz sonuçlarının karşılaştırılması	75
Tablo 4.3.	Farklı D10 ve D50 partikül boyutu değerlerine sahip toz sorbitol numuneleri	85
Tablo 4.4.	Toz sorbitol partikül boyutu analizi (PSD) sonuçları	91
Tablo 4.5.	Farklı yığın yoğunluğu ve partikül boyutu dağılımlarına sahip toz sorbitol örneklerinden oluşturulan deney setleri	95
Tablo 4.6.	DeneySEL tasarıma göre şekersiz şerit sakız örneklerinin depolama süresine bağlı olarak değişen nem içeriği (%) değerleri	98
Tablo 4.7.	Şekersiz şerit sakızın depolama süresi boyunca sertlik (g, N) ve nem oranı (%-R) değişimleri	102
Tablo 4.8.	Farklı deneme setleriyle üretilen şekersiz şerit sakız örneklerine ait depolama süresine bağlı sertlik (Newton) değişimleri (1–90 gün)	104
Tablo 4.9.	Farklı markalara ait şekersiz şerit sakız ürünlerinin üretim tarihi, kalınlık, tekstür sonucu ve içerikleri	109

Tablo 4.10.	Deneysel tasarıma göre şekerli şerit sakız örneklerinin 1 ve 3 dakikalık çiğneme sürelerine göre duyu özellikleri (sertlik, tat yoğunluğu, ağızda yapışma ve çiğnenebilirlik)	111
Tablo 4.11.	Deneysel tasarıma göre şekerli şerit sakız örneklerinin tekstür özellikleri	120
Tablo 4.12.	Tekstür Yanıtı İçin Yanıt Yüzey Metodolojisi (RSM) Kapsamında Gerçekleştirilen Varyans Analizi (ANOVA) Sonuçları	123
Tablo 4.13.	RSM Modeline Ait İstatistiksel Uyum Göstergeleri (Tekstür Yanıtı)	126
Tablo 4.14	D61 ve D97 numaralı şekerli sakız örneklerinin optimum üretim koşullarında elde edilen deneysel ve tahmin edilen değerlerin karşılaştırılması.....	126
Tablo 4.15.	D61 ve D97 numaralı şekerli sakız örneklerinin farklı günlerdeki sertlik (N) değerleri	126
Tablo 4.16.	D61 ve D97 numaralı şekerli sakız örneklerinin 1. ve 3. dakikalarda değerlendirilen duyu analiz sonuçları	128

KISALTMALAR

ADI	: Acceptable Daily Intake (Kabul Edilebilir Gnlk Alım Miktarı)
ANOVA	: Analysis of Variance (Varyans Analizi)
BET	: Brunauer–Emmett–Teller Yntemi
CCC	: Continental Confectionery Company
DSC	: Differential Scanning Calorimetry (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri)
HCHO	: Formaldehyde (Formaldehit)
HLB	: Hydrophilic–Lipophilic Balance (Hidrofilik–Lipofilik Denge)
PSD	: Particle Size Distribution (Partikl Boyutu Dağılımı)
PTR	: Proton Transfer Reaction (Proton Transfer Reaksiyonu)
RH	: Relative Humidity (Bağıl Nem)
SEM	: Scanning Electron Microscopy (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TGK	: Trk Gıda Kodeksi
FDA	: Food ve Drug Administration
TI	: Time-Intensity Analysis (Zaman–Şiddet Analizi)
XRD	: X-Ray Diffraction (X–Işıını Kırınımı)
SCAN3	: Partikl dağılım genişliğı (Camsizer PSD’den hesaplanmaktadır)
U3	: Partikl homojen dağılımı, uniformluk indeksi (Camsizer PSD)
CWG	: Chewing Gum (sakız)

SEMBOLLER

α	: Alfa
β	: Beta
γ	: Gama
δ	: Delta
ε	: Epsilon
θ	: Teta
λ	: Lambda
μ	: Mü
ρ	: Rho
Δ	: Büyük delta
Hz	: Hertz
G	: Force (Kuvvet)
N	: Newton

1. GİRİŞ

Son yıllarda dünya genelinde şekerleme ürünlerinin tüketiminde, özellikle çocuklar ve genç bireyler arasında, belirgin bir artış gözlemlenmektedir (Carbonell-Barinchina, Garcia, Sanchez Soriano, Aracil ve Burlo, 2002). Bu ürün grubu içerisinde sakız, öne çıkan ve yaygın şekilde tüketilen

bir alt kategori olarak dikkat çekmektedir (Wong, Yu, Curran ve Zhou, 2009; Yang, Yin ve Shao, 2011). Sakızın kolay erişilebilirliği, geniş bir yaş ve kullanıcı kitlesi tarafından tercih edilmesini sağlamaktadır (Hearty, Lau ve Roberts, 2014). Geleneksel bir şekerleme ürünü olmasının ötesinde, ağız hijyenine katkı sağlaması popülaritesini artıran diğer önemli etmenler arasında yer almaktadır (McGowan, Padua ve Lee, 2005).

Sakız, ağızda çiğnenmek üzere tasarlanmış, suda çözünmeyen yapısıyla diğer gıda ürünlerinden ayrılan özel bir şekerleme türüdür. Ağızda uzun süre dayanabilen fiziksel özellikleri sayesinde yalnızca tat sunan bir ürün olmanın ötesine geçerek, fonksiyonel kullanım potansiyeli de taşımaktadır. Ağız hijyeninin desteklenmesi, nikotin replasman tedavisi ve bazı farmasötik bileşenlerin kontrollü salınımı gibi uygulamalarda taşıyıcı bir matris olarak değerlendirilebilmektedir. Sakızın yapısal formülasyonu temel olarak iki fazdan oluşur: suda çözünmeyen sakız bazı fazı ve suda çözünebilen faz. Bu iki faz, çoğunlukla yaklaşık 1:3 oranında karıştırılarak homojen bir ürün elde edilir (Potineni ve Peterson, 2008a). Suda çözünmeyen faz genellikle doğal bir lateks olan chicle ya da sentetik polimerlerden biri olan poliizobüten gibi malzemelerden elde edilen sakız bazını içerirken; suda çözünebilen faz ise şeker veya şeker alkoller (polioller), tatlandırıcılar, aromalar, renklendiriciler, yumuşatıcılar, asitleştiriciler ve koruyucular gibi çeşitli katkı bileşenlerini kapsamaktadır (Baysal, Özbek ve Akman, 2010; Valduga, Lazzari, Xardanega ve Luccio, 2012). Ürünün hedeflenen kullanım amacına göre bu bileşenlerin türü ve oranı değiştirilebilmekte, bu sayede hem geleneksel hem de fonksiyonel sakız çeşitleri geliştirilebilmektedir.

İnsanlık tarihinde sakız çiğneme alışkanlığı çok eski dönemlere kadar uzanmakta olup, çeşitli uygarlıklarda doğal reçineler bu amaçla kullanılmıştır. Modern anlamda ilk ticari sakız üretimi ise 19. yüzyılda başlamış ve doğal lateks kaynaklı chicle maddesi ile gerçekleştirilmiştir. Zamanla doğal sakız bazlarının yerini, daha kararlı ve işlenebilir yapıda olan sentetik elastomerler ve polimerler almıştır. Sakız üretimi 20. yüzyılın ortalarından itibaren

global düzeyde hızla gelişmiştir. Türkiye’de sakız, şeker, çikolata ve bisküvi kategorilerinin toplam pazar büyüklüğü yaklaşık 103 milyar TL olarak kaydedilmiştir. Bu kategoriler arasında sakızın pazar büyüklüğü 5.2 milyar TL seviyesine ulaşmıştır. Sakız pazarı, yıllık bazda yaklaşık %10 oranında bir büyüme göstermiştir. Bu büyüme, tüketicilerin atıştırmalık ürünlere olan ilgisinin artması ve yeni ürün çeşitliliğinin piyasaya sunulmasıyla ilişkilendirilmektedir. Türkiye’nin sakız ihracatı, genel ihracat içerisindeki payı açısından nispeten küçük bir dilimi temsil etmektedir. Ancak, sektörün ihracat potansiyeli giderek artmaktadır. Özellikle büyük üreticilerin yaptığı yatırımlar ve üretim kapasitesinin genişletilmesi, ihracat hacminin yükselmesine katkı sağlamaktadır. Sakız; şekerli, şekersiz, kaplamalı ve tıbbi formülasyonlara sahip ürün çeşitliliği ile hem tüketici tercihlerini hem de bilimsel ilgiyi üzerine çekmektedir.

Sorbitol, glikozun katalitik hidrojenasyonu ile elde edilen, polioller (şeker alkolleri) grubunda yer alan bir bileşiktir. Glusitol olarak da bilinen bu bileşik, doğada çeşitli meyvelerde (örneğin erik ve kayısı) doğal olarak bulunur. Moleküler formülü $C_6H_{14}O_6$ olan sorbitol, genellikle beyaz kristal halde ya da %70’lik sulu çözelti formunda kullanılmaktadır. Tatlılık derecesi sakkarozaya göre %60 düzeyinde olan sorbitol, düşük glisemik indeks özelliği, higroskopik yapısı, yüksek çözünürlüğü ve ağızda bıraktığı ferahlatıcı etki nedeniyle, gıda sanayii başta olmak üzere birçok endüstride yaygın şekilde kullanılmaktadır. Ayrıca sorbitol, çok sayıda kristal polimorfa sahiptir ve bu polimorflar erime noktası, çözünürlük ve kararlılık açısından farklılık göstermektedir. Özellikle γ (gama) formu, 99–101 °C aralığındaki erime noktası ve stabil yapısı nedeniyle ticari üretimde en çok tercih edilen formdur. Sorbitolün fonksiyonel özellikleri, onu özellikle şekersiz sakız üretiminde vazgeçilmez bir bileşen haline getirmiştir.

Bu doktora tezinin temel amacı, sorbitolün sakız üretiminde kullanımı ile ürünün fiziksel, duyu ve teknolojik özellikleri arasındaki ilişkiyi kapsamlı biçimde incelemektir. Çalışma kapsamında, sorbitol kalite özelliklerinin sakızın tekstürel özellikleri, aroma salınımı, raf ömrü ve tüketici kabulü üzerindeki etkileri deneysel olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca, sorbitolün diğer tatlandırıcılarla karşılaştırmalı analizi gerçekleştirilmiş ve optimum kullanım seviyeleri belirlenmeye çalışılmıştır. Bu çalışma, hem bilimsel literatüre katkı sağlamayı hem de endüstriyel üretimde kullanılabilecek yenilikçi formülasyonlara rehberlik etmeyi amaçlamaktadır. Tez aynı zamanda sorbitolün sakız sistemlerindeki davranışlarını anlamaya yönelik yapılacak ileri düzey araştırmalar için bir temel oluşturmayı hedeflemektedir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1. Sakız Üretimi

Sakız üretim sürecine ilişkin temel teknik bilgiler, kullanılan hammaddeler, üretim yöntemleri, sakız çeşitleri ile yasal düzenlemeler ayrıntılı biçimde bu kısımda ele alınmaktadır. Özellikle modern sakız formülasyonlarında yaygın olarak tercih edilen sorbitolün kimyasal yapısı, fiziksel ve kimyasal özellikleri ile başta gıda ve kozmetik olmak üzere çeşitli endüstrilerdeki kullanım alanları açıklanmıştır. Ayrıca sorbitolün sakız üretimindeki fonksiyonel rolü detaylandırılarak, bu bileşiğin sakızın yapı, doku, aroma salınımı ve raf ömrü gibi özelliklerine olan etkisi ile diğer tatlandırıcılarla karşılaştırması yapılmıştır. Sorbitolün sağladığı avantajlar ve potansiyel dezavantajlar da bilimsel temelde değerlendirilmiştir. Ayrıca, günümüzde sakız teknolojisinde karşılaşılan yenilikçi uygulamalar, sürdürülebilir üretim yaklaşımları ve sağlık-güvenlik standartları ışığında incelenmiş; sorbitol temelli inovatif ürünler bağlamında sakız endüstrisindeki gelişmelere yer verilmiştir.

2.1.1. Ana Malzemeler ve Bileşenler

Sakız genellikle, suda çözünmeyen sakız bazı ve farklı katkı maddelerinin (tatlandırıcılar, yumuşatıcılar, gıda renklendiricileri, koruyucular) karıştırılması ile üretilmektedir (Yang vd., 2011). Sakız, iki fazdan oluşmaktadır; (i) sakız fazı (suda çözünmez) ve (ii) şeker veya poliol fazı (suda çözünür). Kaplamalı sakızlar düşünüldüğünde, kaplama materyali üçüncü bir faz olarak değerlendirilebilir. Mısır şurubu ve/veya glikoz, nemlendirici olarak görev yapmakta son ürün olan sakızın esnekliğinin sağlanmasında önemli rol oynamaktadırlar (Wong vd., 2009). Bu aşamalarda, formülasyona giren granül şeker; miktarı ve boyutu dokudan sorumludur. Ayrıca, çeşitli yumuşatıcılar, gıda renklendiricileri, koruyucu maddeler ve aroma vericiler, istenilen özelliklerde sakız üretmek için kullanılırlar. Sakızın bileşiminde bulunan sakız mayası ve şekerler gibi bileşenlerin aroma salınımını etkileyebileceği tespit edilmiştir (Soutmann, Van Lochem ve De Roos, 2003; Potineni ve Peterson, 2008a, b; Itobe, Kumazawa, Inagaki ve Nishimura, 2012). Sakız bileşiminin, aroma vericilerin salınım özellikleri üzerinde etkileri olduğu düşünülmektedir. Bu nedenle, sakız bileşiminin aroma salınımı üzerindeki etkisinin incelenmesi önem taşımaktadır (Itobe vd., 2012).

Sakız bazı; elastomer, elastomer çözücü, polivinil asetat, emülgatör, plastikleştirici, vaks ve dolgu maddeleri gibi bileşenlerin bir karışımından oluşur. Bu bileşenler sakıza mekanik dayanıklılık, elastikiyet ve çiğnenebilirlik kazandırır.

Sakız baz fazı, çiğnenebilirlik, elastikiyet ve stabilite gibi fonksiyonel özelliklerin temelini oluşturan çeşitli bileşenleri içerir. Bu bileşenler aşağıda detaylandırılmıştır:

- **Elastomer:** Sakıza elastikiyet kazandıran ve çiğneme sırasında deformasyona karşı direnç sağlayan ana bileşendir. Sentetik olarak genellikle poliizobütilen, butil kauçuk veya stiren-bütadien kauçuğu gibi elastomerler tercih edilir. Doğal alternatifler arasında chicle (doğal lateks) ve jelatin yer alır.
- **Elastomer Çözücü:** Elastomerin diğer bileşenlerle homojen karışmasını sağlayan ve onun mekanik özelliklerini düzenleyen katkıdır. Terpen reçineleri (örneğin gliseril esterleri) bu grupta yer alır. Elastomer çözücüler, çiğneme karakterini iyileştirir ve aroma salınımını etkiler.
- **Polivinil Asetat (PVAc):** Yüksek moleküler ağırlıklı, toksik olmayan ve çiğnenebilirliği artıran bir polimerdir. Sakızın yapısal bütünlüğünü güçlendirir ve özellikle uzun süre çiğneme gerektiren ürünlerde tercih edilir.
- **Emülgatör:** Sakız bileşenlerinin birbiriyle uyumlu hale gelmesini sağlayarak homojen bir yapı oluşturur. Ayrıca karışımın pürüzsüzlüğünü sağlar ve sakızın dudak ve dişe yapışmasını azaltır. HLB değeri 1.6–7.0 arasında olan emülgatörler (örneğin mono- ve digliseritler) yaygın olarak kullanılır.
- **Plastikleştirici:** Sakız bazının yumuşaklığını ve esnekliğini artıran, karışımın işlenebilirliğini geliştiren katkıdır. Gliserin ve bazı bitkisel yağ türevleri (örneğin hidrojenize hint yağı) bu işlevi görür. Ayrıca aroma salım süresini de etkiler.
- **Vaks:** Sakızın dokusal özelliklerini ve çiğneme kalitesini artıran, aynı zamanda ürünün parlaklığını sağlayan bileşendir. Parafin vaks, mikrokristalin vaks gibi

formları mevcuttur. Ayrıca bazı vakslar aroma bileşenlerinin yavaş salınımını destekler.

- **Dolgu Maddeleri:** Sakız bazının yoğunluğunu ve sertliğini ayarlamak amacıyla kullanılan maddelerdir. Kalsiyum karbonat, talk, magnezyum silikat gibi mineral kaynaklı bileşenler bu gruba girer. Aynı zamanda üretim sürecinde karışımın homojenliğini kolaylaştırır.

Bu bileşenlerin oranları, ürünün çiğneme süresi, yapı bütünlüğü, ağız hissi ve aroma salım profili üzerinde belirleyici rol oynar.

Suda çözünür fazda ise şekerli sakızlar için süktroz, glikoz şurubu, dekstroz gibi tatlandırıcılar; şekersiz sakızlar için ise sorbitol, mannitol, ksilitol gibi polioller tercih edilir. Tatlandırıcıların partikül boyutu, ürünün duysal ve dokusal özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Suda çözünür fazda ise sakızın tatlılık ve çözünürlük özelliklerini sağlayan bileşenler yer alır. Bu fazda kullanılan ana bileşenler şunlardır:

- **Sakkaroz (Sukroz):** Doğal şeker kamışı veya şeker pancarından elde edilen disakkarit yapısında bir tatlandırıcıdır. Şekerli sakızlarda başlıca tatlandırıcı olarak kullanılır. Tatlılık derecesi yüksek olup, kristal formu dokusal hissi etkiler.
- **Glikoz Şurubu:** Nişastanın asit veya enzim ile parçalanmasıyla elde edilen şeffaf, viskoz bir sıvıdır. Nem tutucu özellik göstererek sakızın yumuşak kalmasını sağlar.
- **Glikoz (Dekstroz):** Monosakkarit yapıda olup, hızlı çözünür ve tatlılık sağlar. Aynı zamanda enerji kaynağıdır ve sakızın çiğneme sırasında çözünür fazına katkı sağlar.
- **Sorbitol:** Glikozun indirgenmesiyle elde edilen bir poliol olup, düşük kalorili ve düşük glisemik indekslidir. Şekersiz sakızlarda en yaygın tatlandırıcılardan biridir. Ağızda serinletici bir etki bırakır.

- **Mannitol:** Doğal olarak bazı bitkilerde bulunan ve endüstriyel olarak fruktozdan elde edilen bir polioldür. Kristal yapısı sayesinde çiğneme sırasında ferahlatıcı bir his verir ve düşük higroskopisiteye sahiptir.
- **Ksilitol:** Beş karbonlu bir şeker alkolüdür. Anti-kariyojenik özelliği sayesinde diş sağlığını koruyucu etki sağlar. Tatlılık derecesi sakkarozu çok yakındır. Yüksek maliyeti nedeniyle genellikle sorbitol ile kombine kullanılır.

Bu tatlandırıcılar, sakızın lezzeti, ağız hissi ve raf ömrü gibi duyuşal ve fiziksel özelliklerini belirlerken, aynı zamanda ürünün kalori değeri ve sağlıkla ilişkili fonksiyonlarını da etkiler.

Bunlara ek olarak gliserin (nem tutucu), tat verici aromalar, renklendiriciler, yumuşatıcılar ve koruyucular da formülasyonda yer alır. Bunlar:

- **Gliserin:** Nem tutucu olarak görev yapar. Sakızın yumuşak kalmasını sağlar ve kurummasını önler. Aynı zamanda plastiklik kazandırarak çiğneme konforunu artırır.
- **Aromalar:** Sakıza istenen tat ve koku profilini kazandıran uçucu ve yarı uçucu bileşenlerdir. Doğal (nane, meyve vb.) veya sentetik kaynaklı olabilirler. Salım süreleri sakızın kalitesini doğrudan etkiler.
- **Renklendiriciler:** Sakızın görsel cazibesini artıran bileşenlerdir. Doğal pigmentler (örneğin pancar özü, safran) veya sentetik renklendiriciler kullanılabilir. Işık ve ısıya karşı stabil olmaları önemlidir.
- **Yumuşatıcılar:** Sakızın ağızda daha yumuşak bir yapı kazanmasına yardımcı olur. Bu bileşenler, sakızın çiğnenebilirliğini artırır ve bileşenlerin daha homojen dağılmasını sağlar.
- **Koruyucular:** Sakızlarda oksidasyonu engellemek, raf ömrünü uzatmak, tat ve kokuyu korumak amacıyla kullanılabilir. Genellikle BHA, BHT veya

tokoferoller gibi antioksidanlar kullanılır. Antioksidanlar, sakızdaki yağ ve reçine bileşenlerinin oksidatif stabilitesini artırır.

2.1.1.1. Sakız Mayası

Doğru seçilmiş bir sakız mayası, sakıza mekanik olarak çiğneme özelliği kazandırır (Tisdale ve Wilkins, 2014). Sakızın ana bileşimi sakız mayası veya baz kütle (%20-30) olarak adlandırılır (Valduga vd., 2012). Sakız mayası, elastomer (%10-30), elastomer çözücü (%2-18), polivinil asetat (%15-45), emülgatör (%2-10), düşük molekül ağırlıklı polietilen (%0.5-15) ve vaks (%0.5-10), plastikleştirici (%20-35) ve dolgu maddeleri (%0-5) içerir (Tablo 2.1.). Sakız mayalarının tam bileşimi çoğu zaman ticari bir sır olmasına rağmen, genellikle yağlar, vakslar, emülgatörler, dolgu maddeleri ve antioksidanlar ile beraber elastomerler ve reçineleri içerir (Fritz, 2006). Esneklik, bükülebilirlik ve yapışkanlık derecesi, sakız bazı olarak kullanılacak bir malzemenin potansiyelini değerlendirirken dikkate alınması gereken önemli faktörlerdir. Bir sakızın yüksek derecede esnekliğe ve elastikiyete sahip olması ve çiğneme sürecinde sertleşmemesi önemlidir. Sakız mayasında bulunan bileşenler ve bu bileşenlerin kimyasal örnekleri tablodaki gibidir (Potineni ve Peterson, 2008).

Tablo 2.1. Sakız mayasının bileşimi

Bileşen	Oran (%)
Elastomer	10-30
Elastomer Çözücü	2-18
Plastikleştirici	20-35
Polivinil Asetat	15-45
Emülgatör	2-10
Düşük yoğunluklu PE	0.5-15
Wax	0.5-10
Dolgular	0-5

Birçok sentetik polimer, mayada bulunan elastomer için kullanışlı bir seçenektir. En popüler polimerler stiren-bütadien ve izobütillen-izopiren kopolimerleri, aynı zamanda poli (izobütillen), poliizopiren ve polietilendir (Tisdale ve Wilkins, 2014). Normal sakız %20-30 oranında sakız mayası içerirken, şekersiz sakızlar ortalama %30'a kadar sakız mayası içerir (Fritz, 2006; Tisdale ve Wilkins, 2014). Sakız mayasının miktarı ve türü, sakızın dokusal

özelliklerini, bilhassa yapışkanlık ve çiğnenebilirliğini belirler (McGowan vd., 2005). Sakız mayasının bileşimi, aroma veren bileşimlerin bağlanma özelliklerini belirler. Özellikle sakız mayası bileşenlerinin polaritesi, bağlanma mekanizmasını tanımlar (Sotsman vd., 2009). Bununla beraber, elastomer seçimi de sakızlarda aroma salınımı için önemli role sahiptir. Eğer elastomer ve aroma etkileşimi yüksek ise, çiğneme esnasında ağızdaki aroma salınımı uzun sürer. Bu, sakız kalitesini belirleyen ayrıcalıklı bir parametredir. Elastomerlerin çözücüsü ise genellikle terpen reçineleridir. Terpen reçineleri düşük miktarlarda kullanıldığında çiğneme karakteristiği negatif etkilenir. Ancak, daha yüksek miktarlarda kullanıldığı durumda dış yüzeyindeki yapışkanlık artar.

Sakız mayası, sakızın insan tüketimine uygun (çeşitli şekerler, polioller ve aromalar) çözünebilir kısmına destek olarak kullanılan, yenebilir olmayan, inert ve çözünmeyen kısımdır. Bir malzemenin sakız mayası üretimine uygunluğu düşünüldüğünde yapışkanlık derecesi, elastikiyet ve bükülebilirlik önemli faktörlerdir. Sakızın çiğneme esnasındaki esneklik, elastikiyet ve sertlik gibi özellikleri, ürünün derecelendirilmesi sırasında değerlendirilen önemli kalite parametreleridir.

Genel olarak sakız formülasyonlarında, limonen polimerleri veya diğer diterpen türevleri ile reçine-gliserol esterleri gibi doğal ya da sentetik elastomerlerin bir kombinasyonu kullanılmaktadır (Tisdale ve Wilkins, 2014). FDA, sakız reçinesinden türetilen esterlerin sakızda gıda katkı maddesi olarak kullanımını onaylamıştır (Wang vd., 2011). Polivinil asetat; toksik olmayan yapısı, sakız mayası üretimi için en uygun fiziksel ve çiğneme özelliklerine sahip olması nedeniyle başarılı bir sakız mayası formülasyonundaki anahtar bileşenlerden biridir (Tisdale ve Wilkins, 2014).

Tekstüre ediciler veya dolgu maddeleri, sakız mayasının dokusunu değiştiren ve aynı zamanda işlenmesine yardımcı olan düşük maliyetli bileşenlerdir. Tekstüre edicilerin bazı örnekleri magnezyum karbonat, kalsiyum karbonat, magnezyum ve alüminyum silikatlarıdır. Kalsiyum karbonat gibi belirli tekstüre edicilerin kullanımı, asit ile kalsiyum karbonat kolayca reaksiyona girdiğinden dolayı, asidik tatların eklenmesini gerektiren formülasyonlarda sorun teşkil eder. Bu durum sadece asit kaybına neden olmakla kalmaz, aynı zamanda karbondioksit gazı üretimi nedeni ile sakız paketlerine ve şeker kaplı sakızlara da zarar verebilir. Bu gibi

durumlarda asitlerle temas ettiğinde reaksiyona girmediği için yaygın olarak talk kullanılmaktadır, ancak yüksek maliyetlidir (Raithore, 2012).

Büyük çapta sakız üretimi ile ilgili olarak, yılda 250 bin ton sakız mayası atığı ortaya çıkmakta ve bu atıklar biyolojik olarak parçalanamadığı için önemli bir çevre sorunu olarak tanımlanmaktadır. Bu atıkların temizlenmesi için önemli harcamalar yapılmaktadır. Bu nedenle sakızların biyolojik olarak parçalanabilen bileşiklerle üretilmesi önemlidir. Sakız mayası üretim sürecini açıklayan çeşitli patentlerin birincil odak noktası mayanın tekstür yönü iken, biyolojik olarak parçalanabilen ve yeşil ürün kategorisinde olan bir sakız mayası materyali üretmeye olan ilgi ivme kazanmış, birçok patentin de konusu olmuştur (Raithore, 2012). Örneğin, yapışkan olmayan ve biyolojik olarak parçalanabilen özelliklerinden dolayı sakız mayası olarak zein kullanımı değerlendirilmiştir (McGowan vd., 2005). Elde edilen sonuçlar zeinin sakız mayası olarak kullanılabileceğini göstermiştir. Bununla birlikte, bu tür doğal sakızların formülasyonunu ve üretim süreçlerini optimize etmek için daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır.

2.1.1.2. Suda Çözünebilir Maya

Suda çözünebilir fazda şekerli sakızlar için; dekstroz, sükroz, fruktoz, maltoz, dekstrin, galaktoz ve kurutulmuş invert şeker gibi şeker tatlandırıcıları (%60), mısır şurupları (%18-20), şeker alkollerı (<%1.0), gliserin (<%1.0) ve aroma (%0.5-1.0) ile beraber kullanılabilir. Sükrozun partikül boyutu, son ürünün duysal özellikleri için önemlidir. Büyük partiküller üründe pütürlü tekstüre neden olur. Şekersiz sakızlar için şeker alkollerı (aynı zamanda kıvam verici ajan olarak da görev alır) (%50-60), gliserin (%5.0-6.0), aroma (%1.0-15.0) ve yüksek yoğunluklu tatlandırıcılar (%0.01-3.0) kullanılabilir (Potineni, 2007).

Yüksek yoğunluklu tatlandırıcılar ve polioller tatlılık ve kariyojenik olmama karakteristikleri ile şekersiz sakız içeriği olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır (Siefarth vd., 2011). Ek olarak bakteriler, örn. *Streptococcus mutans*, poliollerı üreme ve büyüme için enerji kaynağı olarak kullanamazlar. Sorbitol, mannitol, ksilitol, maltitol, laktitol, hidrojene izomaltuloz ve hidrojene nişasta hidrolizatlarını içeren şeker alkollerı (polioller) genellikle şekersiz sakızlarda kullanılmaktadır (Potineni, 2007). Ksilitol ve mentol, farklı aromalar ile kombinasyon halinde veya tek başına formülasyona eklenebilir (Santos, Carpinteiro,

Thomazini, Rocha-Selmi, da Cruz, Rodrigues ve Favaro-Trindade, 2014). Ancak ksilitol, yüksek maliyetli olmasından dolayı genellikle sorbitol, laktitol veya mannitol gibi daha düşük maliyetli polioller ile kombinasyon halinde kullanılır. Polioller, sükroz kadar tatlı olmadıkları için yüksek yoğunluklu tatlandırıcılar (aspartam, asesülfam K ve taumatin) ile birlikte kullanılır. Aksi takdirde, düşük tatlılık müşteri tarafından algılanır, bu da ürünün ilgi çekiciliğini olumsuz etkiler. Bazı sakızlarda formülasyona antioksidanlar da eklenir. Sakızlar antioksidan olarak genellikle BHT, BHA (Edin, Fida Lassang ve Schmaltz, 2010) ve tokoferoller içerir. Antioksidanlar, formülasyonlarda sakız mayasındaki bazı içeriklerin korunması için kullanılır (Fritz, 1999).

2.1.2. Üretim Teknikleri ve Süreçleri

Sakız üretimi, çok aşamalı ve teknolojik olarak gelişmiş gıda işleme yöntemlerinin uygulandığı bir prosestir. Bu süreçte, formülasyonda yer alan her bir bileşenin fiziksel, kimyasal ve fonksiyonel özellikleri dikkate alınarak uygun üretim teknikleri tercih edilmektedir. Geleneksel üretim yöntemi olan termomekanik karıştırma (füzyon), özellikle şekerli ve şekersiz sakız çeşitlerinin imalatında yaygın olarak kullanılmaktadır (Valduga vd., 2012).

Sakız mayasının işlenebilirliği, üretim sürecinin belirlenmesinde önemli rol oynar. Sakız mayası genellikle; blok (6-10 kg), pelet ve tabaka (5 mm kalınlığında) olmak üzere üç formda bulunur. Tabaka tipi sakız mayası kullanıldığında yumuşatma veya eritme işlemlerine gerek yoktur. Sakız üretimi için üç yöntem mevcuttur;

1. Konvansiyonel/geleneksel yöntem (füzyon),
2. Dondurma, öğütme ve tabletleme,
3. Doğrudan sıkıştırma yöntemi. Yöntemler birbirinden önemli ölçüde farklıdır. Bu nedenle sakız tipi, aktif içerikler ve formülasyon dikkate alınarak üretim süreci belirlenebilir.

Sakız üretiminde sık karşılaşılan problemler arasında aroma bileşenlerinin salınımı ve ürün tekstürü yer almaktadır (Valduga vd., 2012).

Konvansiyonel üretim sürecinde (Şekil 2.1.), suda çözünmeyen bu faz 70–120 °C aralığında ısıtılarak elastomer, vaks, dolgu maddeleri ve polivinil asetat gibi bileşenlerin

akışkan hale geçmesi sağlanır. Elde edilen eriyik karıştırma tanklarına alınır ve sırasıyla plastikleştiriciler, emülgatörler ve diğer yardımcı bileşenler ilave edilir. Ardından suda çözünebilen fazdaki tatlandırıcılar (örneğin sorbitol, mannitol, sakkaroz, glikoz şurubu), aromalar, renklendiriciler ve nem tutucu ajanlar eklenir. Karıştırma süresi ve ilave sırası, özellikle ürünün homojenliği, tat profili ve aroma stabilitesi açısından kritik öneme sahiptir.



Şekil 2.1. Sakız üretim akış şeması (Konar vd., 2016)

Üretimin yoğurma aşamasında, öncelikle sıvı plastikleştirici (örneğin gliserin) ile emülgatörlü ya da emülgatörsüz sistemde 2–8 dakika arası karıştırma yapılır. Ardından şekerin yaklaşık üçte ikisi eklenerek 1–4 dakika yoğrulur. Yoğurma hızı azaltılarak kalan şeker, aroma, dolgu maddesi, antioksidan ve nem vericiler eklenir; karışım 1–4 dakika daha işlenir. Bu işlemler sonunda homojen bir yarı-katı sakız hamuru elde edilir. Hamur, dinlendirilerek viskozite stabilizasyonu sağlandıktan sonra soğutulur ve şekillendirme aşamasına geçilir. Şekillendirme işlemleri; ekstrüzyon, kalıplama veya rulo hazırlama teknikleriyle gerçekleştirilmekte, kesim, kurutma ve ambalajlama işlemleriyle son ürün elde edilmektedir.

Alternatif üretim yöntemleri arasında yeralan doğrudan sıkıştırma yöntemi, özellikle ısıya duyarlı farmasötik veya fonksiyonel bileşenlerin sakız formülasyonlarına entegre edilmesi için uygundur. Bu yöntemde, aktif bileşenlerin stabilitesi korunarak düşük sıcaklık koşullarında üretim gerçekleştirilir. Dondurma–öğütme–tabletleme yöntemi ise, sakız bazının soğutularak kırılgan hale getirilmesi, öğütülmesi ve ardından tablet formunda sıkıştırılması esasına dayanır. Bu yöntem, özellikle toz formda katkı maddelerinin kullanımına olanak tanınması ve enerji verimliliği açısından avantaj sağlamaktadır.

Uygulanacak üretim yöntemi; hedeflenen ürün tipi (şekerli, şekersiz, kaplamalı, fonksiyonel, tıbbi), formülasyonda yeralan aktif bileşenlerin ısıya duyarlılığı ve tüketici talepleri doğrultusunda belirlenmektedir. Sakız üretim teknolojileri, artan pazar çeşitliliği ve fonksiyonel beklentiler ışığında sürekli olarak gelişmekte; sürdürülebilirlik, enerji verimliliği ve ürün kalitesi gibi parametreler ön planda tutulmaktadır.

2.1.3. Sakız Çeşitleri ve Özellikleri

Sakızlar, içerikleri ve kullanım amaçlarına göre dört ana gruba ayrılmaktadır: şekerli sakızlar, şekersiz sakızlar, kaplamalı sakızlar ve tıbbi sakızlar. Şekerli sakızlar; sakkaroz, glikoz şurubu ve dekstroz gibi karbonhidrat bazlı geleneksel tatlandırıcılar kullanılarak formüle edilmektedir. Buna karşılık, şekersiz sakızlarda sakkarozu alternatif olarak sorbitol, ksilitol ve mannitol gibi polioller tercih edilmekte olup, bu bileşenler düşük glisemik indeksleri ve diş çürüklerine karşı koruyucu etkileri ile öne çıkmaktadır. Şekerli ve şekersiz sakızların temel farkı, tatlandırıcı bileşenlerin türü ile ilişkili olup, bu fark Tablo 2.2.'de özetlenmiştir.

Tablo 2.2. Şekerli ve Şekersiz Sakızların Bileşim Açısından Karşılaştırması

Bileşen	Şekerli Sakız (%g/g)	Şekersiz Sakız (%g/g)
Sakız Bazı	20–25	20–25
Şeker (Sakkaroz)	45–60	-
Glikoz Şurubu	15–25	-
Polioller (Sorbitol, Ksilitol, Mannitol)	-	50–65
Tatlandırıcılar (Yüksek yoğunluklu)	-	0.1–0.5
Aroma Vericiler	1–2	1–2
Renklendirici ve Diğer Katkılar	1–3	1–3

Kaplamalı sakızlar, dış yüzeylerine uygulanan kaplama sayesinde hem görsel olarak cazip hale getirilmekte hem de su aktivitesi kontrol edilerek ürünün raf ömrü uzatılmaktadır. Endüstride bu üç sakız türü, farklı aroma, şekil ve boyutlarda üretilmekte; bazı formlara fonksiyonel değer katmak amacıyla vitamin ve mineraller gibi besinsel bileşenler de eklenebilmektedir.

Tıbbi sakızlar ise, farmasötik veya nutrasötik etken maddeleri içeren, ağızda çiğnenen ancak yutulmayan tek dozluk preparatlar olarak tanımlanmakta ve Avrupa Farmakopesi'nde bu şekilde sınıflandırılmaktadır (Maggi vd., 2013; Paradkar vd., 2016). Bu ürünler, lokal ağız hastalıklarının tedavisinden sistemik etki gösteren tedavi protokollerine kadar geniş bir uygulama alanına sahiptir. Antiseptik, antifungal, analjezik, antiemetik ve nikotin replasman tedavisi gibi farklı terapötik amaçlarla geliştirilen bu sakızlar, mukozal absorpsiyon yoluyla etken maddelerin hızla sistemik dolaşıma geçmesini sağlayarak farmakokinetik avantajlar sunmaktadır (Yang, Wang ve Zhang, 2004). Böylece gastrointestinal sistemde karşılaşılan ilk geçiş metabolizmasının etkisi azaltılarak, biyoaktif bileşenlerin biyoyararlanımı artırılabilir (Tablo 2.3.). Yapılan araştırmalar, tıbbi sakızlardaki etken maddelerin doku dağılımı ve terapötik etkinliği üzerinde olumlu etkiler sağladığını göstermektedir.

Tablo 2.3. Tıbbi Sakızlarda Kullanılan Biyoaktif Bileşenler ve Terapötik Amaçları

Etken Madde	Terapötik Amaç	Kullanım Açıklaması
Nikotin	Sigara bırakma (nikotin replasman tedavisi)	Yavaş ve kontrollü nikotin salınımı ile nikotin yoksunluğu belirtilerinin azaltılması
Klorheksidin	Oral antiseptik	Ağız içi bakteriyel yükün azaltılması, gingivit ve periodontitis tedavisine destek olmak amacıyla
Kafein	Zihinsel uyanıklık, yorgunluk azaltımı	Enerji artırıcı sakız formülasyonlarında
Dimenhidrinat	Antiemetik	Bulanti ve kusmayı önlemek amacıyla, özellikle yolculuk sırasında
Parasetamol	Analjezik, antipiretik	Hafif-orta şiddette ağrı ve ateşin giderilmesinde sistemik emilim yoluyla kullanımında
Dekspantenol + Çinko	Oral yara iyileşmesi	Aftöz ülserlerin veya ağız içi irritasyonların tedavisinde mukozal iyileşmesinde
Ksilitol	Anti-kariyojenik etki	Diş çürüklerinin önlenmesi amacıyla; tükürük akışını artırarak remineralizasyona katkı amacıyla
İzomalt + Vitamin C + Çinko	Bağışıklık sistemi destekleyici	Fonksiyonel sakızlarda bağışıklık güçlendirme amacıyla

2.1.4. Sakızlarda kalite parametreleri

Sakızı diğer gıda ürünlerinden ayıran üç özellik vardır; ağızda kalma süresi, dişlerin uyguladığı mekanik darbe süresi ve tüketildikten sonra kalan kısımların atılımı. Sakızın ana

kalite parametreleri ise tat-aroma, tekstür ve duyuşsal özellikleridir. Özellikle sakızdaki koku maddelerinin ağız içi salınım özelliklerinin detaylı olarak anlaşılması, kaliteli ürün elde etmek için son derece önemlidir (Itobe vd., 2012).

2.1.4.1. Tat-Aroma

Konvansiyonel bir sakız ürününün, benzer gıda formülasyonlarıyla karşılaştırıldığında, tüketim süresi boyunca aromatik bileşenlerini daha uzun süre boyunca ve dengeli bir şekilde salması beklenmektedir (Blee vd., 2011). Bu nedenle, sakızın aroma salınım periyodu ana kalite kontrol kriteri olarak kabul edilir (Wong vd., 2009). Tat, diğer gıda ürünlerine göre daha önemli kalite parametresidir, çünkü sakızın aroması, anında lezzet etkisi, çiğnerken uzun süre koku maddelerinin algılanması, üstün koku kalitesi ve uygun yoğunluk mükemmel ağızda salınım için güçlü bir şekilde gereklidir (Ovejero-Lopez vd., 2004; Itobe vd., 2012).

Sakızda aroma salınımının önemi göz önüne alındığında, üretim, depolama ve tüketim dönemlerinde sakızdan uçucu aroma salınımını gözlemlemek için uygun analitik tekniklerin geliştirilmesi dikkat çekmektedir (Wong vd., 2009), çünkü sakız gibi karmaşık gıda matrislerinin tat salınımının tahmininin yapılması zordur (Siefarth vd., 2011). Sakızda tat salınımı ve algılama mekanizmalarının daha iyi anlaşılabilmesi, reseptörlere yakın konumda etkili olan anahtar tat uyarıcılarının salım profillerini izleyen analitik yöntemlerin, duyuşsal değerlendirme teknikleriyle entegre edilmesi sayesinde mümkün olmaktadır (Potineni ve Peterson, 2008b). Sakızdaki aromanın algılanması, ilgili aromanın üründen salınma davranışını ve bunların retronazal yoldan aroma algısının gerçekleştiği burun boşluğuna ulaşmasını içerir (Itobe vd., 2012). İlk olarak ağız ve burundaki reseptörler yiyeceklerin tadını algılar ve ardından sinyaller üretirler. Bu sinyaller sinir sisteminde işlenir (Davidson, Linforth, Hollowod ve Taylor, 1999). Sakızın çiğnenmesi, düzenli bir salım paternine (perde açılım modeline) yol açabilir ve bu süreç boyunca üst solunum yoluna uçucu bileşiklerin iletimi sağlanabilir (Blee vd., 2011). Aroma algısı ise, bu mekanizmayla ilişkili olarak, çok aşamalı bir süreci kapsar ve hem fiziksel salım dinamiklerini hem de biyolojik algılamayı içeren karmaşık etkileşimleri içerir. İlk olarak, kokular sakızdan salınır ve çiğneme sırasında tükürük ile seyretilir. Daha sonra ağız boşluğunun üst boşluğuna uçarlar ve retronazal yoldan burun boşluğuna taşınırlar, burada koku alma epitelindeki reseptörlerle etkileşime girerler. Algılamaya ilişkin bilgiler, tat ve koku reseptörleri tarafından algılandıktan sonra elektrokimyasal sinyallere dönüştürülerek

sinir sistemi aracılığıyla merkezi sinir sistemine iletilir. Sinyallerin beyne iletilmesi sonucunda aroma algılanır. Bu nedenle, çiğneme sırasında her kokunun ağızdan salınması, işlemdeki her adımdan etkilenecektir (Itobe vd., 2012). Günlük hayatta sakız tüketiminin en çekici nedenlerinden biri olan ağız kokusunun üstesinden gelmek için ağızda koku salınımı da önemlidir.

Nihai sakız formülünde aromalar düşük konsantrasyonlarda (yaklaşık 0.4%'den 1.0%'e) olsa da son ürünün kalitesi göz önüne alındığında sakız bazından sonra ikinci önemdedir (Wong vd., 2009). Tat bileşiklerinin sakızdan salınması geleneksel olarak aroma/sakız endüstrilerinde log P (hidrofobiklik ve polarite göstergesi) ve log cP'nin (Sakız Baz-Su Bölme Katsayısı: buhar basıncı ve uçuculuk göstergesi) termodinamik parametrelerine dayanarak tahmin edilmiştir (Potineni ve Peterson, 2008a). Bu iki parametre, sakız matrisi için karşılık gelen aroma bileşiklerinin salınım özellikleri ile ilgili bilgi sağlar.

Atmosferik basınçlı kimyasal iyonizasyon kütle spektroskopisi (APCI-MS), Proton Transfer Reaksiyonu (PTR)-MS ve duyuşal zaman-yoğunluk (TI) yöntemleri sakız sistemlerinde uçucu bileşiklerin salınım özelliklerini gözlemek için kullanılır. Ayrıca, Zhang (2014) ve Wong (2009) çalışmalarında sakızlarda aroma salınımını HS-SPME – GC/MS tekniğı ile incelenmiştir. Ayrıca Niederer ve arkadaşları (2003) çeşitli termodinamik parametreleri örneğın bölünme katsayıları, aktivite katsayıları, Henry sabitleri, aroma bileşikleri ve sakız bazları arasındaki çözeltinin molar ısısı gibi parametreleri çalışmalarında Ters Faz Kromatografisi kullanarak incelemişlerdir. Sakız bazı ve aroma verici bileşikler arasındaki daha fazla çekim, çiğneme sırasında daha yavaş salıverme veya kalıcılık ile sonuçlanır ve bunun tersi de geçerlidir (Potineni ve Peterson, 2008a). Bu nedenle formülasyonda kullanılan sakız mayası/tat bileşigi tipinin optimizasyonu, aroma salınımı açısından istenilen kalitede sakız üretimi için esastır.

Tat bileşiklerinin gıda matrisi içerisindeki dokuya entegrasyonu ve salınım profillerinin, geleneksel şeker içeren ürünlerde hedeflenen duyuşal kaliteye uygun biçimde optimize edilebilmesi, uçucu bileşenler arasındaki fizikokimyasal etkileşimlerin detaylı şekilde anlaşılmasını gerekli kılmaktadır. Bu etkileşimlerin karakterizasyonu, tat bileşiklerinin salım kinetiğini ve duyuşal algılanabilirliğini doğrudan etkileyerek, ürünün genel aroma profili ve tüketici beğenisi açısından kritik bir rol oynamaktadır (Siefarth vd., 2011).

Sakız matrisi özelinde değerlendirildiğinde, tat bileşiklerinin farklı fazlar arasındaki dağılımı, her bir fazın ilgili bileşiğe olan afinitesiyle doğrudan ilişkilidir. Bu dağılım, literatürde çoğunlukla bileşiğin hidrofobik karakteri üzerinden açıklanmakta olup, özellikle hidrofobik tat bileşiklerinin yağ fazında, hidrofilik olanların ise sulu fazda daha yüksek oranda çözünme eğiliminde olduğu bilinmektedir (Potineni ve Peterson, 2008a). Yapılan araştırmalar, sakızdan tükürüğe gerçekleşen aroma elüsyonunun, hidrofobik sakız bazı ile hidrofilik tükürük ortamı arasındaki iki fazlı sistemdeki ayrışma mekanizması ile açıklanabileceğini ortaya koymuştur. Bu bağlamda, aroma bileşiklerinin hidrofobiklik/hidrofiliklik düzeylerinin (polarite) salım miktarı üzerinde belirleyici etkiye sahip olduğu varsayılmaktadır (Itobe vd., 2012).

Harrison (2000), farklı aroma bileşenlerinin salım mekanizmalarını log cP değerine göre sınıflandırarak, düşük log cP değerine sahip uçucu bileşiklerin daha hızlı salınıp daha çabuk tükendiğini ortaya koymuştur. Sotsman vd. (2009) ise, aroma salım profilinin, uçucu bileşiklerin hidrofiliklik derecesi ile belirlendiğini rapor etmiş; hidrofilik karakterli bileşiklerin ($\log P < 1.8$) çiğneme sürecinin ilk dakikalarında hızla salındığını, buna karşın daha hidrofobik bileşiklerin ($\log P > 1.8$) zamanla artan ve daha uzun süreli bir salım profili sergilediğini belirtmiştir. Tat bileşiklerinin çiğneme süresince düzensiz salınımı, duyu kalite açısından istenmeyen bir durum olarak değerlendirilmekte ve bu durum, enkapsülasyon teknikleri ile kontrol altına alınabilmektedir.

Aroma maddelerinin sakız matrisinden tamamen serbest bırakılmaması da dikkat çeken bir sınırlılık olup, bu durum matris özellikleriyle doğrudan ilişkilendirilmektedir. Nitekim, Krause vd. (2011) tarafından yapılan çalışmada, birçok aroma maddesinin çiğneme sonrasında bile kapsül yapısında kaldığını göstermiştir. Yamano ve Tezuka (1979), D-karvon ve L-mentolün 10 dakikalık çiğneme sonunda yalnızca %23-27'sinin salındığını ve 60 dakika sonunda bu oranın %58-62'ye ulaştığını rapor etmiştir. De Ross (2003) ise sakızın sertliği, çiğneme etkinliği ve plastikleştirici varlığı gibi parametrelerin aroma salınımını etkilediğini, 30 dakikalık çiğneme sürecinde uçucu bileşiklerin %10-50'sinin serbest kaldığını belirtmiştir.

Sakızlarda lezzet salınımını iyileştirmek adına çeşitli yaklaşımlar geliştirilmiştir. Örneğin, Santos vd. (2014), zaman-yoğunluk analizleriyle yürüttüğü çalışmada, ksilitol ve mentol salınımının mikrokapsülasyon yoluyla kontrol altına alınabildiğini ve bu yolla

mentole özgü soğutma hissinin süresinin uzatılabildiğini ortaya koymuştur. Yüksek enkapsülasyon verimliliği sayesinde mentolün uzun süreli duyuasal etki sağladığı da belirtilmiştir. Ayrıca, tükürüğün retronazal aroma salınımına olan etkisi önemli bulunmuş ve bu etkinin daha iyi anlaşılabilmesi için ileri araştırmalara ihtiyaç olduğu vurgulanmıştır (Itobe vd., 2012).

Sakız model sistemlerinde, farklı hidrofobik bileşiklerin salım mekanizmalarını incelemek amacıyla, denge dışı (dengesiz) parçalanma modeline dayalı kinetik yaklaşımlar uygulanmıştır. Bu model, özellikle çiğneme sürecinde matriste meydana gelen fiziksel bozulmalar ve fazlar arası kütle transferi gibi dinamiklerin, bileşiklerin salım hızına ve profiline etkisini analiz etmek için geliştirilmiştir (De Ross vd., 1994). İlk 5 dakika (termodinamik kontrol) için aroma bileşiklerinin salınımı ile log cP değeri arasındaki doğrusal etkileşim belirlenmiştir. Daha uzun çiğneme süreleri için log cP ile aroma salınımı arasındaki ilişkinin düşük olması nedeniyle log cP kullanımı uygun değildir. Bu nedenle, 5 dakika sonrasındaki tat salınımı, difüzyon ve çiğneme verimliliği ile daha iyi açıklanmıştır.

Diğer çalışmalarda sakız tatlılığı ve lezzet hissi arasındaki ilişkiler de araştırılmıştır (Davidson vd., 1999 ve 2000). Sakızda lezzet yoğunluğunun algılanma süresi için en önemli parametrenin, uçucu madde salınımından bağımsız olarak tatlılık salınım hızı olduğuna inanılmaktadır (Krause vd., 2011). Başka bir deyişle, sakız yüksek tatlılık düzeyine sahip olduğunda aroma daha uzun süre algılanır (Krause vd., 2011). Davidson vd. (1999), zaman içinde nane aroma yoğunluğunu değerlendirdiği sakız sisteminden, menton ve sakarozun salınım özelliklerini araştırmıştır. Bu çalışma sonucunda nane aroma yoğunluğunun azalması ile sakaroz konsantrasyonunun zamana göre ilişkisi rapor edilmiştir. Raithore (2012) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, hem aroma bileşikleri hem de yüksek yoğunluklu tatlandırıcılar için lezzet salım profilleri incelenmiş ve elde edilen bulgular, poliol türünün salım dinamikleri üzerinde belirleyici bir rol oynadığını göstermiştir. Özellikle suda çözünürlüğü en düşük olan poliol (mannitol) ile formüle edilen numunede en yüksek lezzet salınımı gözlenirken, suda en yüksek çözünürlüğe sahip poliol (sorbitol) kullanılan formülasyonda ise en düşük salım değerleri elde edilmiştir. Çalışmada, tat salınımı açısından poliol-tat etkileşimine özgü bir ilişki raporlanmış; aroma bileşiklerinin salınımı büyük ölçüde kullanılan poliol türünden etkilenirken, yüksek yoğunluklu tatlandırıcıların salınımı ise esas olarak partikül boyutuna bağlı bulunmuştur.

Ayrıca, az yağlı gıdalarda lezzet salınımının yoğunluğunun artması, yüksek yağlı gıdalara kıyasla bolus ağırlığı ile daha orantılıdır. Bu nedenle, yağın ağız boşluğu yüzeylerine seçici olarak yapışmasından kaynaklanabilen ve bu şekilde lipofilik aroma salınımı için gerekli olan etkin yüzey alanı değişebilir (Linthorpe, Blissett ve Taylor, 2005). Ancak bileşiklerin aroma salınımı onların kimyasal yapılarına yani özelliklerine bağlıdır. Önceki çalışmalara göre, bir bileşiğin hidrofobik (lipofilik) ya da hidrofilik doğası, gıda matrisindeki salım ve algılanma dinamiklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Özellikle sütlü tatlılar gibi yağ içeriği yüksek ürünlerde, lipofilik aroma bileşiklerinin yağ fazında tutulma eğilimi gösterdiği ve bu nedenle ürünün yağ içeriği ile bu bileşiklerin tutulması arasında pozitif bir korelasyon bulunduğu rapor edilmiştir. Bu durum, aroma salınımını kontrol etmek ve istenilen tat profilini elde etmek açısından yağ oranının kritik bir parametre olduğunu ortaya koymaktadır (Gonzalez-Tomas, Bayarri, Taylor ve Costell, 2007; Van Ruth, de Witte ve Rey Uriarte, 2004). Aksine, katı ve sıvı yağların daha yüksek konsantrasyonları tipik olarak uzun zincirli aldehytler gibi hidrofobik koku veren maddelerin uçuculuğunda azalmaya yol açar (Keršiene, Adams, Dubra, De Kimpe ve Leskauskaitė, 2008). Yağların aroma salınımını iki faktörden dolayı etkilediği bildirilmiştir: (i) lipofilik aroma bileşikleri için çözücü olması ve (ii) tekstür üzerindeki etkisi (Arancibia vd., 2015). De Roos (1997), gıda bileşenleri arasında lipidlerin, karşılık gelen malzemeler ve gaz fazı arasında aroma bileşiklerinin bölünmesi üzerinde en büyük etkiye sahip olduğunu bildirmiştir.

2.1.4.2. *Tekstür*

Sakız bileşenleri, nihai ürünün dokusal özelliklerinde olduğu kadar, ara ürünlerin işlenebilirliğinde de önemli bir role sahiptir. Reçineler, yapışkan bir gövde ve mukavemet sağlamak için sakız mayalarında kullanılır ve çoğunlukla sakız reçinesinin gliserol esterlerini, terpen reçinelerini ve polivinil asetatı içermektedir (Tisdale ve Wilkins, 2014). McGowan vd. (2005), formülasyona vaksların eklenmesinin aroma salınımı, raf ömrü ve doku açısından duyu özelliklerinin iyileştirilmesine yol açtığını belirtmiştir. Şeker veya poliollerin kristalleşmesi, ürünlerin dokusunda bozulmaya neden olur. Bu nedenle tekstürel özellikler açısından formülasyonda kullanılan şeker veya poliol miktarlarına dikkat edilmelidir. Aksi takdirde, ürünlerin tüketici tarafından kabul edilebilirliği kristalleşmeden dolayı olumsuz etkilenebilir.

Şekersiz ürünler çok popülerdir ve bu ürünlerin üretimleri esnasında şekerin yerini polioller ve yüksek yoğunluklu tatlandırıcılar alır. Bu yer değişimi, hem lezzet bileşenlerinin salınımını hem de ürün dokusunu etkiler (Siefarth vd., 2011).

Elastomerler, tükürüğü emerek ve sakız çiğnenirken kaygan hale gelerek önemli bir hidrofilik yapışkanlık giderici rolü oynarlar (Tisdale ve Wilkins, 2014). Ayrıca sakız üretiminde emülgatör seçimi de dikkate alınmalı ve hidrofilik-lipofilik denge (HLB) değeri 1.6-7.0 arasında olan bir emülgatör tercih edilmelidir. Çünkü bazı durumlarda emülgatörler plastikleştirici işlevi görürler. Emülgatörler, sakız için pürüzsüz bir yüzey sağlar, sakızın yapışkanlığını azaltır ve karıştırmaya yardımcı olur. Sakız bazının birbiriyle uyumsuz bileşenlerini bir araya getirirler, böylece tek bir sürekli ve ince dağılmış kararlı bir sistem oluşturulabilir. Aynı zamanda, tek tip lezzet dağılımı sağlamak için aromaların sakız bazına dahil edilmesine yardımcı olabilirler ve sakızın dişlere ve dudaklara yapışkanlığını azaltırlar (Raithore, 2012). Vaksılar ve plastikleştiriciler gibi diğer içerikler, sakıza daha iyi bir çiğneme kalitesi vermek amacıyla, sakız bazlarının dokusunu geliştirmek için kullanılırlar. Sakız bazını yumuşatarak karıştırma işlemine de yardımcı olurlar.

Sakız formülasyonlarında bulunan bileşenlerin fiziksel özellikleri de dokusal özellikler üzerinde etkiye sahiptir. Bu açıdan şeker, en önemli bileşen olarak kabul edilebilir. Sistematik bir çalışma olmamasına rağmen, sakız üreticileri sakkarozun partikül boyutunun sadece üretim süreci üzerinde değil, aynı zamanda sakızın nihai dokusu üzerinde de etkisi olduğunu fark etmişlerdir. 40 µm altındaki boyutların ürünü daha sıkı hale getirdiği, 150 µm üzerindeki boyutların ise pütürlü bir doku verdiği gözlenmiştir (Raithore, 2012).

Tekstür ve aroma arasındaki karşılıklı etkileşim ile sakızın dokusal özelliklerinin, çözünebilen bileşenlerin ağız içerisindeki salınımı üzerindeki etkisi farklı çalışmalarda detaylı biçimde ele alınmıştır. Gıda bileşenlerinin fiziksel yapısı, özellikle de tekstürü ve içerdiği nem miktarı, çiğneme ve yutma gibi oral işlem basamakları sırasında uygulanan mekanik kuvvetlerin şiddetini belirleyici bir role sahiptir. Bu durum, lezzet bileşiklerinin salınımına hem zamansal hem de yoğunluk açısından önemli katkılar sunar (Blee, Linforth, Yang, Brown ve Taylor, 2011).

Tat ve aroma bileşenlerinin salınım süreci, gıdanın dokusal özellikleri ve bileşimsel yapısından etkilenecek bölümlenmiş bir şekilde gerçekleşmektedir (Ovejero-Lopez, Haahr, Van den Berg ve Bredie, 2004). Ancak bu etkileşim oldukça karmaşıktır ve aynı anda çok sayıda faktörün etkisi altında şekillenir. Örneğin, tat bileşiklerinin oranlarında yapılan değişiklikler, sakızın tekstürel özelliklerini doğrudan etkileyebilir (Raithore, 2012).

Bu kapsamda yapılan çeşitli çalışmalar, sakız bazlı modellerde tekstürel özellikler ile tat/aroma salınımı arasındaki ilişkiyi ortaya koymaya çalışmıştır. Özellikle De Ross (2003) ile Potineni ve Peterson (2008) tarafından gerçekleştirilen araştırmalar, dokunun lezzet salınımı üzerindeki etkisini nicel ve nitel boyutlarıyla değerlendirmiştir. Bu bulgular, fonksiyonel sakız tasarımında hem doku hem de aroma kontrolünün bütüncül bir yaklaşımla ele alınması gerektiğini göstermektedir.

2.1.4.3. Duyusal Özellikler

Sakız formülasyonuna eklenen bir tat bileşiğine karşı duyusal yanıt, esas olarak ağız içi lezzet salınımının hızına ve yoğunluğuna bağlıdır. Bu salınım süreci, sakız, tükürük ve hava fazları arasındaki geçişleri ve kütle transfer hızlarını içeren kompleks bir dinamiğe dayanmaktadır (Harrison, 2000; Itobe vd., 2012). Ağızda algılanan duyular yalnızca kimyasal değil, aynı zamanda fiziksel uyarımlar sonucunda da ortaya çıkmaktadır. Özellikle ağız hissi, dokusal yapı ve sıcaklık gibi fiziksel parametrelerin oral reseptörler üzerinde yarattığı stimülasyon ile oluşur (Raithore, 2012).

Tat ve aroma algıları başlangıçta ayrı olarak değerlendirilebilse de, çiğneme süreci ilerledikçe burun yoluyla algılanan aroma bileşenlerinin konsantrasyonu belirli bir seviyede sabitlenerek uzun süreli bir retronazal algıya neden olur (Davidson vd., 1999). Bu durum, çiğneme süresince değişen lezzet algısının yalnızca bileşik salınımı ile değil, aynı zamanda salınımın zamansal dağılımı ve duyusal adaptasyon süreçleriyle de ilişkili olduğunu göstermektedir.

Gıda lezzet algısının dinamik sürecini anlamak için zamana bağlı araştırma yöntemlerini uygulamak gerekir (Ovejero-Lopez vd., 2004). Bir zaman-yoğunluk (TI) çalışması, yoğunluk çeşitliliğini gözlemlemek için yaygın olarak kullanılan ilgili bir araçtır. Bu yöntemde, karşılık

gelen malzemenin yoğunluğu ile algılanma süresi arasındaki ilişki grafiksel olarak açıklanır (McGowan ve ark, 2005). Sakız ürünlerinin kalite ve etkinlik değerlendirmesinde, zaman-yoğunluk (time–intensity, TI) duyu analizi yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır (Druizer, Bloom ve Findlay, 1996; Guinard, Zoumas-Morse, Walchak ve Simpson, 1997; Davidson vd., 1999; Neyraud, Prinz ve Dransfield, 2003; Ovejero-Lopez, Bro ve Bredie, 2005; McGowan ve Lee, 2006; Santos vd., 2014). Bu yöntem, aroma yoğunluğundaki zamana bağlı değişimlerin izlenmesine olanak tanıdığı için özellikle sakız gibi uzun süreli tüketilen ürünlerde duyu profilin ayrıntılı olarak ortaya konulmasında oldukça faydalıdır (Delarue ve Loescher, 2004). Zaman-yoğunluk analizi, lezzet bileşenlerinin ağız içindeki salınım sürecini nicel olarak değerlendirmeyi mümkün kılarak, ürün geliştirme ve formülasyon optimizasyonu süreçlerinde önemli bir araç olarak kabul edilmektedir.

Katı gıdalarda katı matrisi ile ağız sıvı fazı (tükürük) arasında kütle aktarımı gerçekleşir ve daha sonra aktarım yönü gaz fazına (nefes) doğrudur. Bu durumda, ağızda bulunan matris ve aroma miktarı ve yapısı aroma salınımında önemli bir rol oynayabilirken, matris bozunma seviyesi ve etkili yüzey alanı çiğneme yoğunluğu ve süresinden etkilenir (Linthorpe vd., 2005). Bulgular, sakız bileşimindeki varyasyonun hem enstrümantal hem de duyu yöntemlerle analiz edilebileceğini ve uygun sonuçlar elde edilebileceğini göstermiştir (Ovejero-Lopez vd., 2004). Blee vd. (2011), farklı şekerleme türlerini tüketen panelistler arasındaki *in vivo* uçucu salınım varyasyonunu araştırmıştır. Sakızların, uçucu bileşen dağılımından ve ağızdaki çiğneme yoğunluğundan etkilenerek, maksimum bileşen salınımı sağladığını belirtmişlerdir. Krause vd. (2011), bir tür çiğneme cihazı tarafından aroma salınımının araştırılmasının yapılabileceğini ve bu cihazın, panelistler tarafından yürütülenden daha tekrarlanabilir ve sağlam sonuçlar sağlayabileceğini bildirmiştir.

Nane aromalı sakızda aroma salınımı analizleri, enstrümantal analiz ve duyu testler kullanılarak gerçekleştirilmiş (Ovejero-Lopez vd., 2004) ve genel olarak APCI-MS ve TI gözlemleri arasında bir uyum gözlenmiştir. Ancak, vücut içi çalışmalarla lezzet salınımı ve algılama süresi arasındaki etkileşim hakkında bilgi elde etmek mümkün olsa da uygulanan yöntemlerin yapay çiğneme cihazları ile giderilebilecek dezavantajları vardır (Krause vd., 2011). Örneğin, panelistler arasında gözlemlenen uçucu bileşik dağılımındaki farklılıklar, bireysel çiğneme davranışlarına bağlı olarak değişen oral motor aktivitelerin bir sonucu olarak, velofaringeal açıklıktaki (ağız ve burun boşluğu arasındaki geçiş yolu) varyasyonlardan

kaynaklanabilir. Bu anatomik farklar, uçucu bileşiklerin retro-nazal yolla burun boşluğuna taşınmasını ve dolayısıyla aroma algısının bireyler arasında farklılık göstermesini etkileyebilmektedir (Blee vd., 2011).

Yemek tüketimi dinamik bir süreç olduğundan, gıdanın dokusal özelliklerinin lezzet salınımı ve duyuşsal algı üzerindeki etkisi in vivo çalışmalarla detaylı olarak araştırılmıştır (Raithore, 2012). Ovejero-Lopez ve arkadaşları (2004), nane yağının retronazal konsantrasyonu ile algılanabilirliğinin, sakız formülasyonunda kullanılan konsantrasyon düzeyine (%0.5–2 w/w) bağlı olarak değiştiğini ortaya koymuşlardır. Bu çalışmada, kullanılan tatlandırıcıların (örneğin sorbitol ve ksilitol) aroma salınımı üzerindeki etkilerinin daha sınırlı olduğu da vurgulanmıştır.

Benzer şekilde, Druizer, Bloom ve Findlay (1996) tarafından yürütülen bir diğer çalışmada, sakızdaki tatlılık ve nane algısı, ikili özellik analizi kullanılarak değerlendirilmiştir. Araştırma bulgularına göre, tatlılık bileşenlerinin daha hızlı salınımı, sadece tatlılık algısının süresini ve yoğunluğunu artırmakla kalmamış, aynı zamanda nane aromasının algısal süresini de uzatmıştır. Bu bulgular, tatlılık ve aroma bileşenleri arasında sinerjik bir etkileşime işaret etmektedir.

Davidson ve arkadaşları (1999), gerçekleştirdikleri çalışmada sakız sistemindeki sükroz ve menton bileşiklerinin çiğneme esnasındaki iletim yollarını incelemişlerdir. Bulgular, sükrozun tat yoluyla (oral), mentonun ise aroma yoluyla (nazal) algılandığını göstermiştir. Ancak ilginç bir şekilde, panelistlerin nane aroması algısının menton salınımı yerine sükrozun salınım eğrisini takip ettiği gözlemlenmiştir. Bu durum, aromatik alginın yalnızca uçucu bileşiklerle değil, eşzamanlı salınan tat vericilerle olan etkileşiminden de önemli ölçüde etkilendiğini ortaya koymuştur. Aynı çalışmada gerçekleştirilen eşzamanlı zaman-yoğunluk (TI) analizi ile birlikte kimyasal salım verilerinin değerlendirilmesi, sakızdan salınan uçucu ve uçucu olmayan bileşikler arasındaki algısal etkileşimin nitel ve nicel olarak ortaya konulmasına olanak sağlamıştır (Davidson vd., 1999).

Renk, ürünlerin tüketici tarafından kabul edilebilirliğini etkileyen belirleyici duyuşsal parametrelerden biridir. Ayrıca sakız bir günde tekrar tekrar kullanılabilirdiğinden renklendirici bileşiklerin ağızdaki koşullara karşı stabil kalması da önemlidir. Bu nedenle, sakız

formülasyonlarında stabil renklendirici bileşikler kullanılabilir. Kapsüllenmiş renklendirme ajanları, daha uzun süre rengin stabil kalmasını sağlayabilir. Chranioti vd. (2015), Arap modifiye nişasta zamkı ile kapsüllenmiş safran ve pancar renklendirici ekstraktları kullanılarak üretilen sakız numunelerinde, pancar ekstraktına ait en yüksek a* değerleri ile safran ekstraktına ait en yüksek b* değerlerinin, renk stabilitesi açısından daha etkili bir koruma sağladığı belirlenmiştir. Bu bulgular, kullanılan kapsülleme materyalinin doğal renklendiricilerin renk özelliklerini koruma kapasitesine olumlu katkı sağladığını göstermektedir.

2.1.5. Türk Gıda Kodeksi (TGK), Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (EFSA) vb. Yasal Düzenlemeler

Sakız formülasyonlarında kullanılan katkı maddeleri, insan sağlığı açısından güvenli kabul edilen sınırlar içerisinde kullanılmak zorundadır. Bu sınırlar; Türk Gıda Kodeksi (TGK), Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (European Food Safety Authority - EFSA) ve Amerika Birleşik Devletleri Gıda ve İlaç Dairesi (Food and Drug Administration - FDA) gibi ulusal ve uluslararası otoriteler tarafından belirlenmektedir (Tablo 2.4.). Özellikle polioller sınıfına dahil olan sorbitol, ksilitol ve mannitol gibi şeker alkolleri için günlük alım düzeyleri (ADI – Acceptable Daily Intake) tanımlanmış olup, bu bileşiklerin aşırı tüketimi durumunda oluşabilecek fizyolojik etkiler dikkate alınarak etiketlemeye yönelik yasal zorunluluklar getirilmiştir. Bu kapsamda, sorbitol içeren ürünlerde, tüketicileri bilgilendirmek amacıyla "aşırı tüketimi laksatif etki yaratabilir" şeklinde bir uyarı ifadesinin ambalaj üzerinde yer alması gerekmektedir.

Aşağıda, sakız üretiminde yaygın olarak kullanılan bazı bileşenler ve katkı maddelerinin fonksiyonları ve kullanım oranlarına ilişkin genel bir tablo sunulmuştur (Tablo 2.4.). Belirtilen kullanım oranları, TGK ve Avrupa Birliği düzenlemelerinden derlenmiştir (TGK, 1999.). Kesin ve güncel bilgiler için ilgili mevzuatın incelenmesi tavsiye edilir.

Tablo 2.4. Sakız üretiminde kullanılan katkı maddeleri ve yasal düzenlemelere göre maksimum kullanım sınırları

Bileşen/Katkı Maddesi	Fonksiyonu	İzin Verilen Maksimum Kullanım Oranı
Sakız Bazı	Çiğneme dokusunu sağlar	Formülasyonun %20-30'u

Tatlandırıcılar	Tat verir	
– Şeker (Sakkaroz)	Doğal tatlandırıcı	Quantum satis (İhtiyaç duyulan miktarda)
– Glikoz Şurubu	Tatlandırıcı ve doku düzenleyici	Quantum satis
– Sorbitol (E 420)	Şeker alkollü tatlandırıcı	Quantum satis; aşırı tüketimde laksatif etki uyarısı gereklidir
– Ksilitol (E 967)	Şeker alkollü tatlandırıcı	Quantum satis; aşırı tüketimde laksatif etki uyarısı gereklidir
– Aspartam (E 951)	Yoğun tatlandırıcı	Quantum satis; "Fenilalanin kaynağı içerir" uyarısı gereklidir
Nem Tutucular	Ürünün nem dengesini korur	
– Gliserol (E 422)	Nem tutucu ve tatlandırıcı	Quantum satis
Emülgatörler	Bileşenlerin homojen dağılımını sağlar	
– Lesitin (E 322)	Doğal emülgatör	Quantum satis
Asitlik Düzenleyiciler	pH dengesini ayarlar	
– Sitrik Asit (E 330)	Asitlik düzenleyici	Quantum satis
Renklendiriciler	Ürüne renk verir	
– Titanyum Dioksit (E 171)	Beyaz renklendirici	Kullanımı yasaklanmıştır
Koruyucular	Raf ömrünü uzatır	
– BHA (E 320)	Antioksidan	400 mg/kg
– BHT (E 321)	Antioksidan	100 mg/kg

2.2. Sorbitol (Glusitol): Tanımı, Özellikleri ve Kullanım Alanları

Şeker alkolleri ya da diğer adıyla polioller (Tablo 2.5.), karbonhidratların hidrojenasyona uğramış formlarıdır; karboksil grupları birincil ya da ikincil hidroksil grubu olacak şekilde indirgenmiştir. Genel formülleri $H(HCHO)_{n+1}$ şeklindedir. Polioller beyaz kristal, yüksek nem çekici özellikte toz halinde veya şeffaf şurup halinde olabilirler. Sorbitol (E420), mannitol (E421), izomalt (E953), maltitol (E965), laktitol (E966), ksilitol (E967) bazı poliollere örnek olarak gösterilebilir. Tüm polioller, aynı miktarda sakkarozla kıyasla daha az enerji sağlamaktadırlar; aldo ve keto gruplarının olmayışı nedeni ile, aminoasit varlığında Maillard reaksiyonuna girmezler. Poliollerin tatlılıkları sakkarozla göre daha düşüktür. Çözünme ısıları oldukça yüksektir; bu nedenle ağızda ferahlatma etkisi poliollerin karakteristik özelliklerindendir; partikül büyüklükleri azaldıkça, verdikleri ferahlatma etkisi artar. Günlük alım sınırı gastrointestinal problemleri önlemek amacı ile, yetişkinler için 40-50 g, çocuklar

için 30 g'dır (Ghosh ve Sudha, 2012). Bazı poliollerin karakteristik özellikleri aşağıdaki tabloda yer almaktadır.

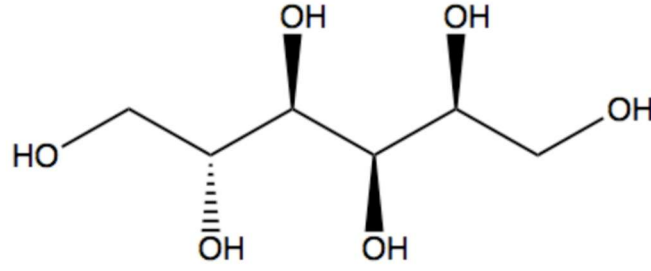
Tablo 2.5. Bazı poliollerin fiziko-kimyasal özellikleri (Zumbé vd., 2001)

Poliol	Sorbitol	Ksilitol	Mannitol	Maltitol	İzomalt	Laktitol	Eritritol
Moleküler ağırlık (g/mol)	182	152	182	344	355	362	122
Tatlılık (sakkaroz=1)	0.6	0.95	0.5	0.9	0.5	0.4	0.7
Çözünme ısı (kal/g, 25°C)	-26.5	-36.6	-28.9	-16.3	-9.4	-13.9	-23.7
Çözünürlük, 20°C'de (%KM)	73	63	20	60	25	52	37
Çözünürlük, 50°C'de (%KM)	83	80	31	70	45	74	55
Erime noktası (°C)	99	94	165	147	145-150	96	126
Nem çekicilik/Bağıl nem, 20°C'de (%)	74	82	94	89	88	90	91

2.2.1. Sorbitolün Kimyasal Yapısı

Sorbitol ($C_6H_{14}O_6$), altı karbonlu doğrusal bir polihidroksi alkoldür (Şekil 2.2.) ve glikozun katalitik hidrojenasyonu yoluyla elde edilen bir şeker alkolüdür. Bu reaksiyon sırasında glikoz molekülünün aldehit grubu hidroksil grubuna indirgenir, böylece tüm karbon atomları üzerinde hidroksil grubu içeren bir yapıya ulaşılır. Yapısında yeralan altı adet hidroksil grubu, sorbitolün güçlü hidrojen bağları kurmasına olanak sağlar; bu da onun yüksek higroskopisiteye (nem çekiciliğe) sahip olmasının temel nedenidir.

Sorbitol doğada bazı meyvelerde, özellikle erik, armut ve kayısı gibi türlerde doğal olarak bulunmasına rağmen, endüstriyel olarak yaygın biçimde nişasta türevli glikozdan üretilmektedir. Bu üretim süreci genellikle yüksek sıcaklık ve basınç altında platin, nikel veya rutenyum gibi katalizörlerin kullanıldığı hidrojenasyon reaksiyonlarını içerir.



Şekil 2.2. Sorbitolün kimyasal yapısı

Moleküler yapısı itibarıyla sorbitol, doğrusal bir zincirde altı karbon atomu üzerinde hidroksil grupları barındırır ve bu özelliği sayesinde kimyasal olarak alditol sınıfında yer alır. Kristal halde beyaz ve higroskopik özellikte olup, ticari olarak genellikle %70'lik sulu çözelti şeklinde kullanıma sunulur. Tatlılık derecesi sakkarozun yaklaşık %60'ı düzeyindedir ve düşük glisemik indeksi ile dikkat çeker.

Ayrıca, sorbitol α (alfa), β (beta), γ (gama) ve δ (delta) olmak üzere dört farklı kristal polimorfik forma sahiptir. ve bu polimorflar çözünürlük, erime noktası ve stabilite bakımından birbirinden ayrılır. En yaygın kullanılan formu γ (gama) formudur ve bu form 99–101 °C arasında erir, bu nedenle endüstriyel uygulamalarda tercih edilmektedir.

Sorbitol, nişastadan üretilmektedir. Nişasta tipik olarak, α -1, 4 glikozidik bağların bir kısmını hidrolize eden alfa amilaz varlığında ısıtılır. İkinci ısıtma basamağında ise nişastayı tamamen parçalamak için pullulanaz enzimi kullanır. Bu yüksek dekstroz eşdeğerine sahip şurup daha sonra aldehit gruplarını hidroksil gruplarına indirgemek için katalitik hidrojenasyona tabi tutulur. Oldukça reaktif, elektrofilik grupların çıkarılmasıyla elde edilen poliöl, artık maillard reaksiyonuna duyarlı değildir. Hidrojenasyon; çözünmüş bir metal katalizörü varlığında yüksek sıcaklık ve basınç koşullarında, hidrojen gazı ile nişasta hidrolizatlarının reaksiyona girmesi işlemidir (Ahmed vd., 2009). Hidrojenasyondan sonra, şurup bir iyon değiştirme işlemine tabi tutularak saflaştırılır (DeJong, 2018). Sonrasında ürün konsantre edilerek yoğunluğu artırılır. Sorbitol, sıvı yada toz formda olabilir. Sıvı ürün konsantre edildikten sonra (ticari olarak %70 kuru madde içeriğinde) son ürün elde edilmiş olur. Bahsi geçen proses adımları ile, hem kristallenebilen hem de kristallenemeyen sıvı sorbitol

üretilebilir. Kristalize sıvı sorbitol (C grade), kütlege, %91.5 ve üstü sorbitol içeren bir sorbitol şurubu olarak sınıflandırılırken; kristallenemeyen sıvı sorbitol (NC Grade) ise tipik olarak %71.5 – 85.0 oranında sorbitol içermektedir. Bu bilgiler ışığında, kristalize olabilen sorbitolün, daha yüksek saflıkta daha rafine bir sorbitol olduğu söylenebilir. Kristallenemeyen sorbitol tipik olarak sorbitol kristalleşmesini önleme yeteneğine ek olarak maltitol, mannitol ve az miktarda yüksek hidrojenlenmiş sakaritler içerir. Bu tip sıvı sorbitol en yaygın olanıdır ve başta şekerleme sektörü olmak üzere çok geniş bir kullanım ağına sahiptir. Kristalize sorbitol şurubu ise, farmasötik ve kimyasal uygulamalarda tercih edilmektedir. Kristalize sorbitol şurubu, konsantrasyonu artırılarak neredeyse tamamen kuru madde içeriğine ulaşınca kadar yoğunlaştırılır ve ardından toz sorbitol üretimi amacıyla kontrollü bir kristalizasyon işlemine tabi tutulabilir. Toz sorbitol, şekerleme sektöründe sakız üretiminde ve farmasötik tablet uygulamalarında yoğun olarak kullanılmaktadır (DeJong, 2018). Toz sorbitol kristalizasyon prosesi, bir çok farklı teknoloji ile yapılabilmektedir. Bu teknoloji nihai kullanıma bağlı olarak, ürünün fizikokimyasal özelliklerini ve raf ömrünü belirleyebilmektedir. Çeşitli kristalizasyon teknikleri arasında en avantajlı olanları granülasyon (püskürtmeli ve/veya döner), ekstrüzyon ve atomizasyondur (Bensouissi ve Camuel, 2017). Kristalizasyon işlemi sonucu ortaya çıkan parçacık gözenekliliği ve yapısı, ürünün herhangi bir uygulamadaki davranışı üzerinde büyük bir etkiye sahiptir. Bu nedenle, fiziksel özelliklerin başarılı bir şekilde kontrol edilmesi için ürünün hem parçacık hem de kristal yapısına dikkat edilmesi gerekmektedir (DeJong, 2018). Kristalizasyon sonrası, kristalize edilmiş kütle öğütülür ve istenen partikül boyutu dağılımını elde etmek için çeşitli elekler aracılığıyla elenir (DeJong, 2018).

2.2.2. Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Sorbitol, oda sıcaklığında beyaz kristalize katı formda veya endüstriyel kullanımda genellikle %70 konsantrasyonda berrak ve viskoz sulu çözelti halinde bulunur. Bu poliol, sakkarozu göre yaklaşık %60 oranında daha düşük tatlılık derecesine sahiptir ve düşük enerji değeri ile dikkat çeker. Moleküler yapısındaki altı hidroksil grubunun varlığı, sorbitolün yüksek hidrofilik karakter göstermesini sağlar; bu da suda yüksek çözünürlüğü (yaklaşık 235 g/100 g su, 25 °C’de) ile sonuçlanır.

Sorbitolün erime noktası, polimorfik formuna bağlı olarak genellikle 99–101 °C aralığında değişmektedir. Düşük çözünme ısısı nedeniyle, ağızda çözünürken serinletici bir etki

yaratır; bu özellik, özellikle şekerli sakız ve naneli ürünlerde ferahlatıcı tat profili sağlamak amacıyla değerlidir. Ayrıca sorbitol, düşük glikemik indeks özelliği sayesinde, kan glikoz seviyelerini ani yükseltmediğinden, diyabetik ürünlerde ve düşük kalorili diyetlerde yaygın olarak tercih edilmektedir.

2.2.3. Diğer Endüstrilerdeki Kullanım Alanları

Sorbitol, sahip olduğu çok yönlü fonksiyonel özellikleri sayesinde başta gıda olmak üzere, kozmetik, ilaç, kişisel bakım, tekstil, yüzey aktif madde ve poliüretan üretimi gibi birçok sektörde yaygın olarak kullanılan bir şeker alkolüdür. Hidrofilik yapısı sayesinde etkili bir nem tutucu (humektan) olarak işlev görmek ve bu özelliğiyle özellikle cilt bakım ürünleri, ıslak mendiller, losyonlar ve diş macunları gibi formülasyonlarda nemin korunmasına katkı sağlamaktadır. Düşük çözünme ısısı, ağızda serinletici bir his bırakarak ferahlık hissi sunar; bu nedenle diş macunlarında tatlandırıcı ve serinletici ajan olarak yaygın biçimde kullanılır.

İlaç endüstrisinde, sorbitol hem dolgu maddesi hem de kontrollü salım sağlayan taşıyıcı ajan olarak değerlidir. Çiğnenebilir tabletler ve ağız yoluyla alınan diğer farmasötik preparatlarda, etken maddelerin etkinliğini artırmak amacıyla tercih edilmektedir. Tekstil endüstrisinde ise boyama ve apre işlemlerinde kumaşların nem dengesini koruması, esneklik ve dayanıklılık özelliklerinin artırılması amacıyla kullanılmaktadır. Ayrıca, enzim ve izosorbid üretimi ile poliüretan endüstrisinde polioller eter sentezinde başlatıcı madde olarak görev yapar.

Gıda endüstrisinde, sorbitol yaygın olarak sükröze alternatif düşük kalorili bir tatlandırıcı olarak kullanılmaktadır (Ghosh ve Sudha, 2012). Tatlılık düzeyi sakkarozun %50–60'ı kadar olup, enerji değeri yaklaşık 2.7 kcal/g ile sükrözün (4 kcal/g) altında yer almaktadır. Bu özelliğiyle diyet ürünler, jöleler, şekerlemeler, çikolata, dondurma, kek, bisküvi, sakız, enerji barları, kurutulmuş meyve, reçel, marmelat, meyve dolguları, sütlü tatlılar ve sürülebilir çikolata gibi çok çeşitli ürün gruplarında kullanılmaktadır. Düşük glikemik indekse sahip olması ve ağızda uzun süre kalan ürünlerde (sakız, nane, diş macunu vb.) diş sağlığını destekleyici etkileri, onu fonksiyonel bir içerik haline getirmektedir.

Tüm bu avantajlarına rağmen, sorbitolün kullanımında bazı sınırlılıklar söz konusudur. Diğer polioller gibi sorbitol de sindirim sisteminden tam olarak emilemez; bu da aşırı tüketim

durumunda laksatif etkilere ve gastrointestinal rahatsızlıklara yol açabilir (Willibald-Ettle ve Schiweck, 1996). Ortalama tolerans seviyesi günlük 50 g civarındadır; ancak bireyler arasında değişkenlik gösterebilir (DeJong, 2018). Bu nedenle, sorbitol içeren ürünlerde porsiyon başına 10 g sınırının aşılması önerilmektedir.

Küresel ölçekte yıllık yaklaşık 2.4 milyon tonluk üretim hacmine sahip olan sorbitol, kalori içeren polioller arasında %50'lik pazar payı ile lider konumdadır. Sırasıyla ksilitol, mannitol ve maltitol sorbitolü takip etmektedir.

Kullanım alanlarına göre değerlendirildiğinde, sorbitol en yüksek payı %27 ile gıda sektöründe almakta, bunu kozmetik/kişisel bakım, yüzey aktif madde üretimi, C vitamini üretimi, ilaç ve poliüretan sektörleri izlemektedir. Küresel üretimin yaklaşık yarısı Çin'de gerçekleştirilmektedir. Çin'i Kuzey Amerika ve Avrupa Birliği ülkeleri takip etmektedir. Dünya pazarında etkin üreticiler arasında Roquette, Cargill, Tereos Syral, Shandong Tianli Pharmaceutical ve Huakang gibi firmalar yer almaktadır.

2.3. Sorbitolün Sakız Üretimindeki Rolü

2.3.1. Sakızın Yapısına ve Özelliklerine Etkileri

Sorbitol, sakız formülasyonlarında yalnızca tatlandırıcı değil, aynı zamanda fonksiyonel bir yapı düzenleyici olarak da görev yapmaktadır. Polihidroksil yapısı sayesinde yüksek nem tutma kapasitesine sahip olan sorbitol, özellikle şekersiz sakızlarda nem dengesini koruyarak ürünün kurummasını önler ve böylece çiğneme sırasında elastikiyet ve yumuşaklık sağlar.

Sorbitol aynı zamanda suda çözünür fazda yer aldığından, aroma taşıyıcılığı ve salınımı açısından önemli bir rol oynar. Tat bileşenlerinin salım süresini uzatmak ve homojen bir dağılım sağlamak için sorbitol, çözünebilir fazda aromaların kontrollü olarak serbest bırakılmasını destekler. Bu özellik, sakızın tat kalıcılığını artırarak tüketici memnuniyetini olumlu yönde etkiler.

Ancak sorbitolün kristalizasyon davranışı, formülasyonun fiziksel stabilitesini etkileyebilir. Uygun partikül boyutu seçimi ve kontrollü nem seviyeleriyle bu durum formülasyon sırasında önlenabilir ya da kontrol altına alınabilir. Özellikle uzun raf ömrü, tat ve

aroma stabilitesi ile yumuşak doku yapısının korunması, sorbitolün etkin kullanımı ile doğrudan ilişkilidir.

Sorbitol, her biri şekerli ürünlerde kristalizasyon kontrolünü zorlaştırabilecek farklı özelliklere sahip farklı kristal polimorflara sahiptir (Tablo 2.6.). Polimorfların, her birinin erime noktalarının, çözünürlüklerinin, kararlılıklarının ve fiziksel özelliklerinin farklı oldukları bilinmektedir. Sorbitol polimorfizmi ve kristalizasyonu üzerine bazı araştırmalar yapılmış olsa da, formülasyon ve üretim prosesinin şekerleme ve farmasötik uygulamalarda kristalizasyon davranışını nasıl etkilediği konusu, araştırmaya açık ve gelecek çalışmalar için fırsatlar barındıran bir konudur (DeJong, 2018).

Tablo 2.6. Kristal sorbitol polimorfik formlarının bazı fiziksel özellikleri (Jamieson vd., 2012)

Özellik	Polimorfik Form				
	E	α	δ	β	γ
Pik noktası (°C) (DSC ve DTA ile belirlenen)	75/83	88	89	97.5	101
Pik başlangıç noktası (°C) (DSC ve DTA ile belirlenen)	68	85	86	94.5	99
Erime aralığı (°C)	77-78.5	90.0-91.5	86.8-88.5	94.2-95.0	99.0-101.6
Yoğunluk (gram/cm³)		1.550	1.460	1.481	1.527
Suda çözünürlük (100 gr suda, 20°C'de)	252		252	216	211

Polimorfizm, bir bileşiğin çoklu kristal yapılara (polimorf) kristalleşebilme yeteneğidir (Bernstein, 2002). Literatürde sekiz farklı susuz sorbitol polimorfu (α , β , γ , δ , ϵ , F, E, E') olduğu bildirilmiştir (DeJong, 2018). Belirtilen susuz polimorflardan γ (gama), yaklaşık 99 °C'lik bir erime noktası ile en kararlı olanıdır. Bu nedenle, çoğu üretici, kalite ve fiziksel özelliklerde değişikliklere yol açabilecek polimorfik geçişlerin gerçekleşmesini önlemek amacıyla, γ formunda sorbitol üretmektedir. Daha az kararlı sorbitol polimorfları, zaman içinde en kararlı γ polimorfuna geçişe termodinamik olarak zorlanmaktadırlar (DeJong, 2018). Sorbitolün karmaşık polimorfik davranışı, literatürde bazı karışıklıklara neden olmakta, tek bir polimorf için birden fazla isimlendirmenin görülmesine yol açmaktadır. Tüm polimorfların kristal yapıları tam olarak karakterize edilmemiştir ve bazı çalışmalar, polimorfu sınıflandırma aracı olarak sadece erime noktasını bildirmiştir. Tablo 2.6., literatürde farklı kaynaklarda belirtilen

bazı sorbitol polimorfların fiziksel özelliklerini özetlemektedir. Tablodan da görülebileceği üzere, E, α ve δ ile β ve γ formlarının erime noktalarının örtüştüğü alanlar bulunmaktadır. Polimorfların çoğu, literatürde toz kırınımı (XRD) analizi ile karakterize edilirken; bazı kırınım modellerindeki düşük çözünürlük, sonuçları karşılaştırmayı zorlaştırabilmektedir.

γ -kristalleri sorbitol polimorfları arasında en kararlı olanlarıdır ve 96°C - 101°C arasında bir erime noktasına sahip olup (DeJong, 2018) yüksek bağıl nemde stabil olan tek polimorftur. Bu formda kristal elde etmenin en kolay yolu, eriyik formdaki sorbitolün γ formu ile yüksek sıcaklıklarda tohumlanmasıdır. γ formu aynı zamanda en kolay temin edilebilen polimorftur ve yüksek erime noktası ve yüksek bağıl nemde stabilitesi nedeniyle şekerleme uygulamalarında istenen formdur.

Kısaca, sorbitolün sakız üretimindeki varlığı, yalnızca tatlılık sağlamaktan öte, ürünün teknolojik, duyuşsal ve yapısal bütünlüğünü optimize etmeye yönelik çok boyutlu katkılar sunmaktadır.

2.3.2. Diğer Tatlandırıcılarla Karşılaştırılma

Sorbitol, polioller grubunda yer alan ksilitol, mannitol ve maltitol gibi bileşiklerle karşılaştırıldığında, özellikle yüksek çözünürlüğü ve ekonomik açıdan uygulanabilirliği ile dikkat çeker. 25 °C’de 235 g/100 g su çözünürlüğüyle, formülasyonlarda homojen dağılma ve hızlı çözünme avantajı sağlar; bu özellik, özellikle sakız gibi suda çözünür faz içeren ürünlerde etkin bir tat ve aroma dağılımı için kritiktir.

Ksilitol, diş çürüklerini önlemede etkili anti-kariyojenik özellikleri ile bilinirken, sorbitol bu açıdan daha düşük etkililiğe sahiptir. Bununla birlikte, daha düşük maliyeti ve daha az laksatif etkisi nedeniyle sorbitol, özellikle yüksek hacimli ve ticari üretimlerde tercih edilen bir alternatif olmaktadır.

Ağızda çözünme sırasında ısı absorbe etmesi nedeniyle serinletici bir etki yaratır; ancak bu soğutucu etki ksilitole kıyasla orta düzeydedir. Bu nedenle, sorbitol genellikle ksilitol ile kombine edilerek hem maliyet avantajı hem de serinlik etkisinin optimize edilmesi hedeflenir.

Formülasyon açısından değerlendirildiğinde, sorbitol yalnızca tatlılık sağlamakla kalmaz, aynı zamanda tat profili dengeleme, nem tutumu sağlama ve ürün stabilitesini artırma gibi çok işlevli roller üstlenir. Özellikle şekersiz sakız üretiminde, sorbitolün bu özellikleri sayesinde uzun raf ömrü, yumuşak doku ve aromatik denge sağlamak mümkündür.

2.3.3. Sakız Üretiminde Sorbitol Kullanımının Avantajları ve Dezavantajları

Sorbitol, sakız üretiminde yaygın olarak tercih edilen polioller arasında yer almakta olup; hem fonksiyonel hem de ekonomik özellikleriyle üreticilere çeşitli avantajlar sunmaktadır. Ancak, bazı teknik ve fizyolojik sınırlamaları da göz önünde bulundurulmalıdır.

Avantajları şunlardır:

- Düşük kalori ve glisemik indeks: Sorbitol, sakkarozun yaklaşık %60 tatlılık seviyesine sahip olmasına rağmen, daha düşük enerji değeri (yaklaşık 2.6 kcal/g) ve düşük glisemik indeksi ile özellikle diyabetik ve düşük kalorili ürünlerde tercih edilmektedir.
- Higroskopik yapı ile uzun raf ömrü: Yüksek nem tutma kapasitesi sayesinde sakızın zamanla kurumasını önler, bu da ürünün raf ömrünü ve çiğneme kalitesini artırır.
- Yüksek çözünürlük ve aroma salınımı: Suda yüksek çözünürlüğü sayesinde formülasyonda aroma maddelerinin daha iyi çözünmesine ve salınmasına olanak tanır; bu durum özellikle uzun süreli tat ve aroma deneyimi açısından önemlidir.
- Ekonomik ve kolay temin edilebilirlik: Sorbitol, ticari olarak glikozdan üretilen yaygın bir bileşik olması nedeniyle maliyet açısından avantajlıdır ve global pazarda yaygın olarak bulunabilmektedir.

Dezavantajları ise şunlardır:

- Aşırı tüketimde laksatif etki: Sorbitol, insan vücudunda tam olarak sindirilemediği için yüksek miktarlarda alındığında osmotik laksatif etki gösterebilir ve gastrointestinal rahatsızlıklara yol açabilir.

- Kristalleşme eğilimi: Özellikle düşük sıcaklıklarda ya da yüksek konsantrasyonlarda kristalleşme eğilimi gösterebilir. Bu durum formülasyonun fiziksel stabilitesini olumsuz etkileyebilir ancak uygun teknolojiyle önlenabilir.
- Tatlılık derecesinin düşük olması: Sakkarozla kıyaslandığında daha az tatlıdır; bu nedenle tek başına kullanıldığında tat profili zayıf kalabilir. Bu durum, genellikle ksilitol veya yüksek yoğunluklu tatlandırıcılarla kombine kullanım gerektirir.

2.4. Sakız Üretiminde Yenilikçi Uygulamalar ve Teknolojiler

Sakız endüstrisi, sadece geleneksel tat sunumu ile sınırlı kalmayıp, tüketici beklentileri doğrultusunda sağlık, fonksiyonellik ve çevresel sürdürülebilirlik gibi kriterleri karşılayacak yenilikçi ürünler geliştirmeye yönelmiştir. Bu süreçte sorbitol ve benzeri polioller, modern üretim teknolojileri ile entegre edilerek çok yönlü ürün fonksiyonları sağlanmaktadır.

2.4.1. Sorbitol vb. Temelli Yenilikçi Sakız Çeşitleri

Yeni nesil sakız formülasyonları, sadece tatlılık sunmakla kalmayıp, aynı zamanda fonksiyonel içeriklerle (vitaminler, mineraller, probiyotikler, bitkisel ekstraktlar) zenginleştirilmektedir. Bu kapsamda sorbitol bazlı sakızlar, mikroenkapsülasyon teknolojileriyle birleştirilerek tat ve biyoaktif bileşenlerin kontrollü ve zamanlı salınımına olanak tanımaktadır. Bu yaklaşım, hem duysal deneyimi artırmakta hem de fonksiyonel bileşenlerin biyoyararlılığını maksimize etmektedir.

Mikroenkapsülasyon ile polifenoller, probiyotikler veya farmasötik ajanlar gibi hassas bileşenler; oksidasyondan korunarak, çiğneme süresine bağlı olarak kademeli salım sağlayabilir. Bu sayede, sakız yalnızca tat veren bir ürün değil, aynı zamanda fonksiyonel bir taşıyıcı sistem haline dönüşmektedir.

2.4.2. Sürdürülebilirlik ve Çevresel Etki

Geleneksel sakızların çoğu, biyolojik olarak parçalanamayan elastomer ve polimer esaslı sakız bazları içerdiğinden, doğada çözünmesi yüzyıllar sürebilen çevresel atıklara neden

olmaktadır. Bu bağlamda, sorbitol gibi doğal ve biyobozunur katkılarla geliştirilen sakız bazları, çevresel etkiyi azaltma potansiyeli taşımaktadır.

Ayrıca, sürdürülebilir ambalajlama çözümleri (kompostlanabilir malzemeler, geri dönüştürülebilir filmler) ve enerji tasarruflu üretim teknolojileri, hem üretici sorumluluğu hem de tüketici farkındalığı açısından önem kazanmaktadır.

2.4.3. Sağlık ve Güvenlik Standartları

Sorbitol başta olmak üzere poliol sınıfına giren tatlandırıcıların kullanımı, uluslararası gıda güvenliği otoritelerince (EFSA, FDA, TKG) belirlenen “Güvenli Günlük Alım” (ADI) değerleri çerçevesinde sınırlandırılmıştır. Sorbitolün aşırı tüketimi durumunda ortaya çıkabilecek laksatif etkiler, ürün ambalajında “aşırı tüketimi laksatif etki yaratabilir” ifadesiyle belirtilmelidir.

Sakız üretiminde ayrıca HACCP (Tehlike Analizi ve Kritik Kontrol Noktaları) gibi gıda güvenliği sistemlerinin uygulanması zorunludur. Bu sistemler, üretim aşamalarında mikrobiyolojik, kimyasal ve fiziksel riskleri önceden tanımlayıp kontrol altına almayı hedeflemektedir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Toz sorbitolün fiziksel özelliklerinin şekersiz sakız kalitesi üzerine etkilerinin incelendiği bu tez çalışmasında kullanılan sarf malzemelerin tedarikleri, aşağıda detayları verilen firmalar aracılığıyla doğrudan gerçekleştirilmiştir (Tablo 3.1.).

Tablo 3.1. Sarf malzemeleri ve tedarikçileri

Sakız formülasyon bileşeni	Tedarikçi
Toz sorbitol*	Sunar Mısır
Maltitol Şurubu	Sunar Mısır
Lesitin	Sunar Mısır
Sakız mayası (Gum Base)	Remik Kimya
Gliserin	Evyap
Aroma	IFF
Sakız iç ambalajı (kâğıt/alüminyum)	Loman Ambalaj

* Eriyik sorbitol ve tohumlama için ise Roquette p60w toz sorbitol kullanılmıştır.

- Toz sorbitol (Sunsorb Powder P425), Sunar Mısır Entegre Tesisleri San. ve Tic. A.Ş. (Adana) tarafından temin edilmiştir.
- Maltitol şurupları (Maltitaste 80/55 ve Maltitaste 85/55), Sunar Mısır Entegre Tesisleri San. ve Tic. A.Ş. (Adana) tarafından sağlanmıştır.
- Ayçiçek lesitini (Elita Ayçiçek Lesitini), Sunar Mısır Entegre Tesisleri San. ve Tic. A.Ş. (Adana) bünyesinden temin edilmiştir.
- Eriyik sorbitol (Roquette P60W), kristalizasyon çalışmalarında kullanılmak üzere Roquette Frères (Lestrem, Fransa) firmasından sağlanmıştır.
- Sakız mayası (Balonsuz 66025, Kalsiyum Karbonat), Remik Kimya San. Tic. A.Ş. (Pendik, İstanbul) aracılığıyla temin edilmiştir.

- Gliserin (Sdn Bhd / Oleo Glycerine USP / MS21051325), Evyap Sabun Yağ Gliserin San. ve Tic. A.Ş. (İstanbul) tarafından sağlanmıştır.
- Nane aromaları (200209 Sonarex Spearmint Flavor ve 010911 Sonaflo Peppermint Powder Flavor), IFF Aroma Esans San. ve Tic. A.Ş. (Gebze, Kocaeli) tarafından temin edilmiştir.
- Sakızın iç ambalajında kullanılan kâğıt/alüminyum malzeme, Loman Ambalaj (Topkapı, İstanbul) tarafından sağlanmıştır.

Çalışma süresince kullanılan makine ve teçhizat, ilgili proseslerin gerçekleştirilmesine olanak sağlayacak şekilde Sunar Mısır (Sunar Mısır Entegre Tesisleri San. ve Tic. A.Ş. (Adana) Ar-Ge araştırma ve üretim altyapısı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Tablo 3.2.).

3.2. Metot

3.2.1. Toz Sorbitol ve Sakız Üretimi

3.2.1.1. Toz Sorbitol Üretimi

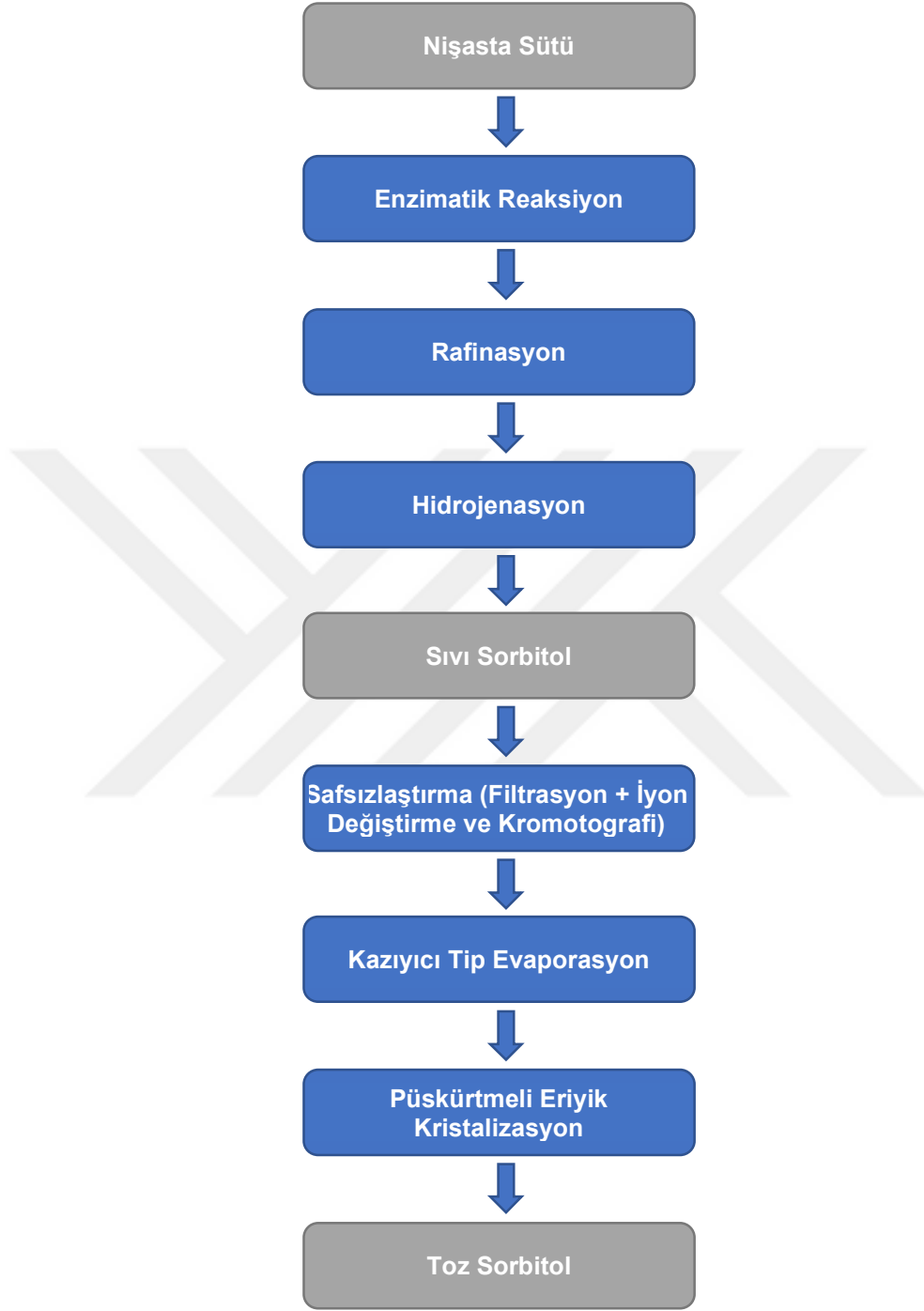
Bu çalışmada, şekersiz sakız uygulamalarında kullanılmak üzere, hedeflenen partikül boyutu ve yığın yoğunluğu özelliklerine sahip toz sorbitol üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretim süreci, Sunar Mısır Entegre Tesisleri bünyesindeki Ar-Ge merkezinde yürütülmüş ve kristalizasyon temelli bir proses uygulanmıştır. Elde edilen toz sorbitolün morfolojik özelliklerinin, partikül dağılımının ve yığın yoğunluğunun, nihai ürün olan şekersiz sakızın kalitesi üzerindeki etkisi dikkate alınarak, kristalizasyon sürecinde ve sonrasındaki öğütme/eleme gibi çeşitli proses parametrelerinde optimizasyon çalışmaları yapılmıştır.

Bu çalışmada toz sorbitol üretimi için kullanılan proses, endüstriyel ölçekte uygulanan nişasta bazlı dönüşüm adımlarını temel almıştır. Süreç, öncelikle nişasta sütünden başlatılmıştır. Nişasta sütü, enzimatik hidroliz işlemine tabi tutularak yüksek dekstroz içerikli şuruplar elde edilmiştir. Bu şuruplar, katalitik hidrojenasyon yöntemiyle sıvı sorbitole dönüştürülmüştür.

Tablo 3.2. Makine ve teçhizat

Adı/Markası/Modeli	Kullanım Gerekçesi	Teknik Özellikler*
Particle Sizing Instrument Retsch Camsizer X2	Şekersiz sakız uygulamalarında kullanılmak üzere üretilen toz sorbitolün partikül boyut dağılımının tespit edilmesi.	Tüm optik bileşenleri içeren temel modül, LED ışık kaynakları ve iki adet tam çerçeve dijital kamera, Kamera başına 4.2 megapiksel çözünürlük, Zoom kamerası için piksel başına 0.8 µm dijital çözünürlük, Saniyede analiz edilen 300 kare.
X-ray Diffraction (XRD) and Scattering Bruker D2 Phaser	Toz sorbitolün polimorfolojik yapısının tespit edilmesi.	Örnek yatay konumunda sabitlenmiş olup düşme riski yoktur. Tepe konumları $\pm 0,02^\circ$ 2Theta hassasiyetindedir. Korindon referansı ile izlenebilir. 160 kanallı Si-strip dedektör kullanılmıştır.
Differential Scanning Calorimetry DSC3 Mettler Toledo	Toz sorbitolün erime sıcaklığı, camı geçiş sıcaklığı, çözünürlük tespiti.	Sıcaklık Aralığı: -150 ila 700 °C Sensör: 56 termokupl içeren FRS 5+ veya 120 termokupl içeren HSS 8+ Isıtma Hızı: 0.02 ila 300 K/dak TAWN Çözünürlüğü (FRS/HSS): 0.12/0.2 TAWN Hassasiyeti (FRS/HSS): 11.9/56 İndiyum Yanıt Oranı (FRS sensörü): >155 mW/°C
Z Blade Mixer	Üretilen toz sorbitol ve belirlenen şekersiz sakız formülasyonu ile sakız hamurunun homojen hale getirilmesi.	Tamamı Paslanmaz Çelik 304 Kalite Motor Bağlantı Şaşesi ST37 Çelik Su Pompası Elektrik Panosu Paslanmaz Çelik Isıtma Tamamen Kendi İçinde Yapılmaktadır. Maksimum Mikser Çalışma Süresi: 50 Dk Kapasite: Max 3 kg Min 1.5 kg Max. Sıcaklık: 50 °C Max. Karıştırma hızı: 50 Hz Motor Kapasitesi: 0.75 KW 60/dk Devirme Pnömatik Çift Piston Motor Tork Değeri Sürtücü Üzerinden Takip Edilmektedir.
Hamur açma aparatları	Elde edilen sakız hamurunun şerit sakız formuna getirilmesi.	Krom Şekillendirme Aparatları; Hamur Hizalama Aparatı 2 parça Kalınlık: 1.3 mm Boy: 50 cm Şerit Sakız En Ayarlama Aparatı En: 2 cm Boy: 40 cm Şerit Sakız Boy Ayarlama Aparatı: En: 7 cm Boy: 40 cm Hamur Açma Merdanesi Teflon: Boy: 32 cm Çap: 7.5 cm Şerit Sakız Kesme Bıçağı: Çap: 9.5 cm Boy: 22 cm
Eriyik Kristalizatör Glatt Procell Lab System Vario 3	Toz sorbitolün pilot ölçekte üretimi	Üretim Yılı: 2016 Üretim Yeri: Almanya Max. Sıcaklık: 200 °C
Texture Analyzer Stable Micro Systems TA.XTplusC	Elde edilen şerit sakızların sertlik analizlerinin yapılması.	Güç Kapasitesi: 50kg.f (500N) Güç Çözünürlüğü: 0.1g Yük Hücreleri: 1, 5, 30, 50kg.f Hız Aralığı: 0.01 -40mm/s (20mm/s @ 30-50kg.f) Veri Alma Oranı: Her veri kanalı için saniyede 500 noktadan fazla Veri Örnekleme Oranı: 8KHz Harici Cihaz Kanalları: Dört kanallı RS485 Çalışma sıcaklık Aralığı: 0 - 40°C Load Cell: 5 kg Prob: 2 mm çaplı silindirik prob Test Metod: Pre-Test Speed: 0.5 mm/s Test Speed: 1.0 mm/s Post Test Speed: 10 mm/s Distance: 0.5 mm Trigger Type: 5 g
İnkübatör (Test Kabini) Nuve TK600		Sıcaklık aralığı +10°C / +60°C Nem ayar aralığı %20 / %95 RH Sıcaklık okuma hassasiyeti 0.1°C Nem okuma hassasiyeti %1 RH
Nem Tayin Terazisi Shimadzu MOC63U	Toz sorbitol ve şerit sakızların nem analizi	60 gr kapasiteli terazi %0.01 hassasiyet

Elde edilen sıvı sorbitol, safsızlıkların giderilmesi amacıyla iyon değişim reçineleri ve filtrasyon ünitesinden geçirilerek saflaştırılmıştır. Ardından, kazıyıcı tip evaporatörler kullanılarak sıvı sorbitolün kuru madde oranı artırılmış ve yüksek konsantrasyona ulaşması sağlanmıştır. Konsantre edilen sıvı sorbitol, kristalleşme aşamasında Sunar Mısır Ar-Ge Merkezi bünyesinde bulunan pilot ölçekli akışkan yataklı eriyik kristalizatörde işlenmiş ve yüksek saflıkta ve kontrollü kristal morfolojisine sahip toz sorbitol elde edilmiştir (Şekil 3.1.).



řekil 3.1. Toz sorbitol üretim akıř řeması

Tez kapsamında üretilen toz sorbitole ek olarak, karşılařtırma ve kristalizasyon sürecinde tohumlama amacıyla yüksek saflıkta (%99 kuru madde içerięi ve en az %99 sorbitol içerięine sahip) Roquette Neosorb P60W ve/veya Huakang HKDS40 marka ticari toz

sorbitoller hammadde olarak kullanılmıştır. Sorbitol örnekleri, 110–120 °C sıcaklık aralığında kontrollü olarak eritilerek kristalizasyon sürecine uygun hale getirilmiş; aynı zamanda, bu örnekler kristalizasyonu başlatmak amacıyla tohum kristal olarak da kullanılmıştır. Kristalizasyon işlemleri, Sunar Mısır bünyesinde yer alan pilot ölçekli akışkan yataklı püskürtmeli eriyik kristalizatörde (Glatt Procell Lab System Vario 3) gerçekleştirilmiştir. Ekipmanın işletim koşulları, Sunar Mısır Ar-Ge birimi tarafından tanımlanan spesifik parametreler (eriyik/toz oranı, hava akış oranı, püskürtme hızı, hava basıncı, hava ve ürün sıcaklığı, atomizer hava basıncı, yatak hacmi, reaksiyon süresi vb) doğrultusunda ayarlanmıştır.

Kristalizasyon sürecinde; eriyik sıcaklığı, ürün çıkış sıcaklığı, soğutma hızı, toz/eriyik oranı, ürün çıkış ve hava giriş sıcaklıkları gibi temel proses parametreleri sürekli izlenmiş ve optimize edilmiştir. İstenilen kristal morfolojisine ulaşılabilmesi amacıyla, uygun koşullarda tohum kristal eklemesi yapılmış; bu amaçla yine Roquette Neosorb P60W ve/veya Huakang HKDS40 toz sorbitoller kullanılmıştır. Kristalizasyonun ardından, elde edilen kristal yapıdaki sorbitol soğutularak öğütülmüş ve eleklerle partikül dağılımı istenen sınırlar içinde olacak şekilde sınıflandırılmıştır.

Bu çalışmada, yüksek saflıkta ve konsantrasyonda sıvı sorbitolden elde edilen toz sorbitol örneklerinin uygun kristal morfolojide üretilmesi amacıyla çeşitli üretim denemeleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen örneklerin kristal yapıları, termal davranışları ve yüzey morfolojileri sırasıyla X-ışını difraksiyonu (XRD), Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analiz teknikleri kullanılarak detaylı şekilde karakterize edilmiştir. Yapılan ön çalışmalarda uygun morfolojik yapıların belirlenmesini takiben, toz sorbitolün fonksiyonel özelliklerini etkileyen fiziksel parametreler olan partikül boyutu dağılımı (Particle Size Distribution – PSD) ve yığın yoğunluğu (Bulk Density) üzerine odaklanılmıştır. Bu kapsamda, farklı üretim koşullarında elde edilen örnekler, lazer difraksiyon yöntemiyle partikül boyutu analizi ve standart hacimsel yöntemlerle yığın yoğunluğu ölçümlerine tabi tutulmuştur. Bu analizler aracılığıyla, morfolojik yapının ve fiziksel özelliklerin, nihai ürün kalitesi üzerindeki etkileri sistematik olarak değerlendirilmiştir.

3.2.1.2. Sakız Üretimi

Sakız formülasyonu, sektörde yaygın olarak kullanılan reçeteler ile birlikte ilgili literatürde yer alan güncel bilimsel çalışmalar ve makaleler dikkate alınarak oluşturulmuştur

(Potineni ve Peterson, 2008). Başlangıç formülasyonu, farklı kaynaklardan elde edilen veriler ışığında belirlenmiş ve deneysel olarak elde edilen sakız örneklerinin özelliklerine göre optimize edilerek nihai formülasyon tek bir reçeteye indirgenmiştir. Ön denemeler sonucu nihai formülasyona ilişkin detaylar Tablo 3.3'te verilmiş, çalışmada değişken parametre olarak yalnızca toz sorbitol miktarı seçilmiştir. Sakız üretim süreci, tüm örneklerde sabit proses koşulları altında yürütülerek karşılaştırılabilirlik sağlanmıştır. Üretim süreci, literatürde yer alan güncel bilimsel makaleler, patentler ve sektörel uygulamalardan elde edilen bilgiler doğrultusunda oluşturulan proses akım şemasına uygun şekilde planlanmış ve yürütülmüştür (Şekil 3.2.).

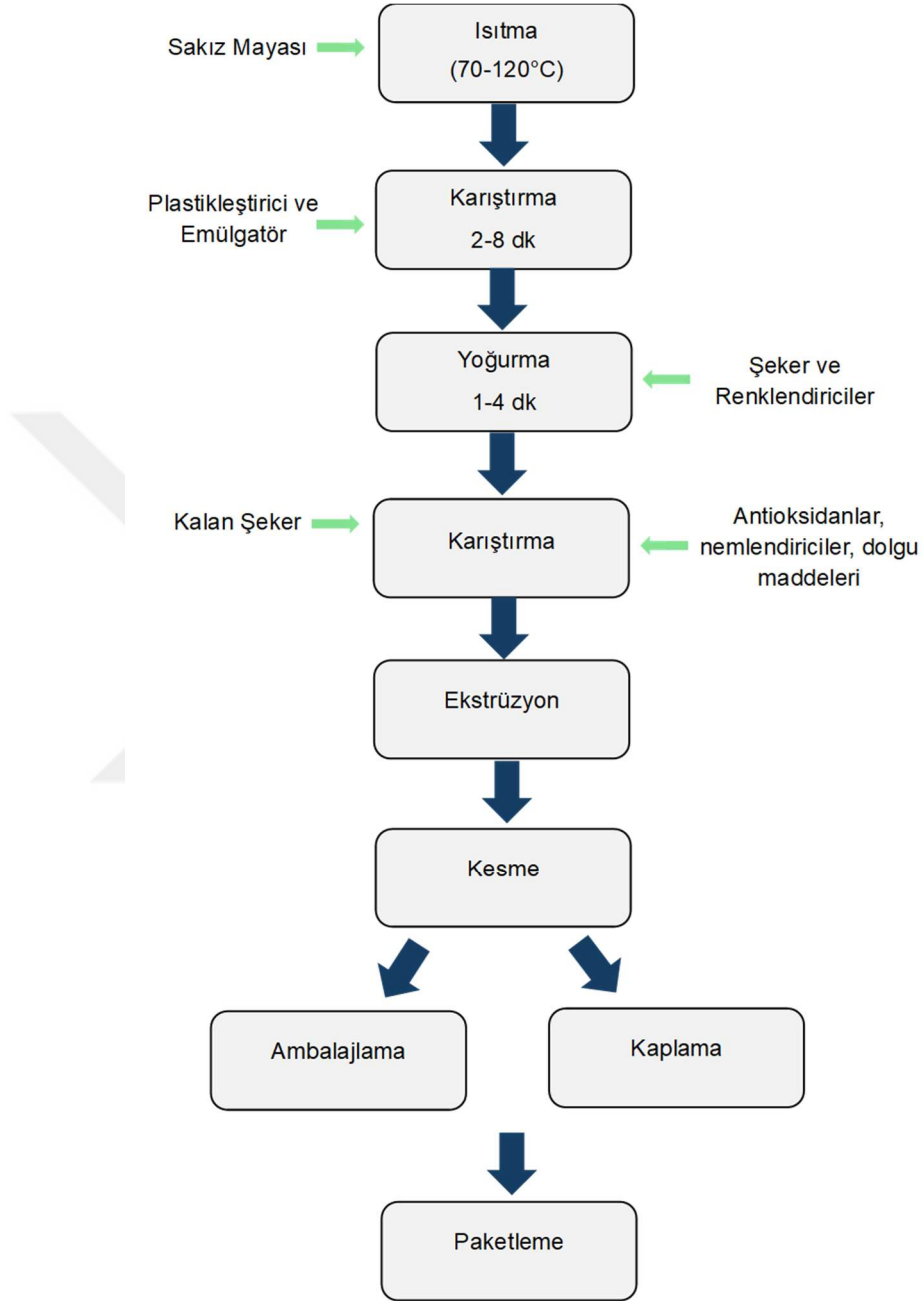
Tablo 3.3. Sakız üretimi denemelerinde kullanılan bileşenler

Bileşen	Miktar (%)	Kullanım amacı
Toz sorbitol	50.5	Kıvam ve yapı verici, tatlılık ve ferahlık verici (Suda çözünür)
Sakız mayası (gum base)	32.0	Çiğnenebilirliği sağlama (suda çözünmez)
Aroma (nane aroması)	2.0	Aroma verici
Gliserin + Maltitol şurubu	15.0	Yumuşatıcı
Lesitin	0.5	Yumuşatıcı

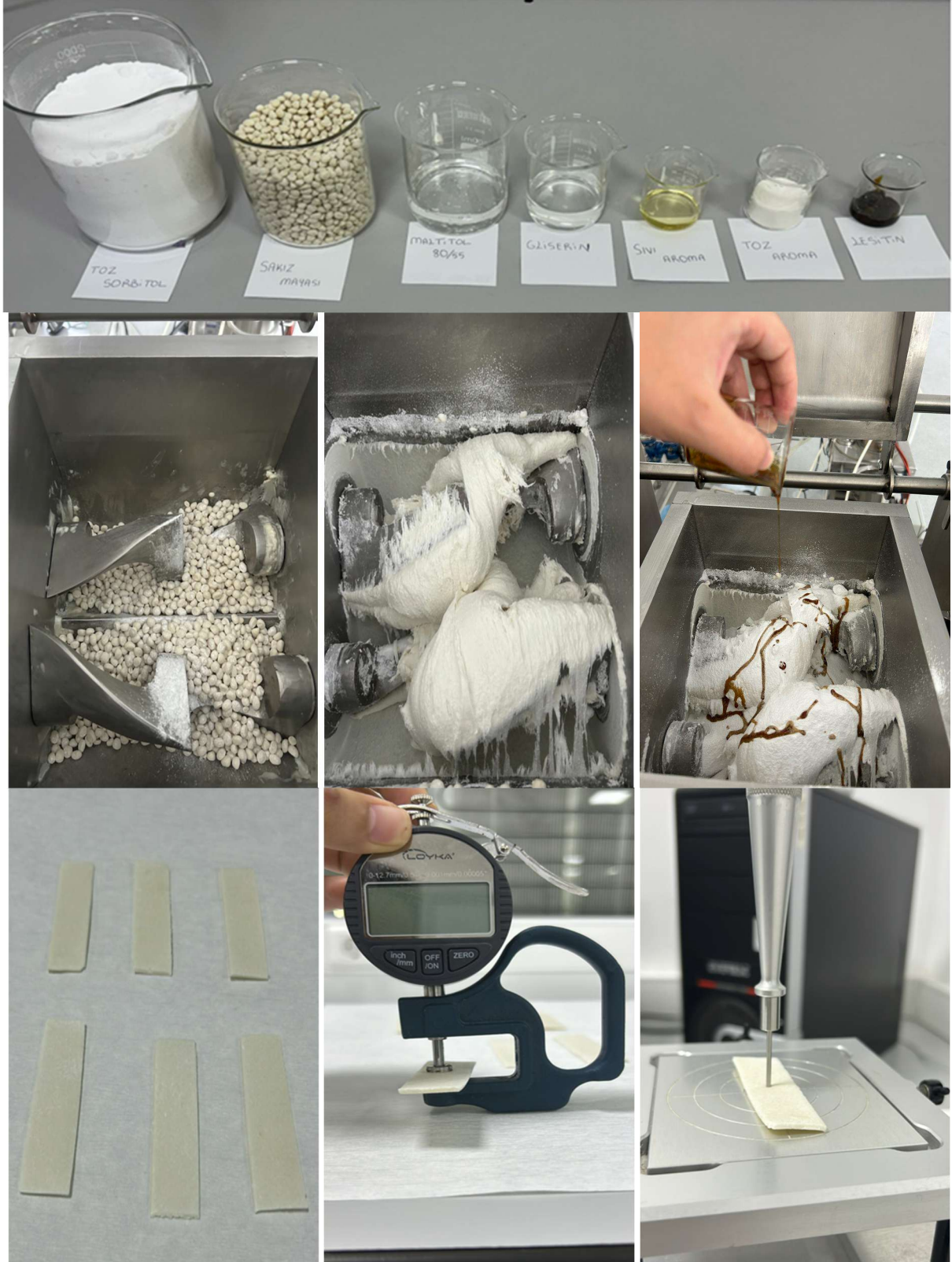
Şekersiz sakız üretiminde, temel ekipman olarak Z-bıçaklı karıştırıcı (mikser) kullanılmış olup, bu karıştırıcı sirkülasyonlu sıcak su ile ısıtılabilen bir ceket sistemi ile donatılmıştır. Karıştırma işlemi süresince mikser ceketinden geçirilen suyun sıcaklığı 50°C–55°C aralığında sabit tutulmuştur. Üretim aşamasında, önceden 50°C–55°C'ye kadar ısıtılmış olan sakız mayası, belirlenen orandaki toz sorbitol ve uygun nem tutucu ajanlarla birlikte karıştırıcıya ilave edilmiştir. Bileşenlerin homojen bir karışım oluşturmasını sağlamak amacıyla karıştırma işlemi yaklaşık 8–9 dakika boyunca sürdürülmüştür. Bu işlem, formül bileşenlerinin eşit dağılımını ve uygun kıvamın elde edilmesini temin etmiştir (Şekil 3.3.).

Çalışmada kullanılan sakız mayası (Balonsuz 66025, Kalsiyum Karbonat, Remik Kimya) günümüzde şerit (stick) tipi şekersiz sakız üretiminde yaygın olarak tercih edilen, sentetik yollarla formüle edilmiş ve doğal kaynaklı reçinelerin çiğneme özelliklerini taklit edecek şekilde geliştirilmiş reçine esaslı bileşiklerden seçilmiştir. Formülasyonda nemlendirici ajan olarak sorbitol çözeltisi, gliserin ve/veya maltitol çözeltisi kullanılmıştır. Bu bileşenler,

ürünün raf ömrü süresince aşırı kuruma, sertleşme veya bayatlama gibi olumsuz fiziksel değişimleri önlemek amacıyla formülasyona dahil edilmiştir.



Şekil 3.2. Sakız üretim akış şeması (Konar vd., 2016)



Şekil 3.3. Şekersiz şerit sakız üretimi ve kullanılan karıştırma sistemi

Karıştırma işleminin ardından, doğal nane yağlarından elde edilmiş olan IFF firmasından temin edilen nane aroması karışıma ilave edilmiştir. Aromanın katkısı sonrasında,

3–4 dakika daha karıştırma işlemi uygulanarak aromanın homojen şekilde dağılması sağlanmıştır. Bu çalışmada yalnızca tek bir aroma kullanılmıştır; bunun sebebi farklı aroma türlerinin sakızın mekanik ve organoleptik özellikleri, özellikle kırılganlık, sertlik ve yumuşaklık gibi parametreler üzerinde farklı etkiler göstermesidir.

Z-bıçaklı karıştırıcıda gerçekleştirilen üretimlerde; ekipman üzerinde bulunan dijital kontrol paneli aracılığıyla karıştırma sıcaklığı, motor hızı ve karıştırma süresi hassas bir şekilde ayarlanabilmektedir. Mikserin motor hızı için belirlenmiş olan üst limit değeri 40–50 Hz aralığındadır. Karıştırıcının maksimum ürün kapasitesi ise 3 kg ile sınırlıdır. Hem ön denemelerde hem de deneme desenine uygun olarak yürütülen tüm sakız üretim denemelerinde, her bir üretim partisi için 1 kg şekersiz şerit sakız elde edilmiş ve üretim aşamasında uygulanan işlemler Tablo 3.4.'de verilmiştir. Bu sabit üretim miktarı, karşılaştırmalı analizlerin tutarlılığı açısından tercih edilmiştir.

Tablo 3.4. Sakız hamuru proses bileşenleri hazırlama ve proses verileri

Süre (dakika)	Uygulanan İşlemler	İşlem Koşulları (Motor hızı [Hz], Sıcaklık [°C])
Başlangıç	Sakız mayasının tamamı eklenir	Hz:22, T:50°C
2	1/3 toz sorbitol eklenir	Hz:22, T:50°C
4	Maltitol ve gliserinin tamamı eklenir	Hz:22, T:50°C
12	Motor karıştırma hızı yükseltilir	Hz:35, T:50°C
15	1/3 toz sorbitol ve lesitin eklenir	Hz:35, T:50°C
20	1/3 toz sorbitol eklenir	Hz:35, T:50°C
25	Sıvı/toz aroma eklenir	Hz:35, T:50°C
30	Karıştırma sonlandırılır	Hz:35, T:50°C

Sakız hamuru, Z bıçaklı karıştırıcıda (Z blade mixer) homojenize edilmiştir (Şekil 3.2). Bu işlem sonrasında hamur, manuel olarak işlenen bir merdane sistemi yardımıyla istenilen inceliğe getirilmiştir. İlk aşamada, sakız hamuru kromdan üretilmiş hizalama aparatı arasına yerleştirilmiş ve merdane yardımıyla yaklaşık 1.3 mm kalınlığa kadar inceltirilmiştir. Ardından, kromdan yapılmış en ve boy ayarlama aparatı kullanılarak ürünün boyutsal ölçüleri standartlaştırılmıştır. Bu işlemleri takiben, kesme ünitesinde uygun boyutlarda kesilerek son formuna getirilmiştir.

Üretilen sakızlar, üretim sonrası aşamada 25 °C sıcaklık ve %36 bağıl nem koşullarında, 24 saat boyunca dinlendirme işlemine tabi tutulmuştur. Bu bekletme süreci; karıştırma ve şekillendirme sırasında oluşan yapısal deformasyonların giderilmesi, kristalizasyon sürecinin tamamlanması ve ürün yapısının stabilize edilmesi amacıyla uygulanmıştır. Dinlendirme süresi sonunda elde edilen sakız örnekleri çubuk (stick) formunda kesilmiş ve ambalajlamaya uygun hale getirilmiştir.

Bu çalışma kapsamında üretilen şekerli sakız örnekleri üzerinde organoleptik değerlendirmeler ve çeşitli mekanik testler gerçekleştirilmiş; özellikle toz sorbitolün fiziksel özelliklerinin ürün kalitesi üzerindeki etkileri sistematik olarak incelenmiştir. Ayrıca, ürünün uzun vadeli stabilitesini değerlendirmek amacıyla raf ömrüne yönelik testler de yürütülmüş, sakızın fiziksel ve duyu özelliklerindeki zamanla meydana gelen değişimler analiz edilmiştir.

Bununla birlikte, partikül boyutu dağılımı ve yığın yoğunluğu gibi fiziksel özelliklerin; sakızın işlenebilirliği, çiğneme hissi, dokusal bütünlüğü ve mekanik dayanıklılığı üzerindeki etkileri bilimsel yöntemler aracılığıyla araştırılmış, elde edilen bulgular nicel ve nitel olarak detaylı biçimde değerlendirilmiştir.

Ön çalışmalar çerçevesinde gerçekleştirilen deneme üretimleri sonucunda nihai formülasyon belirlenmiş olup, bu formülasyonda kullanılan bileşenlerin miktarları ve oranlarına ilişkin bilgiler Tablo 3.5.'te verilmiştir.

Tablo 3.5. Sakız formülasyonu ve bileşenleri (1 kg sakız için)

Bileşen	Miktar	Deneme sayısı	Kullanılan toplam miktar
Toz sorbitol*	505 g	64	33.0 kg
Sakız mayası (Gum Base)	320 g	64	21.0 kg
Aroma	20 g	64	1.3 kg
Gliserin	50 g	64	3.5 kg
Maltitol Şurubu	100 g	64	7.0 kg
Lesitin	5 g	64	0.3 kg
Sakız iç Ambalaj (kâğıt/alüminyum)	20 adet	64	1300 Adet

*Eriyik sorbitol ve tohumlama için Roquette p60w toz sorbitolden 200 kg tedarik edilmiştir.

Yürütülen ön denemeler ve sistematik çalışmalar sonucunda, şekersiz şerit sakız formülasyonunda kullanılan toz sorbitol miktarının %48–50 aralığında tutulmasının, hem üretim süreci hem de son ürün kalitesi açısından optimal olduğu belirlenmiştir. Bu oranlara bağlı olarak maltitol miktarı %8–10, gliserin miktarı ise %5–7 aralığında sabitlenmiştir. Yapılan bu ayarlamalar, sakızın işlenebilirliğini belirgin şekilde artırmış; ayrıca duyuusal değerlendirmelerde sakızın ağızda daha yumuşak ve homojen bir dokuya sahip olduğu tespit edilmiştir.

Toz sorbitol içeren şerit sakız üretiminde, tüm formülasyon bileşenleri Z bıçaklı karıştırıcıda (Z-blade mikser) homojen bir karışım elde edilene kadar karıştırılmıştır. Elde edilen hamur, iki düz metal plaka arasında merdane yardımıyla açılmış ve düzgün bir yüzey elde edilmiştir. Bu işlemle, hamurun makarna makinesinden geçirilmeye uygun incelik ve kıvama ulaşması sağlanmıştır.

Makarna açma makinesinden geçirilen sakız hamuru, hedeflenen şerit sakız kalınlığına getirilmiş ve ardından boyutsal standardizasyon amacıyla metal ayar plakaları yardımıyla eni ve boyu düzenlenmiştir. Elde edilen plakalar eşit boyutlarda kesilerek şerit sakızlar oluşturulmuştur. Kesilen şeritler, nem dengesinin korunması, ambalaj içinde birbirine yapışmanın önlenmesi ve formunun muhafazası amacıyla silikon kaplı gıda kâğıtlarına sarılmış; ardından kilitli ağızlı numune poşetlerinde muhafaza edilmiştir.

Bu üretim süreci boyunca, şerit sakızların fiziksel bütünlüğünün korunmasına ve ürünlerin raf ömrü süresince hedeflenen doku ve duyuusal özelliklerinin sürdürülebilirliğine özen gösterilmiştir.

Ön denemeler sonucunda elde edilen bulgular ve yapılan gözlemler aşağıda detaylı olarak sunulmuştur. Bu bulgular doğrultusunda, üretim süreci ve formülasyon üzerinde çeşitli düzenlemelere gidilmiştir. Gözlemler; sakızın yoğrulabilirliği, nihai ürünün kıvamı, homojenlik düzeyi, üretim sırasında oluşan yapışma eğilimi ve soğuma sürecindeki fiziksel değişimler gibi kriterler dikkate alınarak yapılmıştır. Ayrıca hammaddelerin karışıma katılma sırası, karıştırma süresi ve sıcaklık değerleri gibi parametreler de optimize edilmiştir. Yapılan bu düzenlemeler sayesinde, sonraki aşamalarda gerçekleştirilecek deneysel çalışmalarda daha tutarlı ve tekrarlanabilir sonuçlar elde edilmesi hedeflenmiştir.

Ön denemeler sonucunda elde edilen bulgular doğrultusunda, formülasyonel bileşen oranlarında ve proses parametrelerinde çeşitli iyileştirme ve düzenlemelere gidilmiştir. Bu düzenlemeler, üretim sürecinin optimize edilmesini, ürün işlenebilirliğinin artırılmasını ve nihai ürünün istenen fiziksel, duyuşal ve fonksiyonel özellikleri taşımasını sağlamak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Yapılan bu modifikasyonlar, hem üretim verimliliğini hem de ürün kalitesini olumlu yönde etkilemiştir. Buna göre;

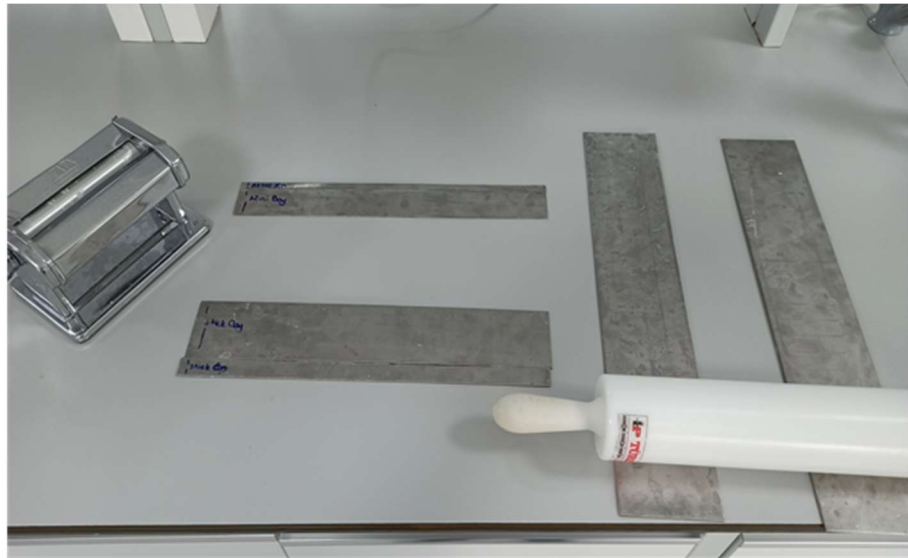
- Toz sorbitol miktarının azaltılması, sakızın genel sertliğinde azalmaya yol açmış, böylece ürünün daha yumuşak bir yapıya sahip olması sağlanmıştır. Bu durum, hem üretim sürecinde yoğurma ve şekillendirme işlemlerini kolaylaştırmış hem de çiğneme sırasında tüketici açısından daha konforlu bir yapı sunmuştur. Yumuşak yapı, şekerşiz sakızın işlenebilirliğini ve çiğneme uygunluğunu artırıcı yönde etki göstermiştir.
- Gliserin, maltitol ve lesitin miktarlarının artırılması, formülasyondaki bileşenlerin birbiriyle daha homojen bir şekilde karışmasına katkı sağlamıştır. Özellikle lesitin emülsifiye edici özelliği sayesinde, hidrofobik ve hidrofilik fazlar arasında daha dengeli bir dağılım elde edilmiş, bu da nihai ürünün fiziksel kararlılığını olumlu yönde etkilemiştir.
- Sakızın su içeriğinin en düşük seviyede tutulabilmesi ve ürünün nem dengesinin korunabilmesi amacıyla, farklı kuru madde oranlarına sahip (%80 ve %85) maltitol şurupları kullanılmıştır. Bu farklılık sayesinde, istenilen kıvam ve nem düzeyi sağlanarak ürünün hem raf ömrü hem de çiğneme özellikleri iyileştirilmiştir. Düşük nem içeriği, mikrobiyal stabilite ve raf ömrü açısından önemli bir avantaj sunmaktadır.

Şekerşiz şerit sakız üretim sürecinde kullanılan ekipmanlar ve üretim adımlarının her biri, ürün kalitesi üzerinde doğrudan etkili olmaktadır. Sakız üretimi deneme setlerinde kullanılan ekipmanlar, Sunar Mısır Ar-Ge Merkezi laboratuvarında bulunan Z-bıçaklı karıştırıcı ile başlamaktadır (Şekil 3.4.).



Şekil 3.4. Sunar Mısır Ar-Ge merkezi laboratuvarı Z-bıçaklı karıştırıcı ekipmanı

Karışımın homojen şekilde yoğrulmasını sağlayan bu ekipmanın ardından, elde edilen hamurun şekillendirilmesinde hamur kesme aparatı, merdane ve metal levhalar gibi yardımcı ekipmanlardan yararlanılmıştır (Şekil 3.5.). Üretimin son aşamasında ise şerit formuna getirilen sakızlar uygun koşullarda paketlenmiş ve analizler için hazır hale getirilmiştir (Şekil 3.6).



Şekil 3.5. Sakız hamuru kesme aparatı, merdane ve metal levhalar



Şekil 3.6. Ambalajlanmış şerit sakız numuneleri

3.2.2. Sorbitol ve Sakız Analizleri

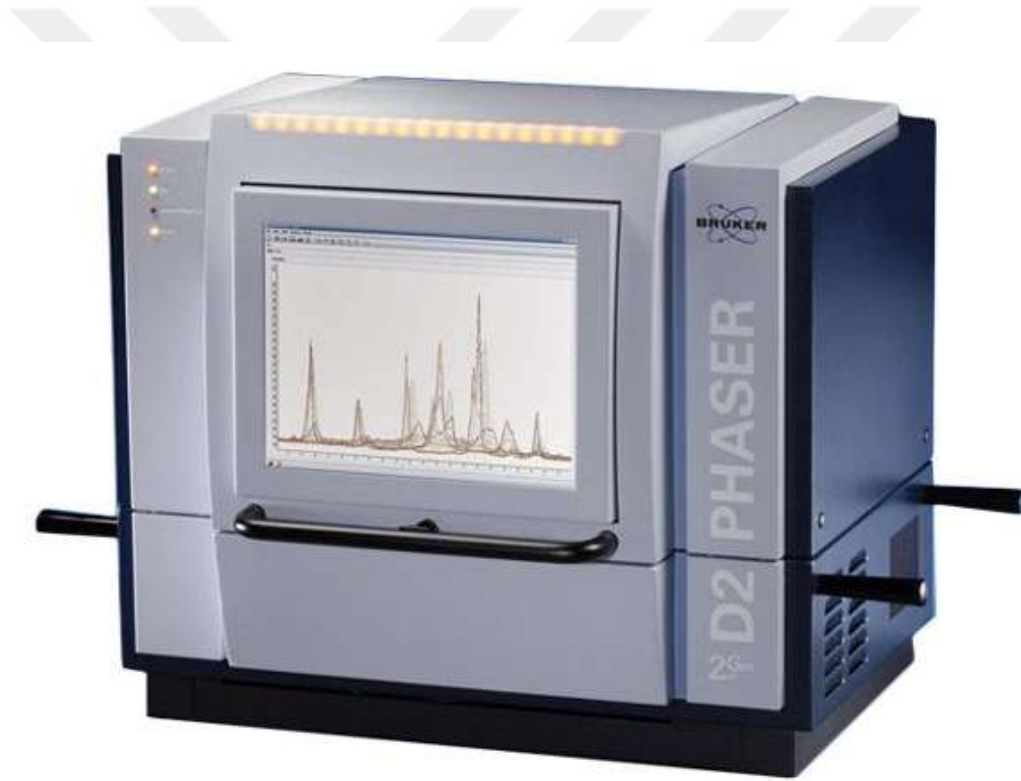
3.2.2.1. X-RAY Difraksiyon (XRD) Analizi

X-ışını difraksiyonu (XRD), toz haldeki sorbitolün polimorfolojik yapısının karakterizasyonunda yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. XRD ile gerçekleştirilen çalışmalarda, kristalizasyon sıcaklığının oluşan sorbitol kristallerinin morfolojisi üzerindeki etkisi ortaya konmuştur. Farklı sıcaklıklarda (15°C–40°C) gerçekleştirilen kristalizasyon işlemleri sonucunda oluşan kristallerin erime sıcaklıkları incelenmiş ve kristalleşme sıcaklığındaki artışın, elde edilen polimorfun termodinamik stabilitesi üzerindeki etkisi değerlendirilmiştir. Ayrıca, XRD yöntemi ile elde edilen veriler, farklı polimorfların erime noktaları arasındaki farkların, diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) yöntemiyle elde edilen bulgulara kıyasla daha belirgin bir şekilde ayırt edilebilmeside sağlanmıştır.

Toz sorbitolün ölçülen füzyon ısısı 45.9 kalori /gram ve erime sıcaklık aralığı 96°C - 101°C aralığındadır. Sakız uygulamasında kullanılmak üzere hazırlanan toz sorbitol X-ray difraksiyon yöntemi analiz edildiğinde, en az %80 gama formu içeriğinde ise füzyon ısısının en az 40 kalori/gram olması beklenmektedir. Daha düşük füzyon ısısına sahip sorbitol içeriğinde daha fazla camsı ve amorf yapıda sorbitol morfolojisinden kaynaklıdır ve sakız uygulamasında bu yapılar daha kararsız oldukları için tercih edilmezler (Chapdelaine vd., 1988)

Bu amaçla şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol numunelerinin kristal yapısının belirlenmesi amacıyla X-Işını Difraksiyon (XRD) analizi uygulanmıştır. Bu kapsamda, farklı partikül boyutu ve yığın yoğunluğuna sahip sorbitol örnekleri kullanılmış ve bu örnekler arasındaki kristal yapı farklılıkları araştırılmıştır.

XRD analizleri, Bruker X-ray Diffraction (XRD) and Scattering cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.7.). Ölçümler, Cu-K α ışını ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) kaynağı ile, 5° – 40° 2θ aralığında, $0,02^\circ$ adım genişliğinde ve $2^\circ/\text{dk}$ tarama hızıyla yapılmıştır. Numuneler analiz öncesinde 40°C 'de 24 saat boyunca kurutulmuş, ardından desikatörde bekletilerek nemden arındırılmıştır.



Şekil 3.7. Bruker X-ray Diffraction (XRD) and Scattering cihazı

Elde edilen XRD desenleri üzerinden karakteristik pikler analiz edilmiş ve sorbitol örneklerinin kristal fazları değerlendirilmiştir. Piklerin konumları, keskinlikleri ve yoğunlukları dikkate alınarak kristalinite dereceleri karşılaştırılmıştır. Bu analizler neticesinde, toz sorbitol örneklerinin fiziksel özellikleri ile kristal yapıları arasındaki ilişki ortaya konulmuştur.

3.2.2.2. *Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi*

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi izotermal ve deęiřen sıcaklık programları ile entalpi deęiřiminden yola ıkararak numenin faz deęiřimindeki erime sıcaklıęı, özünme, kristalizasyon ve camsı geiř hakkında bilgi vermektedir. Erime noktası morfolojinin saflıęı dolayısıyla kristal yapının bir göstergesidir. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) yöntemi ile endoterm eęrisinin altında kalan alana bakılarak kristal miktarı (ierięi) belirlenebilir (DeJong, 2018).

řekersiz řerit sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün termal özelliklerini belirlemek amacıyla Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizi gerekleřtirilmiřtir. Bu analiz ile sorbitol örneklerinin erime noktası, faz geiř sıcaklıkları ve entalpi deęerleri gibi karakteristik ısıl davranıřları deęerlendirilmiřtir.

DSC analizleri, Mettler Toledo Differential Scanning Calorimetry DSC3 cihazı kullanılarak yürütölmüřtür (řekil 3.8.). Öölümler, nitrojen atmosferi altında, 10 °C/dak ısıtma hızıyla ve 25 °C'den 200 °C'ye kadar olan sıcaklık aralıęında yapılmıřtır. Her bir sorbitol örneęinden yaklaşık 5–7 mg alınmıř ve hermetik alüminyum kapsüllere yerleřtirilmiřtir. Referans olarak boř bir kapsöl kullanılmıřtır.



řekil 3.8. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

Analiz sonucunda elde edilen ısı eğriler üzerinden sorbitol örneklerinin erime sıcaklıkları (T_m), erime entalpileri (ΔH) ve olası faz geçişleri belirlenmiştir. Ayrıca, farklı fiziksel özelliklere sahip (örneğin partikül boyutu veya üretici kaynaklı varyasyonlar) sorbitol örnekleri arasında gözlenen termal farklılıklar karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir.

3.2.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Toz sorbitol morfolojik yapısı, içerisine girdiği sakız formülasyonlarının nem çekicilik, stabilite ve raf ömrü gibi bir çok kalite parametresini etkilemekte, dolayısı ile bu durum toz sorbitol partikül yapısının mikro ve nano ölçekte yapılarının tayin edilmesini önemli bir parametre haline getirmektedir. Bahsi geçen elementel analiz, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile entegre çalışan enerji saçılım spektroskopisi (EDS/EDX) sistemi kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Analiz sonucu tespit edilen mikro taneciklerin dizilişi, yapısı ve şekli sakız kalitesini etkileyen temel parametrelerdendir (Barkalow vd., 1995)

Şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün yüzey morfolojisini ve partikül yapısını incelemek amacıyla Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi gerçekleştirilmiştir. Bu analiz ile sorbitol partiküllerinin şekli, yüzey özellikleri ve aglomerasyon eğilimleri detaylı olarak değerlendirilmiştir.

SEM analizleri, numunelerin iletkenliğinin artırılması amacıyla altın kaplama işlemine tabi tutulmasının ardından gerçekleştirilmiştir. Numuneler, karbon bant üzerine serpilerek sabitlenmiş ve vakum altında altın ile kaplanmıştır. Analizler, uygun büyütme seviyelerinde yapılmış; partikül boyutu dağılımı, yüzey düzgünlüğü ve kristal yapıya dair görsel veriler elde edilmiştir.

Görüntüleme işlemleri, yüksek çözünürlüklü bir Taramalı Elektron Mikroskobu (FEI QUANTA FEG 650 SEM) kullanılarak yürütülmüştür. Elde edilen mikro yapısal görüntüler üzerinden, farklı partikül boyutuna ve üretim kökenine sahip sorbitol örnekleri karşılaştırılmıştır.

3.2.2.4. *Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analizi*

Partikül boyutu, gıda kalitesini belirleyen temel parametrelerdendir. Bu fiziksel özellik, toz sorbitol akışkanlığı, çözünme oranı, ağız hissi ve hatta ürün stabilitesi gibi birçok özelliği etkilemektedir (Raithore ve Peterson, 2018). Dolayısıyla, istenilen aralıklardaki partikül boyut dağılıma sahip toz sorbitolün, sakızın kalite özellikleri üzerinde olumlu etkisi olduğu bildirilmiştir. Bu özelliklerdeki toz sorbitol, aynı zamanda sakız mayası ile sorbitolün karışım zamanını azaltır. Ayrıca olumlu etkilenen bazı diğer özellikler aşağıdaki gibidir:

- Çiğneme esnasında ağıza gelen sıklık hissiyatı,
- Sakız dokusunun daha pürüzsüz hale gelmesi,
- Sakız ağıza alındıktan bir süre sonra algılanan aroma yoğunluğu ve algısının artması, örneğin nane aroması kullanıldığında, ağıza gelen ferahlık hissiyatının artması (Camuel ve Bensouissi, 2016).

Bu nedenle, partikül büyüklüğü dağılımı, toz halindeki karışımların karakteristik özelliklerini etkilemektedir. Genellikle, daha ince yapıdaki partiküller son ürünün akışkanlık özellikleri göz önüne alındığında istenmezler; bunun nedeni ise bu ince parçacıkların daha büyük yapıdaki partiküller ile bir araya gelerek akışkanlık özelliğini olumsuz etkilemesidir (Bensouissi ve Camuel, 2017). Buna ek olarak, toz karışımındaki ince partiküllerin oranının artması, bahsi geçen karışımın yoğunluk, özgül yüzey alanı, akışkanlık gibi özelliklerini etkilerken, aynı zamanda depolanma esnasında su çekme isteğinin artması, ani patlama riski oluşması ve kullancılar tarafından solunması açısından da riskler barındırmaktadır (Bensouissi ve Camuel, 2017). Spesifik olarak, toz partikülleri üzerinde uygulanan darbe/basınç, bu partiküllerin aşınmasına veya tahribatına yol açabilir ve daha ince partiküllerin oluşmasına neden olabilir. Bu şekilde ortaya çıkmış olan ince parçacıklar, hem tozun kendine özgü özelliklerini (daha ince parçacık boyutu, daha yüksek yoğunluk, daha yüksek yüzey alanı, vb.) hem de tozun kullanımı sırasındaki davranışını (zayıf akış, taşıma sırasında boruların vb. tıkanması) ve depolanmasını (daha hızlı su çekme vb.) etkiler (Bensouissi ve Camuel, 2017). Bahsi geçen her iki proses de üretim esnasında sıklıkla kullanılan yöntemler olduğundan; böyle bir durum hem üretimin devamlılığını hem de verimliliği etkilediğinden; arzu edilmez. Sakız üretiminde ise, benzer bir durum olarak, belirli bir aralıkta yeralan parçacık boyutu dağılımına sahip toz sorbitol kullanılmalıdır. Bu nedenle, darbe dayanımı yüksek toz sorbitol kullanımı, son ürün olan sakız üretiminde istenilen formülasyonun oluşturulmasını sağlayacaktır (Bensouissi ve Camuel, 2017).

Partikül boyut dağılımı analizi için farklı yöntemler uygulanabilmektedir. Bunlardan birisi olan elek analizi, en basit metottur. Bu yöntemde, ürün farklı boyutlardaki elekler üzerinden geçerek, ayrılır; her bir eleğin üzerinde kalan miktar tartılır ve dağılım farklı elek boyutları üzerinden ayrı ayrı yüzde olarak belirlenir. Bir diğer metod ise, lazer difraksiyon yöntemidir. Bu yöntemde, ürün üzerinden lazer ışını geçirilmekte; saçılan ve kırılan ışık üzerinden ve kırılım açısından partiküllerin büyüklüğü ve sayısı belirlenebilmektedir.

Bu tez çalışmasında, toz sorbitolün partikül boyutunun sakız üretim süreci ve ürün kalitesi üzerindeki etkilerinin değerlendirilmesi amacıyla, partikül boyutları 150 μm altı, 200 μm altı ve 250 μm altı olacak şekilde üç farklı fraksiyonda sınıflandırılmıştır. Eriyik kristalizatörle üretilen toz sorbitol örneklerinin istenen partikül boyutlarında hazırlanabilmesi için, Sunar Mısır Ar-Ge Merkezi bünyesindeki ekipmanlar kullanılmış; bu kapsamda numuneler Retsch ZM 200 laboratuvar tipi santrifüjlü öğütücü ile öğütülmüş ve Retsch AS 200 elek seti (Şekil 3.9.) aracılığıyla boyutlandırılmıştır.



Şekil 3.9. Toz sorbitölün partikül boyut dağılımı için kullanılan laboratuvar tipi öğütücü ve elek seti

Şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün fiziksel özelliklerinin karakterizasyonu kapsamında, ayrıca, partikül boyut dağılımı (PSD) analizi gerçekleştirilmiştir. Bu analiz ile sorbitol örneklerinin ortalama partikül boyutları, dağılım genişlikleri ve şekil faktörleri belirlenmiş; farklı örnekler arasındaki morfolojik farklılıklar değerlendirilmiştir.

Analizler, Microtrac Camsizer X2 Particle Sizing Instrument cihazı kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.10.). Bu cihaz, dinamik görüntü analiz teknolojisine dayanarak, partiküllerin iki boyutlu projeksiyon görüntülerinden boyut ve şekil bilgilerini yüksek hassasiyetle elde etmektedir. Numuneler kuru dispersiyon yöntemi ile ölçülmüş ve analiz sırasında standart hava basıncı ile düzgün bir dağılım sağlanmıştır.



Şekil 3.10. Microtrac Camsizer X2 Particle Sizing Instrument cihazı

Her bir sorbitol örneğinden yaklaşık 10 gram alınarak cihaz besleme ünitesine yerleştirilmiş ve analizler otomatik modda yürütülmüştür. Elde edilen veriler doğrultusunda, D10 ve D50 değerleri hesaplanmış; partikül boyut dağılım eğrileri oluşturulmuştur.

Partikül dağılımında tek üniform bir yapı oluşturmak, tek bir partikül boyutunda toz sorbitol elde etmek neredeyse imkânsız. Belli bir dağılımda partikül elde edilebilmektedir. Ve bu dağılımda da belli bir aralıkta bu dağılımı kontrol edebilmek önemlidir. Sektörel anlamda ticari toz sorbitoller de incelendiğinde özellikle küçük partiküllerin oranı ve dağılımı sakızın sertlik/yumuşaklık özelliklerini ve raf ömrünü etkilemektedir. Deneme deseninde yeralan; D10: 30 μm değeri partikül dağılımının en az %10'luk kısmının 30 μm altında olduğunu göstermektedir; bir diğer veri olan D50: 150 μm 'de; partikül dağılımının en az %50'sinin 150

μm altında olduğunu göstermektedir. Şerit (stick) sakız üretiminde kullanılan toz sorbitollerinin spesifikasyonları incelendiğinde, D10'un 70-90 μm 'un altında olduğu; D50'nin ise 200-250 μm seviyesinde olduğu görülmektedir.

Toz sorbitol numunelerinin ve ürün spesifikasyonlarının incelenmesi sonucunda, birçok üretici firmanın partikül boyutu dağılımını D10, D50 ve D90 parametreleri üzerinden raporladığı gözlemlenmiştir. Ancak bu çalışmada, D90 değeri partikül boyut dağılımının büyük bir kısmını temsil etmesine rağmen, dağılımın genel karakteristiğini yeterince ayırt edici biçimde yansıtmadığı için deneme desenine dâhil edilmemiştir.

Bu bağlamda, deneysel çalışma kapsamında D10 için 30 μm , 75 μm ve 120 μm ; D50 için ise 150 μm , 200 μm ve 250 μm partikül boyutu değerleri belirlenmiştir. Deneme setinde yer alan bu hedef partikül boyutları, öğütme ve sonrasında kontrollü eleme işlemleri uygulanarak elde edilmiştir. Bu yaklaşım, partikül boyutunun sakızın dokusu ve duyuşal özellikleri üzerindeki etkilerini sistematik olarak değerlendirmeye olanak sağlamıştır.

3.2.2.5. Yüzey Alanı Analizi

Sorbitol karakterizasyonu için kullanılan bir diğer parametre ise özgül yüzey alanıdır. Birim ağırlık başına yüzey alanını veren bu parametre, özellikle partikülün yapısı hakkında (gözenekli olup olmaması vb.) ipuçları vermekte olup, uygulama alanları noktasında ölçülmesi gereken bir değerdir. Genel kabul, özgül yüzey alanı arttıkça nem çekiciliğin arttığı şeklindedir (Duflot vd., 2012); bu durumu Duflot ve arkadaşları, yüzey alanının artması ile birlikte partikülün neme maruz kalacak olan alanının artması olarak belirtmişlerdir. Buna ek olarak, düşük yüzey alanı değerine sahip parçacıkların dışarıdan gelen etkilere direnci yüksektir (Bensouissi ve Camuel, 2017). Özgül yüzey alanı, BET (Brunauer–Emmett–Teller) yüzey alanı tayini ile tespit edilmekte olup, birimi m^2/g şeklindedir (Florey, 1994). Bu analiz azot adsorpsiyon izotermine dayalı olarak (P/P₀: 0.05–0.30) gerçekleştirilmektedir.

Şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün fizikokimyasal özelliklerini daha ayrıntılı değerlendirebilmek amacıyla özgül yüzey alanı analizlerinin gerçekleştirilmesi planlanmıştır. Bu kapsamda, partiküllerin özgül yüzey alanı ve gözeneklilik yapısını belirlemeye yönelik Brunauer–Emmett–Teller (BET) analizleri, özellikle sorbitolün çözünme

hızı, nem tutma kapasitesi ve sakız matrisine etkileri gibi kritik parametrelerin yorumlanmasında potansiyel bir araç olarak değerlendirilmiştir.

Ancak, dış kaynaklı olarak yürütülen BET analizlerinde tekrarlanabilirliğin düşük olması, analiz sonuçlarında tutarsızlık gözlemlenmesi, test tekrar sayısının fazla olması gerekliliği ve analiz maliyetlerinin yüksekliği gibi nedenlerle, bu çalışmada BET verilerine yer verilmemiştir. Bunun yerine, partikül boyut dağılımı ve yığın yoğunluğu ölçümleri, sorbitolün fiziksel özellikleri ile sakızın işlenebilirlik, çözünme davranışı ve doku özellikleri üzerindeki etkilerini değerlendirmede yeterli ve güvenilir parametreler olarak kabul edilmiştir.

3.2.2.6. Yığın Yoğunluğu ($\rho_{yığın}$) Analizi

Toz sorbitol karakterizasyonu için ele alınan kalite parametrelerinden bir diğeri ise “yığın yoğunluğu” kavramıdır. Yığın yoğunluğu, partiküllerin toplam ağırlığının yine aynı partiküllerin kapladıkları toplam hacime bölümü iken; sıkıştırılmış yoğunluk ise kütlenin sıkıştırılmış hacime bölümü ile elde edilir. Bu noktada, yüksek yığın yoğunluğu değerine sahip partiküller ile yapılmış tabletlerin sıkıştırılabilirlik özelliğinin zayıf olduğu bilinmektedir (Silva vd., 2013; Shah, 2017).

Toz sorbitolün yığın yoğunluğu, şekersiz sakız formülasyonlarında kritik rol oynayan fiziksel bir parametredir. Bu parametre, karışımın homojenliği, akışkanlık özellikleri ve sıkıştırılabilirlik davranışları üzerinde doğrudan etkili olup, nihai ürünün kalitesini ve proses tekrarlanabilirliğini belirleyen temel unsurlar arasında yer alır. Üretim süreci boyunca yığın yoğunluğunun optimize edilmesi, sakızın tat, doku ve fiziksel özelliklerinin istenen standartlara uygun olmasını sağlamaktadır.

Sorbitolün yığın yoğunluğu, özellikle sakız tabanı ve diğer yardımcı bileşenlerle olan karışım davranışını doğrudan etkilemektedir. Gıda tozlarının karışım homojenliği, bileşenler arası yığın yoğunluğu farklılıklarından önemli ölçüde etkilenmektedir (Fitzpatrick ve Ahrné, 2005). Düşük yığın yoğunluğuna sahip sorbitol tozları, karışım esnasında segregasyona uğrayarak homojen olmayan bir dağılıma neden olabilir. Bu durum, nihai üründe tat ve doku açısından istenmeyen tutarsızlıklar yaratabilir. Öte yandan, uygun düzeyde yığın yoğunluğuna sahip sorbitol, homojen karışım elde edilmesine katkı sağlayarak ürün kalitesini artırır.

Yığın yoğunluğu yalnızca teknolojik işlenebilirliği değil, aynı zamanda tüketici tarafından algılanan duyuşal özellikleri de doğrudan etkiler. Homojen bir dağılım, ürünün tat profilinde tutarlılık sağlarken; uygun yığın yoğunluğu, çiğneme hissi ve mekanik doku gibi parametreler üzerinde de olumlu etkiler yaratır. Bu nedenle, toz sorbitolün yığın yoğunluğu, şekersiz sakız üretiminde hem proses optimizasyonu hem de ürün kalitesi açısından stratejik bir parametre olarak değerlendirilmektedir.

Toz sorbitolün fiziksel özelliklerini değerlendirmek amacıyla yığın yoğunluğu ($\rho_{\text{yığın}}$) analizi gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, partikül morfolojisi ve akışkanlık özelliklerine dair dolaylı bilgiler sunmasının yanı sıra, sorbitolün üretim süreci boyunca gösterdiği işlenebilirlik davranışlarının değerlendirilmesi açısından da önem arz etmektedir.

Yığın yoğunluğu, belirli bir hacime herhangi bir dış baskı uygulanmaksızın serbestçe dökülen tozun kütlelerinin, kapladığı hacme oranı olarak tanımlanır ve g/cm^3 biriminde ifade edilir. Analiz kapsamında, 100 mL hacimli ölçü silindrine, örnek toz sorbitol mekanik sıkıştırma veya titreşim uygulanmadan, serbest düşüş yöntemiyle dökülmüştür. Daha sonra, tozun kapladığı toplam hacim ölçülmüş ve önceden tartılan kütle değeri bu hacme bölünerek yığın yoğunluğu hesaplanmıştır. Elde edilen bu değerler, partikül boyutu ile işlenebilirlik ve formülasyondaki dağılım davranışı arasındaki ilişkiyi değerlendirmede referans parametre olarak kullanılmıştır.

3.2.2.7. Nem Tayin Analizi

Nem tayin analizleri, Shimadzu MOC63U model nem tayin cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.11.). Analiz sırasında, cihazda yer alan sıcaklık programına göre numuneler öncelikle $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'den $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye 10 dakika içerisinde ısıtılmış; ardından sıcaklık $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'den $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye yine 10 dakikalık bir sürede çıkarılmıştır. Bu kademeli ısıtma protokolü, sakız numunelerindeki serbest ve bağlı suyun ayrılarak buharlaştırılmasını sağlayarak daha hassas bir nem belirleme imkanı sunmuştur.



Şekil 3.11. Shimadzu MOC63U model nem tayin cihazı

3.2.2.8. *Tekstür Analizi*

Tekstür analizleri ile farklı partikül boyutlarına sahip toz sorbitol örnekleri kullanılarak, partikül boyutu ve yığın yoğunluğunun şekersiz sakızın sertlik özelliği üzerindeki etkileri sistematik olarak araştırılmıştır. Elde edilen veriler, fiziksel parametrelerin sakızın mekanik özellikleriyle olan ilişkisini değerlendirmek amacıyla kullanılmıştır.

Sertlik analizleri, Sunar Mısır Ar-Ge Merkezi bünyesinde bulunan TA-XT Plus model tekstür analiz cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.12.). Bu cihaz ile yapılan analizlerde, sertlik değerleri “Force (g)” birimiyle ölçülmüş, elde edilen değerler Newton (N) cinsine çevrilerek değerlendirilmiştir. Sertlik parametresi, tekstürde “hardness” olarak ifade edilen ve numunenin çiğneme direncini belirleyen temel bir göstergedir. Uygulanan analiz şartları şu şekilde belirlenmiştir:

- Test modu : Baskılama (compression)
- Test hızı : 120 mm/dk
- Baskı kuvveti : 5 gram
- Mesafe : 5 mm



Şekil 3.12. Tekstür analiz cihazı ile yapılan sakız sertlik ölçümü

Sakız örnekleri, üretim sonrasında kilitli ambalajlar içerisinde oda sıcaklığında iki gün boyunca muhafaza edilmiştir. Bu süre zarfında ürünlerin fiziksel stabilitesinin sağlanması amaçlanmıştır. Sertlik analizleri, üretimden 48 saat sonra gerçekleştirilmiş ve sonuçlar Newton (N) cinsinden raporlanmıştır. Cihazdan doğrudan elde edilen gram-force (gf) cinsindeki kuvvet değerleri, uluslararası kabul görmüş dönüşüm oranı olan $1 \text{ gf} = 0.0098 \text{ N}$ formülü kullanılarak Newton birimine dönüştürülmüştür. Bu standartlaştırma, farklı örneklerin sertlik verilerinin karşılaştırılabilirliğini sağlamak amacıyla uygulanmıştır.

Continental Confectionery Company (CCC) Ar-Ge Merkezi ile yapılan görüşmeler doğrultusunda, ideal sakız sertliği değerlerinin normal saklama koşullarında (18–22 °C sıcaklık, %40-55 bağıl nem) 15–17 N aralığında olduğu belirtilmiştir. Bu eşik değerlerine göre, 15 N altındaki değerler “yumuşak”, 17 N üzerindeki değerler ise “sert” olarak tanımlanmıştır. Yapılan tüm analizler, CCC Ar-Ge Merkezi’nin kullandığı referans test koşulları ile aynı şartlarda yürütülmüştür.

Sakız üretiminde, partikül boyutu büyük olan sorbitol karıştırma ortamına eklendiğinde, gliserin sakız mayası/sorbitol karışımını çok yavaş emer ve bu nedenle tork değeri çok yavaş artar. Küçük partikül boyutundaki sorbitolün kullanılması durumunda ise, gliserin sakız

mayası/sorbitol karışımını çok hızlı bir şekilde bünyesine katar ve tork çok hızlı yükselir. Normal üretim prosesinde ise; gliserin ve ortamdaki diğer bileşenlerin tamamen karışmasının ardından, karışım karıştırıcıdan alınır ve işlenmeye devam edilir. Bu nedenle, büyük partikül boyutlu sorbitolün kullanılması durumunda sakız oldukça yumuşak iken; tam tersi durumda sert ve kırılgan bir sakız elde edilir. Üretimi takiben birkaç gün geçtikten sonra, gliserin diğer bileşenler ile tamamen karışır ve her iki durumda da çiğneme ve duyu etkileri aynı olan sakızlar elde edilir. Fakat üretimi takiben sakızın hemen işlenecek olması durumunda; daha sert olan sakız (sorbitol partikül büyüklüğü düşük olan) tercih edilmektedir (Barkalow vd., 1995).

Sakız, bulunduğu ortamdan nem çekebilir ya da yapısındaki nemi zaman içerisinde kaybedebilir. Bu eğilim sakızın bulunduğu ortamın sıcaklığına, bağıl nemine ve sakızı kaplayan ambalajın türüne bağlıdır. Kullanılan ambalaj sakızın ortamdan nem çekmesini ya da nem kaybetmesini önler, sakızın tat kaybını azaltır, oksidasyonu azaltır, sakıza bulunduğu geçebilecek yabancı aromalardan korur (Boyd ve Stanley, 1999)

3.2.2.9. Raf Ömrü (İklimlendirme) Çalışmaları

Sakız örnekleri, üretim sonrası testler gerçekleştirilmeden önce 25 °C sıcaklık ve %36 bağıl nem koşullarında, 24 saat süreyle inkübasyon işlemine tabi tutulmuştur. Bu şartlandırma süreci, ürünün mekanik özelliklerinin stabilizasyonu ve kristalizasyon sürecinin tamamlanması amacıyla uygulanmıştır. Raf ömrü değerlendirmeleri kapsamında ise sakızlar, 30 °C sıcaklık ve %65 bağıl nem koşullarında muhafaza edilmiştir.

İklimlendirme ve şartlandırma işlemleri, Nüve marka TK 600 model iklimlendirme kabini kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu kabin, nemli çalışma koşullarında +10 °C ila +60 °C sıcaklık aralığında ve %20 ila %95 bağıl nem (RH) aralığında hassas kontrol imkanı sunmaktadır. Cihazın sunduğu bu geniş ayar aralıkları, hem üretim sonrası kısa süreli inkübasyon hem de uzun vadeli stabilite testleri için uygun çevresel koşulların sağlanmasına olanak tanımıştır.

3.2.2.10. Organoleptik Analizler

Organoleptik testler kapsamında, elde edilen şekersiz sakız numunelerinin duysal özelliklerini değerlendirmek amacıyla duysal analizler gerçekleştirilmiştir. Bu analizlerde özellikle, sakızın ağıza alındığı ilk andaki başlangıç ısırma deneyimi üzerine odaklanılmıştır. Çalışma süresince CCC Ar-Ge Merkezi'nden teknik ve operasyonel destek alınmıştır.

Duysal değerlendirme sürecinde, panelistler sakız örneklerini aşağıda belirtilen kriterler doğrultusunda puanlama yöntemi ile değerlendirmiştir:

- Sertlik hissiyatı
- Tat yoğunluğu
- Ağızda yapışma
- Çiğnenebilirlik (gevreklik -kıtırtı hissiyatı)

Bu amaçla kullanılan duysal değerlendirme formu örneği aşağıda verilmiştir (Şekil 3.13.):

Panel adı	: Şekersiz Sakız Paneli				Tarih:
Panelist kodu / adı	:				
Açıklama: Lütfen, her numuneyi 1 dakika ve 3 dakika boyunca çiğnedikten sonra değerlendirmeyi yapınız. Değerlendirmenizi yaparken 0 (sıfır) kötü ya da düşük, 5 (beş) iyi ya da yüksek olacak şekilde puanlayınız					
	A	B	C	D	
Sertlik					Çok sert, Sert, Uygun sertlik, Yumuşak, Çok yumuşak
Tat yoğunluğu					Yüksek, Orta, Düşük
Ağızda yapışma hissi					Yüksek, Orta, Düşük
Gevreklik-kıtırtı hissiyatı					Yüksek, Orta, Düşük
Hangi sakızı çiğnemeyi tercih edersiniz?					X
Yorumlar:					Sakızın tadı, dokusu, tatlılığı, sertlik-yumuşaklığı, ferahlık hissiyatı açısından genel değerlendirme ve önerileriniz.

Şekil 3.13. Duysal Değerlendirme Formu Örneği

Duysal değerlendirmeler, sakızın ağıza alınmasından sonraki 1. ve 3. dakikalarda gerçekleştirilmiş olup, bu sayede zamana bağlı olarak duysal özelliklerde meydana gelen değişimlerin analizi mümkün kılınmıştır. Duysal panel çalışmalarında, Sunar Ar-Ge Merkezi'nden seçilen ve eğitimli 9 panelist görev almıştır.

Çalışma kapsamında, farklı partikül boyutlarına ve yığın yoğunluğu değerlerine sahip toz sorbitol kullanılarak üretilen şekerli sakız örnekleri, duyu uygunluk bakımından karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Tatlandırıcı ve dolgu maddesi olarak kullanılan toz sorbitolün partikül boyutu dağılımının, özellikle sakızın yumuşaklık ve elastikiyet gibi önemli fiziksel özellikleri üzerinde belirleyici bir etkisinin olduğu tespit edilmiştir.

Analizler sonucunda, yumuşak ve esnek yapıdaki sakızların çentikleme ve ekstrüzyon işlemleri sırasında proses avantajı sağladığı gözlemlenmiştir. Ancak aşırı yumuşaklığa sahip formülasyonların, kesme ve paketlenme aşamalarında işlenebilirliği olumsuz etkileyebildiği belirlenmiştir. Bu durum, üretim süreçlerinde tekstürel özelliklerin hem duyu kalite hem de proses verimliliği açısından kritik bir denge unsuru olduğunu ortaya koymuştur.

Literatürde yer alan Camuel ve Bensouissi (2016) çalışmasından yararlanılarak, ortalama partikül boyutu 200 mikron olan toz sorbitolün sakız üretiminde kullanılması ile bazı önemli duyu avantajların sağlandığı belirlenmiştir. Bu avantajlar aşağıda özetlenmiştir:

- İlk ısırıkta sıklık hissiyatı oluşturulması,
- Sakız yapısının yumuşak bir form kazanması,
- Tatlılık algısının artması ve genel tat yoğunluğunun güçlendirilmesi,
- Özellikle nane aromalı sakızlarda ferahlık hissiyatının belirginleşmesi.

Bu bulgular doğrultusunda, çalışma kapsamında farklı partikül büyüklüklerine ve morfolojik özelliklere sahip toz sorbitol örnekleri kullanılarak üretilen şekerli sakızların duyu ve fiziksel özellikleri üzerine etkileri detaylı biçimde analiz edilmiştir.

Elde edilen veriler ışığında, şekerli sakız üretiminde optimum performans sağlayan toz sorbitol özellikleri (partikül boyutu, yığın yoğunluğu, morfolojik yapı) tanımlanmış ve bu parametrelerin ürün kalitesi üzerindeki etkileri bilimsel olarak ortaya konmuştur. Bu analizler, tatlandırıcı formülasyonlarında partikül mühendisliğinin duyu kaliteyi nasıl yönlendirebileceğine ilişkin önemli bulgular sağlamaktadır.

3.2.3. Şekersiz Sakız Üretimi Deneysel Tasarımı

Bu çalışmada, şekersiz sakız üretiminde kullanılacak toz sorbitolün fizikokimyasal ve morfolojik özelliklerini belirlemek amacıyla kapsamlı ön denemeler gerçekleştirilmiştir. Ön deneme sürecinde, hem literatürde yer alan bilgiler hem de sektörde yaygın olarak kullanılan ticari toz sorbitol ürünlerinin spesifikasyonları dikkate alınarak hedef ürün profili oluşturulmuştur. Başlangıç materyali olarak, piyasada yaygın şekilde kullanılan ve genellikle sakız üretiminde tercih edilen yüksek saflıktaki toz sorbitoller temin edilmiş, bu ürünler eritilerek referans materyal haline getirilmiştir.

Sorbitolün özelliklerinin belirlenmesinde en kritik proses adımı olan kristalizasyon, Sunar Mısır Ar-Ge Merkezi bünyesindeki pilot ölçekli eriyik kristalizatör kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kristalizasyon sonucunda elde edilen örneklerin kristal yapı özellikleri, özellikle gama form içeriği açısından değerlendirilmiştir. X-ışını difraksiyonu (XRD), Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) teknikleri ile yapılan analizler sonucunda, üretilen sorbitol örneklerinin tamamında yüksek oranda gama formuna sahip kristal yapıların olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlar, kristal morfolojinin sabit ve istenen formda elde edilebildiğini göstermiş ve deneme deseninde bir değişken olarak ele alınma gerekliliğini ortadan kaldırmıştır.

Elde edilen toz sorbitol örneklerinin fiziksel karakterizasyonu kapsamında, partikül boyutu dağılımı (PSD) lazer difraksiyon yöntemiyle; yığın yoğunluğu ise standart hacimsel yöntemlerle belirlenmiştir. Elde edilen veriler doğrultusunda, şekersiz sakız üretiminde kullanılacak sorbitol özelliklerini optimize etmek üzere Yanıt Yüzey Metodolojisi (Response Surface Methodology, RSM) kullanılarak deneysel tasarım oluşturulmuştur.

Deneme deseninde bağımsız değişkenler olarak partikül boyutu dağılımı (D10: 30, 75 ve 120 μm ; D50: 150, 200 ve 250 μm) ve yığın yoğunluğu (0.45, 0.50 ve 0.55 g/mL) parametreleri seçilmiştir. Diğer tüm sakız bileşenleri ve üretim koşulları sabit tutularak yalnızca sorbitol parametreleri değiştirilmiş ve toplamda 20 adet deneme üretimi gerçekleştirilmiştir (Tablo 3.6). Bu deneylerde bağımlı değişkenler (yanıt) olarak sakızın nem içeriği ve sertlik değeri ölçülmüş, elde edilen veriler RSM analizine tabi tutulmuştur.

Tablo 3.6 Farklı Yığın Yoğunluğu ve Partikül Boyutu Dağılımlarına Sahip Toz Sorbitol Örneklerinden Oluşturulan Deney Setleri

Deneme Seti No*	PSD (D10) (µm)	PSD (D50) (µm)	Yığın Yoğunluğu (g/mL)	Nem İçeriği (%)	Sertlik (N)
CWG1	75	200	0.50		
CWG2	75	200	0.50		
CWG3	75	200	0.50		
CWG4	120	250	0.55		
CWG5	120	150	0.55		
CWG6	120	250	0.45		
CWG7	75	200	0.55		
CWG8	120	200	0.50		
CWG9	75	250	0.55		
CWG10	30	250	0.45		
CWG11	75	200	0.45		
CWG12	75	150	0.45		
CWG13	30	150	0.45		
CWG14	30	250	0.45		
CWG15	75	200	0.45		
CWG16	75	200	0.50		
CWG17	30	200	0.50		
CWG18	30	150	0.50		
CWG19	75	200	0.50		
CWG20	120	150	0.55		

* CWG: Chewing gum (Sakız)

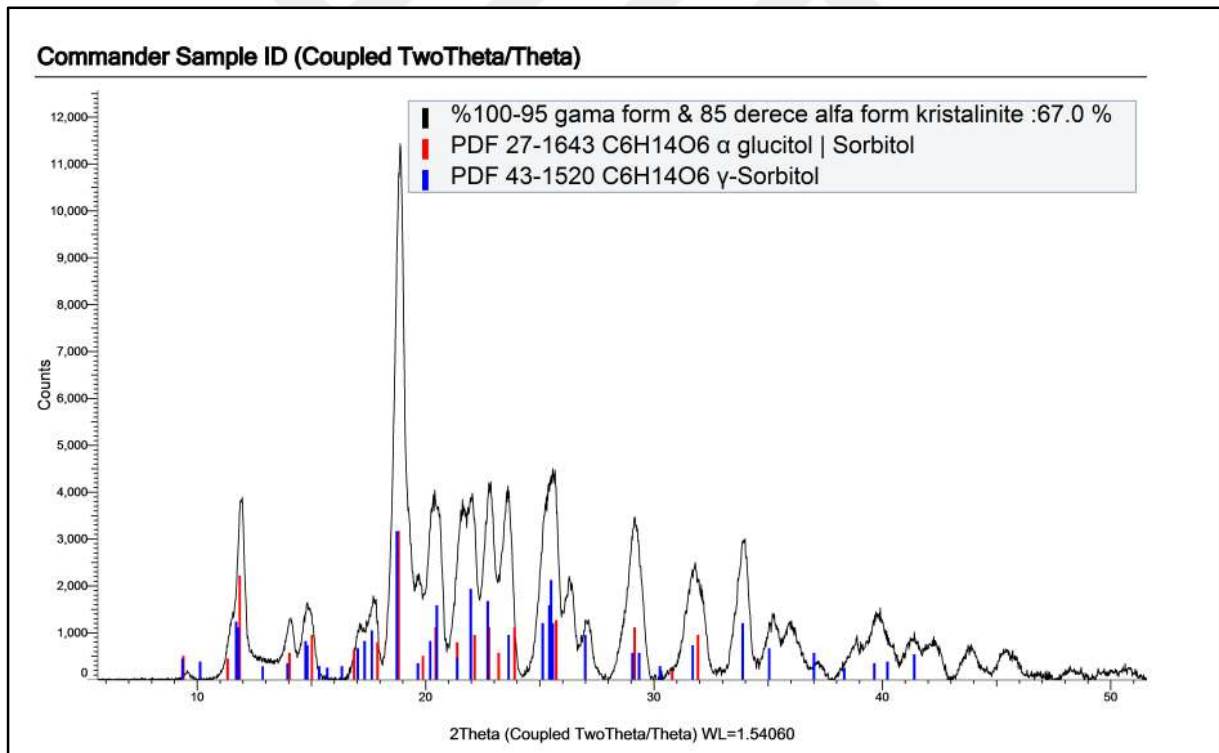
RSM analizi sonucunda, istatistiksel olarak optimum değerlere sahip iki farklı sorbitol örneği belirlenmiş ve bu örneklerin DSC, XRD, PSD ve yığın yoğunluğu analizleri yeniden gerçekleştirilmiştir. Belirlenen bu iki sorbitol örneği kullanılarak şekerless sakız üretimi yapılmış ve elde edilen ürünler duyuşal ve tekstürel analizlerle değerlendirilmiştir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Toz Sorbitolde X-RAY Difraksiyon (XRD) Analiz Sonuçları

Farklı üretim koşulları altında elde edilen toz sorbitol örneklerine ait kristal yapı özelliklerini değerlendirmek amacıyla gerçekleştirilen X-ışını kırınımı (XRD) analizleri ile örneklerin gama (γ) ve alfa (α) polimorfik formlara ait kristal faz dağılımları, kristalinite düzeyleri ve referans materyallerle uyumları karşılaştırmalı olarak aşağıdaki kısımda incelenmiştir. % γ (gama) değeri, toz sorbitol örneğindeki kristal fazların gama (γ) formuna ait kısmının toplam kristal yapı içindeki yüzdesel oranını temsil etmektedir.

Şekil 4.1.'de %100–95 gama (γ) morfolojik yapıya sahip toz sorbitol örneğinin XRD analizi sonucu verilmiştir.



Şekil 4.1. Kristal Morfolojisi %100–95 Gama ve Kısmen Alfa Formundan Oluşan Toz Sorbitolün X-ışını Difraksiyon (XRD) Analizi

Şekil 4.1'de verilen X-ışını kırınımı (XRD) deseni, kristal yapısının %100–95 oranında gama (γ) morfolojik formdan ve geri kalan kısmının alfa formdan oluştuğu belirlenen toz

sorbitol örneğine aittir. Analiz, $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$) kullanılarak gerçekleştirilmiş olup, elde edilen kırınım deseninde yoğun ve karakteristik piklerin gama formu ile yüksek uyum gösterdiği gözlemlenmiştir. Pik konumlarının ve şiddetlerinin, PDF 43-1520 numaralı referans kartına (γ -Sorbitol) karşılık geldiği ve kristalin yapının büyük oranda gama formunda olduğunu doğrulandığı belirlenmiştir.

Bununla birlikte, analizde PDF 27-1643 (α -glucitol) referans kartı ile örtüşen birkaç düşük yoğunluklu pikin de varlığı dikkat çekmektedir. Bu durum, örnekte düşük düzeyde (85° bölgesinde lokalize) alfa (α) kristal formuna ait kalıntıların da bulunduğunu göstermektedir. Piklerin belirgin ve keskin olması, yüksek düzeyde kristaliniteye işaret etmekte olup; kristalinite oranı, XRD cihazı tarafından otomatik olarak %67.0 olarak hesaplanmıştır.

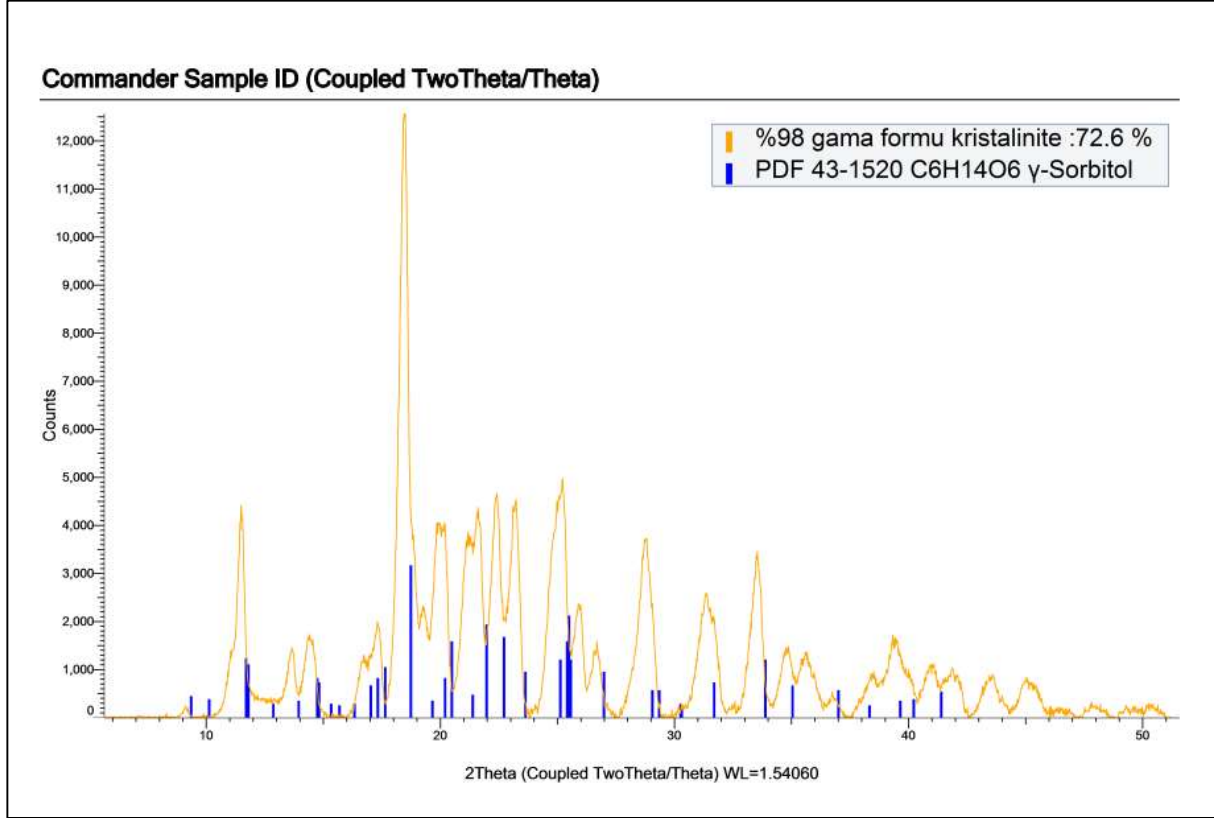
Bu XRD analizi sonucunda, incelenen toz sorbitol örneğinin baskın olarak gama (γ) kristal yapısında olduğu ve küçük oranda alfa (α) formunu da içerdiği belirlenmiştir. Bu sonuç, ileri kısımlarda açıklanan SEM görüntülerinde elde edilen morfolojik gözlemlerle tutarlılık göstermekte olup, üretim sürecinin yüksek oranda gama formu yönünde başarılı şekilde optimize edildiğini ortaya koymaktadır. Eriyikten toz sorbitol üretiminde ve tohumlama işlemlerinde kullanılan referans numuneler, %100 gama (γ) kristal formu içermektedir.

Şekil 4.2.'de ise %98 ve üzeri gama (γ) morfolojik yapıya sahip toz sorbitol örneğinin XRD analizi sonucu verilmiştir.

Şekil 4.2.'de verilen X-Işını Kırınımı (XRD) spektrumu, %98'in üzerinde gama (γ) kristal morfolojik yapıya sahip olduğu belirlenen toz sorbitol örneğine aittir. Analiz, $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kırınım deseninde gözlemlenen yüksek şiddetli ve belirgin pikler, PDF 43-1520 referans kartı ile uyumlu olup, bu durum analiz edilen örneğin baskın olarak γ -Sorbitol formunda kristalize olduğunu ortaya koymaktadır.

Spektrumda yeralan piklerin konumları ve yoğunlukları, gama kristal formuna özgü karakteristik yapıyı yansıtmaktadır. Özellikle $2\theta = 18^\circ$ civarındaki maksimum pikin yüksekliği ve netliği, kristal yapıdaki düzenin oldukça iyi olduğunu göstermektedir. Geniş bir 2θ aralığında

tekrarlayan keskin pik dizilimi, kristalinliğin yüksek olduğunu desteklemektedir. Bu kapsamda, yapılan hesaplamalar sonucunda kristalinite oranı %72.6 olarak belirlenmiştir.

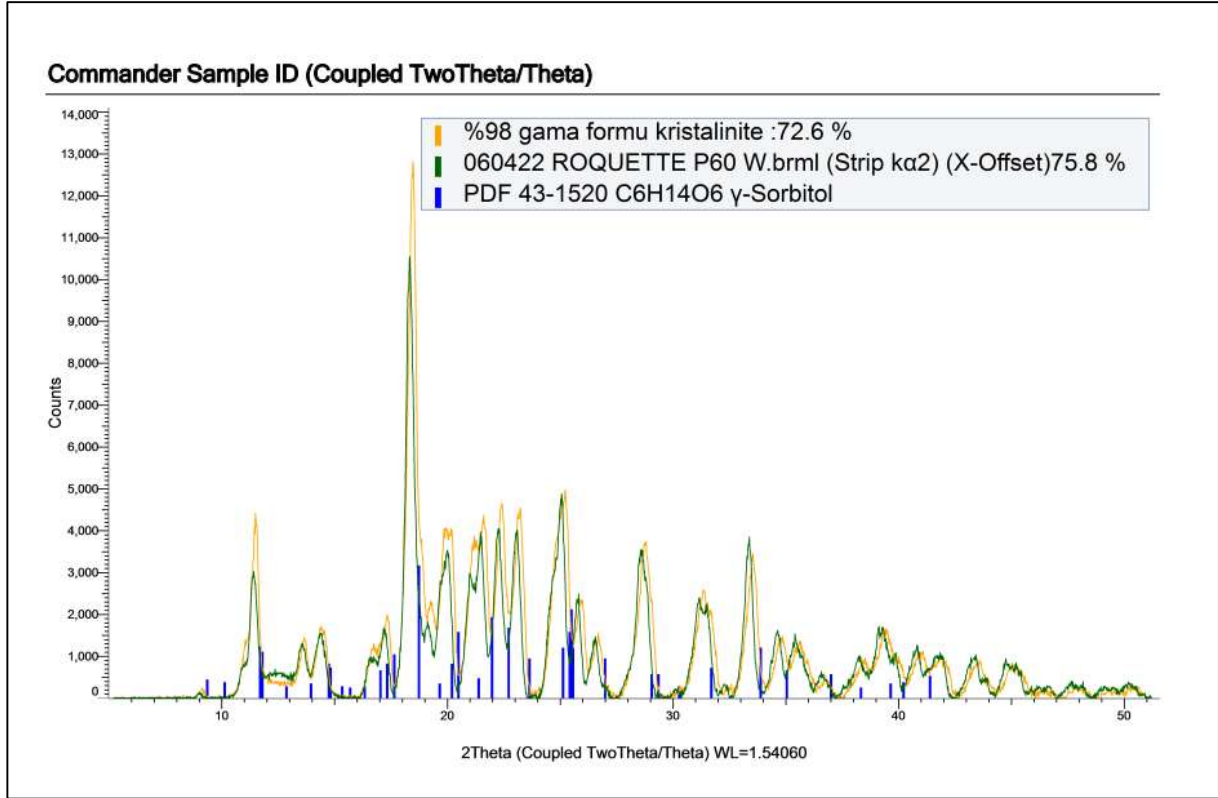


Şekil 4.2. %98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol XRD analiz sonucu

Bu bulgular, sonraki kısımlarda açıklanan SEM analizlerinde elde edilen iğne benzeri, düzenli ve homojen gama morfolojik yapılarla tam uyumluluk göstermektedir. XRD verileri, kristalizasyon sürecinin başarılı bir şekilde kontrol edilerek yüksek oranda gama formunun elde edildiğini doğrulamaktadır.

Şekil 4.3.'de de %98 ve üzeri gama (γ) morfolojik yapıya sahip toz sorbitol örneğinin XRD analizi (referans materyal karşılaştırmalı) sonucu verilmiştir.

Şekil 4.3.'de sunulan XRD deseni, %98 ve üzeri oranla gama (γ) kristal morfolojisine sahip olduğu belirlenen toz sorbitol örneğine aittir. Ölçüm $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kırınım deseninde, özellikle $2\theta = 18^\circ$ civarındaki keskin maksimum pik başta olmak üzere, gama kristal yapıya özgü karakteristik kırınım pikleri belirgin şekilde gözlemlenmiştir.



Şekil 4.3. %98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip Roquette firmasına ait toz sorbitol XRD analiz sonucu

Analiz sonucunda örneğin kristalinite oranı %72.6 olarak hesaplanmıştır. Pik konumları ve yoğunlukları, PDF 43-1520 numaralı γ -Sorbitol referans verisiyle yüksek derecede örtüşmekte olup, bu durum örneğin baskın olarak gama kristal yapısında olduğunu ortaya koymaktadır. Ayrıca spektrum üzerinde Roquette firmasına ait ticari P60 numaralı sorbitol örneğinin (yeşil çizgi) XRD verileriyle yapılan karşılaştırmada, incelenen örneğin kırınım profilinin referans malzeme ile oldukça benzer olduğu, dolayısıyla kristal yapısının literatürde tanımlanan ve ticari olarak kullanılan gama formuyla yüksek oranda uyumlu olduğu belirlenmiştir.

Yapılan bu analiz sonucunda, üretim sürecinin kristal morfolojisi açısından oldukça başarılı bir şekilde optimize edildiği ve hedeflenen gama formunun yüksek saflıkta elde edilebildiği belirlenmiştir. Aynı zamanda ticari kaliteyle benzerlik göstermesi, elde edilen örneğin endüstriyel uygulamalar açısından uygunluk taşıdığını ortaya koymaktadır.

Tablo 4.1., toz sorbitol numunelerinin X-ray difraksiyon analiziyle (XRD) belirlenen kristalinite (%) değerlerini göstermektedir. Kristalinite, bir maddenin kristal yapıya sahip olan kısmının toplam madde içindeki oranını ifade eder ve genellikle kristal yapının saflığı veya düzenliliği ile ilişkilidir.

Tablo 4.1. Toz sorbitol X-ray difraksiyon analizi kristalinite (%) değerleri

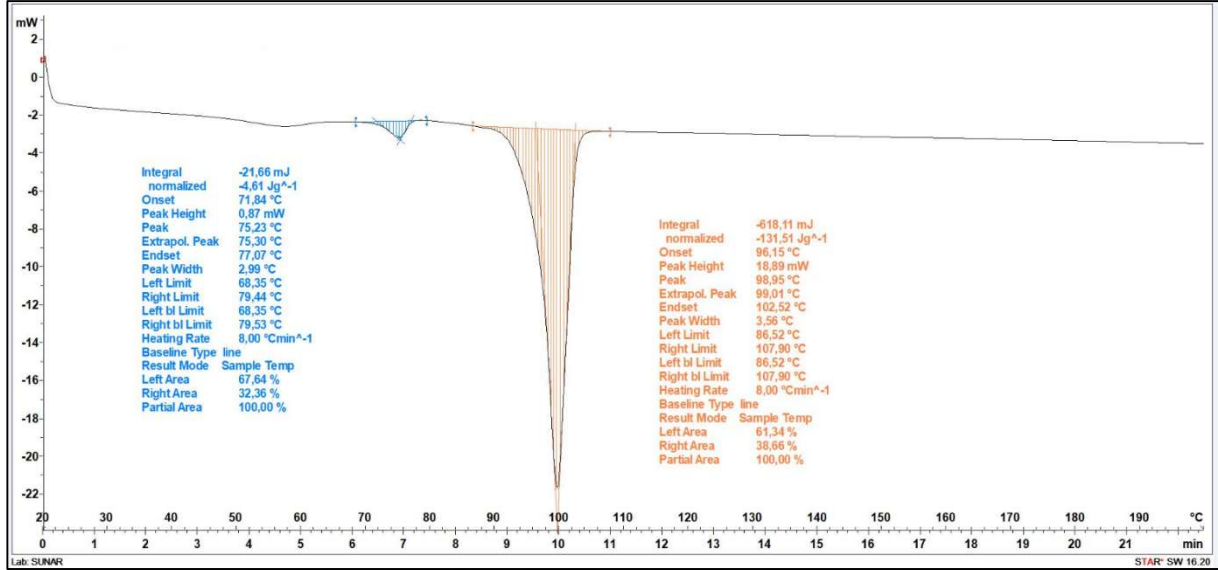
Toz sorbitol	Kristalinite (%)
%100-95 ve üzeri gama (γ) formu	67.0
%98 ve üzeri gama (γ) formu	72.6
Roquette Neosorb P60W	75.8

Tablo 4.1.'de, farklı formülasyonlardaki toz sorbitol örneklerinin kristalinite oranlarını karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Kristalinite oranlarının incelenmesiyle, numunedeki gama (γ) formunun oranı azaldıkça kristalinite değerinin arttığı belirlenmiştir. Bu durum, gama formunun kristalin yapıya daha az katkı sağladığını veya daha fazla amorf faz içerdiğini göstermektedir. Özellikle Roquette Neosorb P60W numunesinin %75.8 ile en yüksek kristaliniteye sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu endüstriyel ürünün yüksek kristalinite oranı, daha düzenli ve homojen bir kristal yapı içerdiğini, dolayısıyla ürünün fiziksel kararlılığı, çözünme hızı ve tekstürel özellikleri bakımından avantaj sağladığını düşündürmektedir. Buna karşılık, %100–95 gama formu içeren numunenin %67.0 ile en düşük kristalinite değerine sahip olduğu görülmüştür. Bu da söz konusu formülasyonun daha az kristal yapıda olduğu ya da daha fazla amorf içerik barındırdığını göstermektedir. Elde edilen bulgular toz sorbitol örneklerinin kristal yapılarında belirgin farklılıklar bulunduğunu ve bu farklılıkların ürünlerin teknolojik ve fonksiyonel özellikleri üzerinde doğrudan etkili olabileceğini ortaya koymuştur. Endüstriyel uygulamalarda genellikle yüksek kristalinite oranına sahip ürünlerin tercih edildiği de dikkate alındığında, kristalin yapı analizi ürün kalitesi açısından önemli bir değerlendirme kriteri olarak öne çıkmaktadır.

4.2. Toz Sorbitolde Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

Bu bölümde, kristalizasyon proses koşullarının değiştirilmesiyle elde edilen farklı gama morfolojik oranlarına sahip toz sorbitol örneklerine ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analiz sonuçları değerlendirilmiştir.

Çalışmalar sırasında morfolojik karakterizasyonu yapılmış olan ve %100-95 oranında gama formu içerdiği X-ışını difraksiyonu (XRD) ve mikroskopik analizlerle belirlenmiş toz sorbitol örneğine ait ısı davranış, Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizi ile incelenmiştir. Elde edilen DSC termogramı Şekil 4.4.'de sunulmuştur.



Şekil 4.4. %100-95 gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol DSC analiz sonucu

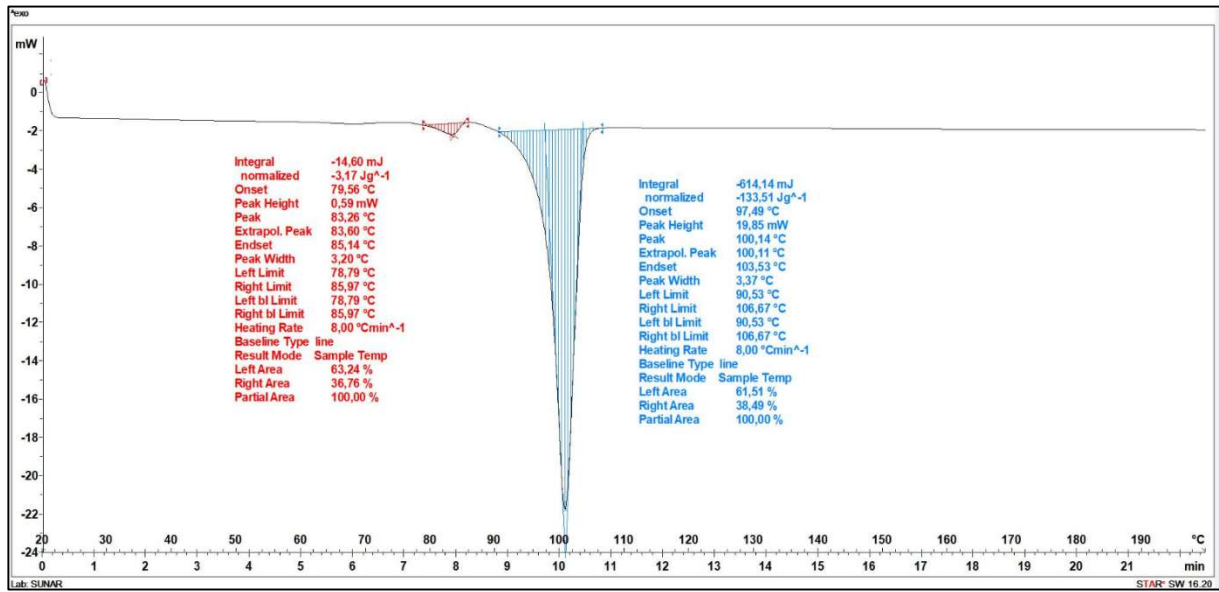
DSC analizinde iki farklı endotermik olay gözlemlenmiştir. İlk olarak, yaklaşık 71.84 °C'de başlayan ve 77.07 °C'de sona eren düşük entalpili bir geçiş belirlenmiştir. Bu geçişin maksimum noktası 75.23 °C olarak tespit edilmiş olup, normalize entalpisi -4.61 J/g'dır. Bu ısı olayın, düşük miktarda amorf veya metastabil kristal fazın, daha kararlı olan gama formuna dönüşümünü temsil ettiği değerlendirilmiştir.

İkinci ve daha belirgin endotermik olay ise, yaklaşık 96.15 °C'de başlamış ve 102.52 °C'de sona ermiştir. Bu olayın maksimum tepe noktası 98.95 °C olup, normalize entalpisi -131.51 J/g olarak hesaplanmıştır. Bu değer, gama morfolojik yapıya sahip sorbitolün karakteristik erime davranışını yansıtmaktadır. Elde edilen bu yüksek entalpi değeri, örneğin büyük oranda (%95-100) kristalin yapı içerdiğini ve yüksek morfolojik saflığa (gama formuna) sahip olduğunu göstermektedir.

Yapılan bu analiz sonucunda, çalışılan toz sorbitol örneğinin yüksek oranda gama morfolojik yapıya sahip olduğu termal olarak doğrulanmıştır. Bu bulgular, sorbitolün gama

formunun ısı kararlılığı ve kristal yapısının belirlenmesi açısından önemli veriler sağlamaktadır.

Araştırma kapsamında, gama morfolojik yapıya sahip (%100-95 oranında) toz sorbitol örneğinin, ilaveten α formuna da ait ısı davranışı belirlemek amacıyla Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen termogram Şekil 4.5.'de verilmiştir.



Şekil 4.5. Kristal Yapısı %100–95 Oranında Gama ve Kısmen Alfa Formdan Oluşan Toz Sorbitol Örneğine Ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi

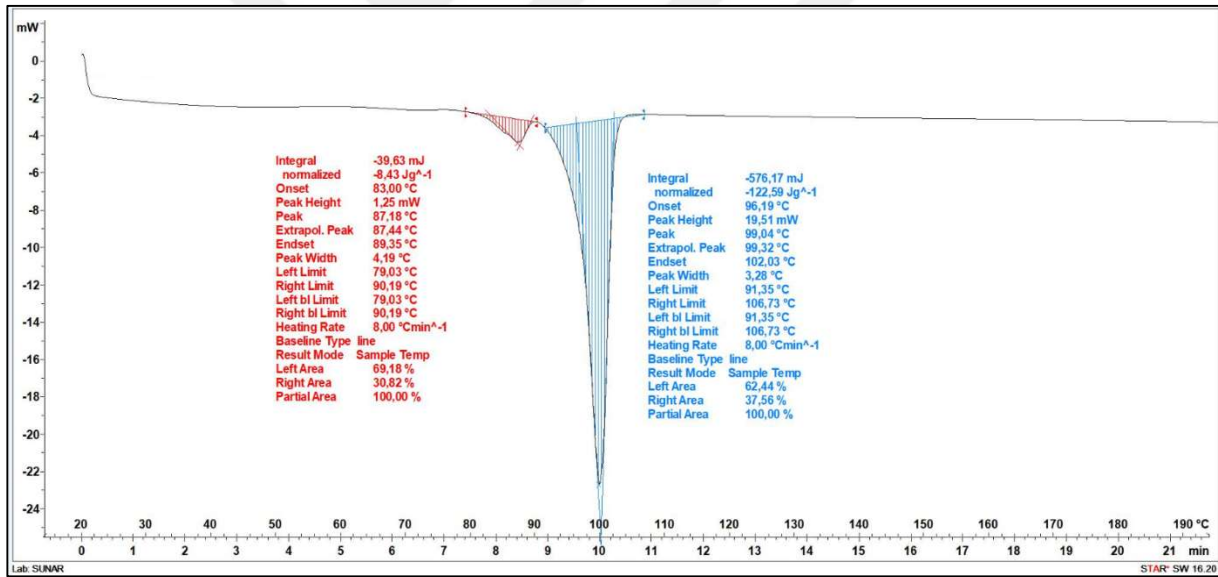
DSC analizinde iki belirgin endotermik olay gözlemlenmiştir. İlk olarak, yaklaşık 79.56 °C’de başlayan ve 85.14 °C’de sona eren düşük entalpili bir geçiş kaydedilmiştir. Bu geçişin tepe noktası 83.26 °C olarak belirlenmiş olup, entalpi değeri -14.60 mJ (normalize: -3.17 J/g) olarak hesaplanmıştır. Bu ısı olayı, örnek içinde düşük miktarda metastabil α formunun bulunduğu ve bu formun daha kararlı olan gama fazına dönüşüm gösterdiğine işaret etmektedir. Aynı zamanda bu geçişin, kristal yapı içindeki polimorfik bir yeniden düzenlenme ile ilişkili olduğu değerlendirilmiştir.

İkinci ve daha büyük entalpili endotermik olay ise, yaklaşık 97.49 °C’de başlayıp 103.53 °C’de sona ermiş ve maksimum 100.14 °C’de gerçekleşmiştir. Bu pike ait entalpi değeri -614.14 mJ (normalize: -133.51 J/g) olarak hesaplanmıştır. Bu değer, sorbitolün gama morfolojik yapısına ait karakteristik erime davranışına karşılık gelmektedir. Pik entalpisi ve

genişliği, örneğin yüksek kristallik düzeyine sahip olduğunu ve büyük oranda gama formundan oluştuğunu desteklemektedir.

Bu bulgular, α formuna sahip olduğu değerlendirilen düşük entalpili ilk geçişin ardından, yüksek oranda gama formunun erimesinin gerçekleştiğini göstermektedir. Sonuç olarak, DSC analizi ile örnek içerisinde çok az miktarda α formunun bulunduğu, bunun ise ısınma sırasında gama forma dönüştüğü ve ardından örneğin büyük bölümünü oluşturan gama kristal formunun eridiği belirlenmiştir.

Çalışma kapsamında, %95–90 oranında gama morfolojik yapıya sahip olduğu önceden belirlenmiş toz sorbitol örneğinin ısı davranışı, Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) yöntemiyle analiz edilmiştir. Elde edilen DSC termogramı Şekil 4.6.'da verilmiştir.



Şekil 4.6. Kristal Yapısı %95–90 Oranında Gama ve Kısmen Alfa Formdan Oluşan Toz Sorbitol Örneğine Ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi

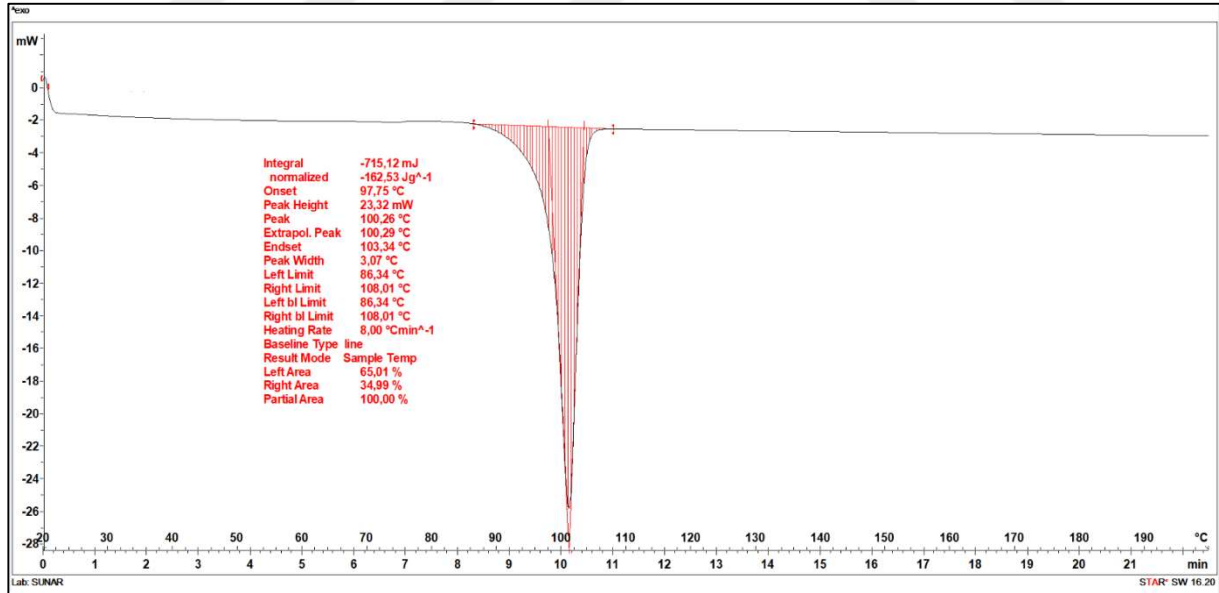
DSC analizinde biri düşük, diğeri yüksek sıcaklık bölgesinde olmak üzere iki ayrı endotermik olay tespit edilmiştir. İlk endotermik geçiş, yaklaşık 83.00 °C’de başlamış, 87.18 °C’de maksimum değerine ulaşmış ve 89.35 °C’de sona ermiştir. Bu pik, -39.63 mJ (normalize: -8.43 J/g) entalpi değeriyle nispeten düşük enerji gerektiren bir faz dönüşümünü ifade etmektedir. Bu geçişin, örnek içerisinde bulunan α formundaki kristal yapıların daha stabil olan gama formuna dönüşümüyle ilişkili olduğu değerlendirilmiştir. Bu gözlem, örneğin

içerdiği daha az oranda metastabil α formunun termal uyarımla gama forma dönüştüğünü göstermektedir.

İkinci ve daha yüksek entalpili endotermik olay ise 96.19 °C’de başlamış, 99.04 °C’de tepe noktasına ulaşmış ve 102.03 °C’de sona ermiştir. Bu pik, -576.17 mJ (normalize: -122.59 J/g) entalpi değeriyle sorbitolün gama formuna ait karakteristik erime olayını temsil etmektedir. Bu değer, örnekte baskın olan gama kristal yapısının varlığını doğrulamaktadır.

Bu analiz sonucunda, incelenen örnekte düşük oranda α formunun bulunduğu ve bu formun ısınma sürecinde gama forma dönüşüm gösterdiği belirlenmiştir. Takiben, büyük oranda mevcut olan gama kristal yapısının erimesi gerçekleşmiştir. DSC bulguları, kristal morfolojideki değişimlerin ısı analiz ile açıkça izlenebildiğini ortaya koymuştur.

Yapılan morfolojik analizler sonucunda %98 ve üzeri oranında gama formuna sahip olduğu belirlenen toz sorbitol örneğinin ısı davranışı, Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) yöntemiyle analiz edilmiştir. Elde edilen DSC eğrisi Şekil 4.7.’de verilmiştir.



Şekil 4.7. %98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol DSC analiz sonucu

Gerçekleştirilen analizde tek ve keskin bir endotermik geçiş gözlemlenmiştir. Bu geçiş yaklaşık 97.75 °C sıcaklığında başlamış, 100.26 °C’de maksimum noktaya ulaşmış ve 103.34 °C’de sona ermiştir. Bu olayın entalpisi -715.12 mJ olarak ölçülmüş olup, normalize

edilmiş değeri -162.53 J/g'dir. Bu yüksek entalpili ve net geçiş, gama formuna ait kristalin yapının karakteristik erime davranışını yansıtmaktadır. Aynı zamanda, tepe yüksekliği 23.32 mW olarak ölçülmüş ve bu değer diğer örneklerle kıyasla daha yoğun kristal yapıya işaret etmektedir.

Isıl olayın yalnızca tek bir endotermik geçişten oluşması, örnek içerisinde herhangi bir polimorfik dönüşümün (örneğin α 'den γ 'ye geçiş gibi) gözlenmediğini ve numunenin tek fazlı, saf gama formunda olduğunu göstermektedir. Ayrıca, belirlenen entalpi değeri literatürde gama formu için bildirilen değerlerle büyük ölçüde örtüşmekte ve örneğin kristal yapısının hem yüksek saflıkta hem de yüksek düzeyde düzenli olduğunu desteklemektedir.

Sonuç olarak, DSC analizi ile değerlendirilen toz sorbitol örneğinin %98'in üzerinde gama kristal formuna sahip olduğu belirlenmiş ve bu durum, örneğin gama formuna özgü karakteristik erime davranışı göstermesiyle doğrulanmıştır. Elde edilen bulgular, hem önceden gerçekleştirilen morfolojik analizlerle hem de literatürde yer alan erime profilleriyle yüksek düzeyde uyum sergilemektedir. Bu doğrultuda, gama formunun termodinamik açıdan en kararlı yapı olduğu bir kez daha teyit edilmiştir. Nitekim Nezzal ve arkadaşları (2009), çalışmalarında gama polimorfunun anhidrat kristalin formlar arasında en kararlı olanı olduğunu; bu kararlılığın, yüksek erime noktası ve düşük higroskopik özelliklerle desteklendiğini ifade etmiştir.

Genel olarak değerlendirildiğinde ise; %98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol örneğinin DSC analiz sonuçları, daha önce analiz edilen %100–95, %95–90 ve %90–85 gama oranına sahip sorbitol örnekleriyle karşılaştırılarak farklı kristal morfolojiye sahip toz sorbitol örneklerinin termal davranışları Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) yöntemiyle belirlenmiş; özellikle gama (γ), hidrate (E) formu ve alfa (α) formları arasındaki geçişler ve erime profilleri değerlendirilmiştir. Şekil 4.7.'de sunulan analiz, %98'in üzerinde gama morfolojik yapıya sahip bir örneğe ait olup, yalnızca tek bir endotermik olayın gözlemlenmesiyle dikkat çekmektedir.

Bu örnekte:

- Erime başlangıcı (onset) : 97.75 °C
- Tepe sıcaklığı (peak) : 100.26 °C

- Erime sonu (endset) : 103.34 °C
- Normalize entalpi (ΔH) : -162.53 J/g

gibi oldukça yüksek ve net değerlere sahip tek bir geçiş gözlemlenmiştir. Bu bulgular, örneğin neredeyse tamamen gama formunda olduğunu ve herhangi bir $\alpha \rightarrow \gamma$ dönüşümü içermediğini göstermektedir (Tablo 4.2.).

Tablo 4.2. Gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol DSC analiz sonuçlarının karşılaştırılması

Örnek	Gama Oranı (%)	$\alpha \rightarrow \gamma$ Geçışı (°C)	Erime Tepe Noktası (°C)	Normalize ΔH (J/g)	Açıklama
Şekil 4.4. – E Formu	100–95	75.23	98.95	-131.51	α formu yok / tek geçişli
Şekil 4.5. – α Formu	100–95	83.26	100.14	-133.51	$\alpha \rightarrow \gamma$ geçışı mevcut
Şekil 4.6. – α Formu	95–90	87.18	99.04	-122.59	α oranı artmış, ΔH azalmış
Şekil 4.7.	≥ 98	yok	100.26	-162.53	Saf gama formu, en yüksek entalpi

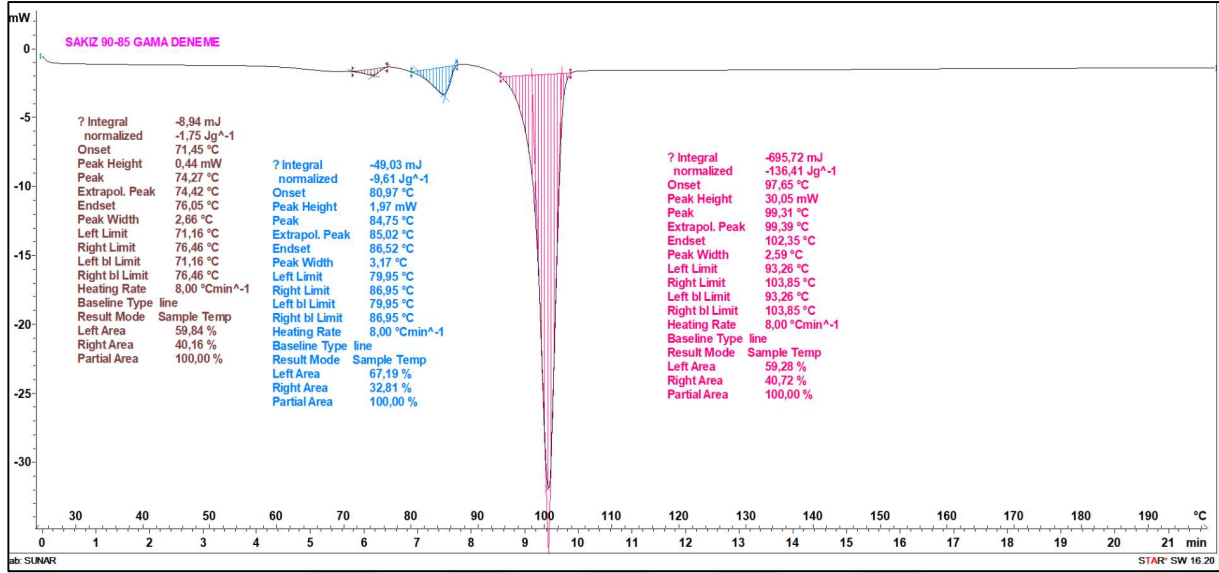
Tablo 4.2.’den görüleceği üzere, gama oranı azaldıkça $\alpha \rightarrow \gamma$ geçişine ait düşük sıcaklıklı endotermik bir olay daha belirgin hale gelmekte ve toplam erime entalpisi düşmektedir. En yüksek normalize entalpi değeri, %98 ve üzeri gama içeren örnekte ölçülmüştür. Bu da kristal yapıdaki düzenliliğin ve morfolojik saflığın en yüksek olduğu örneği işaret etmektedir.

Şekil 4.8.’de gama içeriği %91 olan toz sorbitol örneğine ait DSC analizi sonucu verilmiştir.

Şekil 4.8.’te verilen termogram, gama kristal formu içeriği %91 olarak belirlenen toz sorbitol örneğine ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analiz sonucunu göstermektedir. Analiz sonucunda elde edilen ısı akısı eğrisinde, üç farklı erime piki gözlemlenmiş ve bunlar sırasıyla sorbitolün farklı kristal fazlarına karşılık gelmektedir.

Yaklaşık 74.4°C’de başlayan ve 76.3°C’de sonlanan ilk erime piki, 74.77°C tepe noktasına sahip olup, bu pik E formu (hidratlı faz) ile ilişkilendirilmiştir. İkinci erime piki ise 84.6°C tepe noktasına sahip olup, 84.0°C–85.8°C aralığında gerçekleşmiş ve alfa (α) kristal formu olarak değerlendirilmiştir. En yüksek entalpili üçüncü ve baskın erime pikinin ise

99.0°C’de gözlemlendiği, 97.7°C’de başladığı ve 102.4°C’de sona erdiği belirlenmiştir. Bu bölgedeki erime davranışı, gama kristal formuna özgü karakteristik erime sıcaklığı aralığı olan 99–101°C ile tamamen uyumludur.



Şekil 4.8. Gama içeriği %91 olan toz sorbitolün DSC profili

DSC verileri doğrultusunda yapılan alan hesaplamaları sonucunda, örnekte gama kristal formunun %91 oranında, alfa formunun %6.17 oranında ve E formunun ise %2.83 oranında bulunduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlar, üretim prosesinde gama kristal formunun büyük oranda başarıyla kristalize edildiğini; ancak belirli oranda diğer fazların da oluştuğunu göstermektedir. Özellikle proses parametrelerindeki değişkenliklerin, gama formuna ilave olarak daha az stabil ve düşük erime sıcaklığına sahip formların da oluşumuna neden olduğu değerlendirilmiştir.

Bu analiz ile birlikte, eriyik kristalizasyon yöntemiyle %90–85 gama içeriğine yakın ürün elde etme hedefi doğrultusunda, %91 gama formuna ulaşılmış ve bu yapı DSC ile termal geçiş karakteristikleri kullanılarak doğrulanmıştır.

Sonuç olarak, bu çalışmada elde edilen DSC verileri, sorbitol polimorfik formlarıyla hem erime sıcaklıkları hem de faz geçiş profilleri açısından güçlü bir uyum göstermektedir. Bu durum, uygulanan kristalizasyon prosesinin doğruluğunu ve elde edilen ürünün tanımlanabilir polimorfik karaktere sahip olduğunu açıkça ortaya koymaktadır.

4.3. Toz Sorbitolde Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları

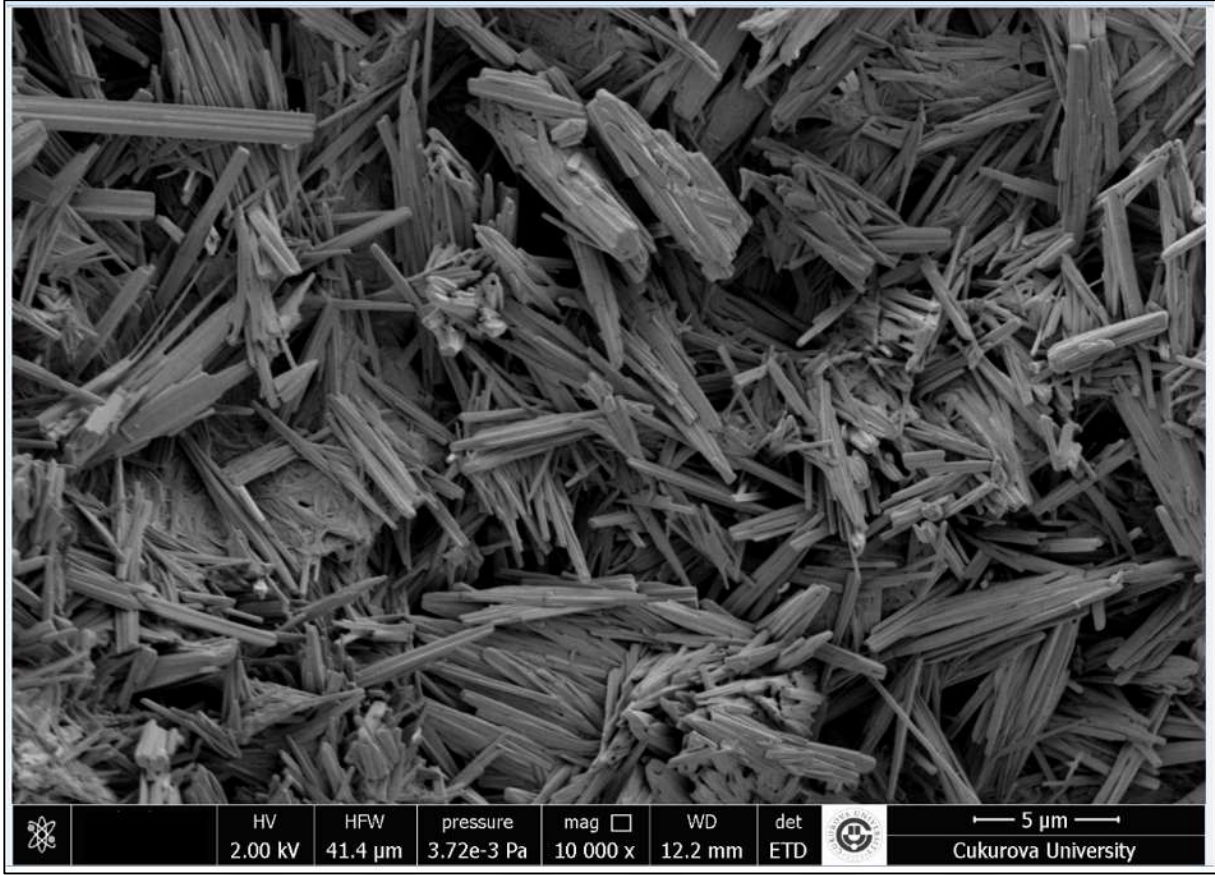
Eriyik kristalizatör ile gerçekleştirilen üretim denemeleri sonucunda elde edilen toz sorbitol örneklerinin morfolojik özelliklerinin belirlenmesinde Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi önemli bir karakterizasyon yöntemidir. Bu analiz, toz örneklerin yüksek büyütme altında yüzey morfolojilerini ve partikül şekillerini detaylı şekilde inceleme imkânı sunar. Sorbitolün farklı kristal formları arasında özellikle gama formu, literatürde iğnemsî (needle-like) ve uzun kristal yapıların varlığı ile karakterize edilmektedir. Buna karşılık, alfa, beta ve E gibi diğer kristal formlar ise gama forma kıyasla daha yuvarlak, köşeli veya kümelenmiş partikül morfolojileri göstermektedir. SEM görüntüleri, bu morfolojik farklılıkların görsel olarak değerlendirilmesine olanak tanıyarak, kristal formun tanımlanmasında tamamlayıcı bir analiz yöntemi olarak kullanılmaktadır.

Bu amaçla, kristalizasyon çalışmaları sonucunda elde edilen farklı gama formu yüzdelere sahip toz sorbitol örneklerinin morfolojik özellikleri, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizleri ile değerlendirilmiştir.

Şekil 4.9.'da %98 ve üzeri gama (γ) morfolojik yapıya sahip toz sorbitol örneğine ait Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüsü verilmiştir.

SEM görüntüsü, %98'in üzerinde gama (γ) kristal formuna sahip olduğu belirlenen toz sorbitol örneğine aittir. Görüntü, 10.000x büyütme yapılarak çekilmiştir. Görüntüde, kristalin yüzey morfolojisinin oldukça belirgin, uzunlamasına ve keskin kenarlı iğne benzeri (acicular) yapılardan oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu yapı, gama kristal formu için karakteristik olarak tanımlanan ince ve sivri uçlu kristaller ile uyumludur.

Kristallerin homojen dağılım göstermesi, üretim koşullarının kontrollü bir kristalizasyon sürecine olanak sağladığını ortaya koymaktadır. Bu morfolojik yapı, gama formunun yüksek fiziksel stabilite ve iyi akışkanlık özelliklerine sahip olmasıyla doğrudan ilişkilidir. Bu özellikler, gama formunu özellikle çiğneme sakızı gibi hassas tekstürel yapı gerektiren ürünlerde tercih edilen bir kristal form haline getirmektedir. Yapılan bu analiz sonucunda, kullanılan üretim yöntemi ile yüksek saflıkta gama formunun elde edilebildiği belirlenmiştir.

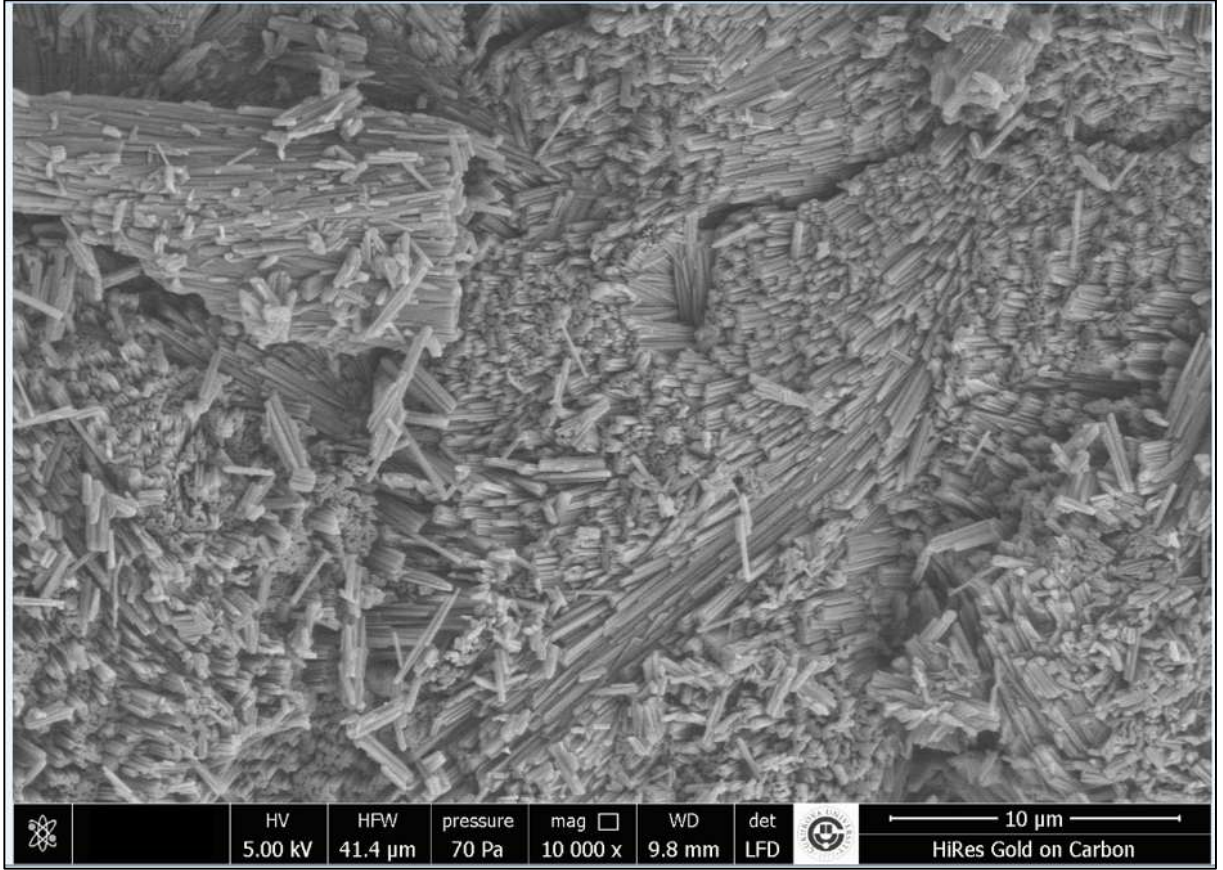


Şekil 4.9. %98 ve üzeri gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol SEM analiz sonucu

Şekil 4.10.'da da %90–95 oranında gama (γ) kristal morfolojiye sahip toz sorbitolün SEM görüntüsü verilmiştir.

%90–95 oranında gama (γ) kristal formuna sahip olduğu belirlenen toz sorbitol örneğine ait olup, SEM görüntüsü, 10.000x büyütme yapılarak Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile elde edilmiştir. Görüntüde, uzun ve ince yapılı, iğne benzeri (acicular) kristal yapılar ağırlıklı olarak gözlemlenmekle birlikte, bazı bölgelerde parçalanmış, daha kısa veya düzensiz parçacıkların da bulunduğu dikkat çekmektedir.

Bu durum, örnek içerisinde baskın olarak gama kristal formunun bulunduğunu, ancak kristalizasyon koşullarındaki küçük değişkenlikler ya da az miktarda farklı polimorfik yapıların da oluştuğunu göstermektedir. Kristallerin kısmen homojen dağılım göstermesi ve belirgin yönlenmelerin yer alması, kontrollü fakat tam anlamıyla optimize edilmemiş bir kristalizasyon sürecine işaret etmektedir.

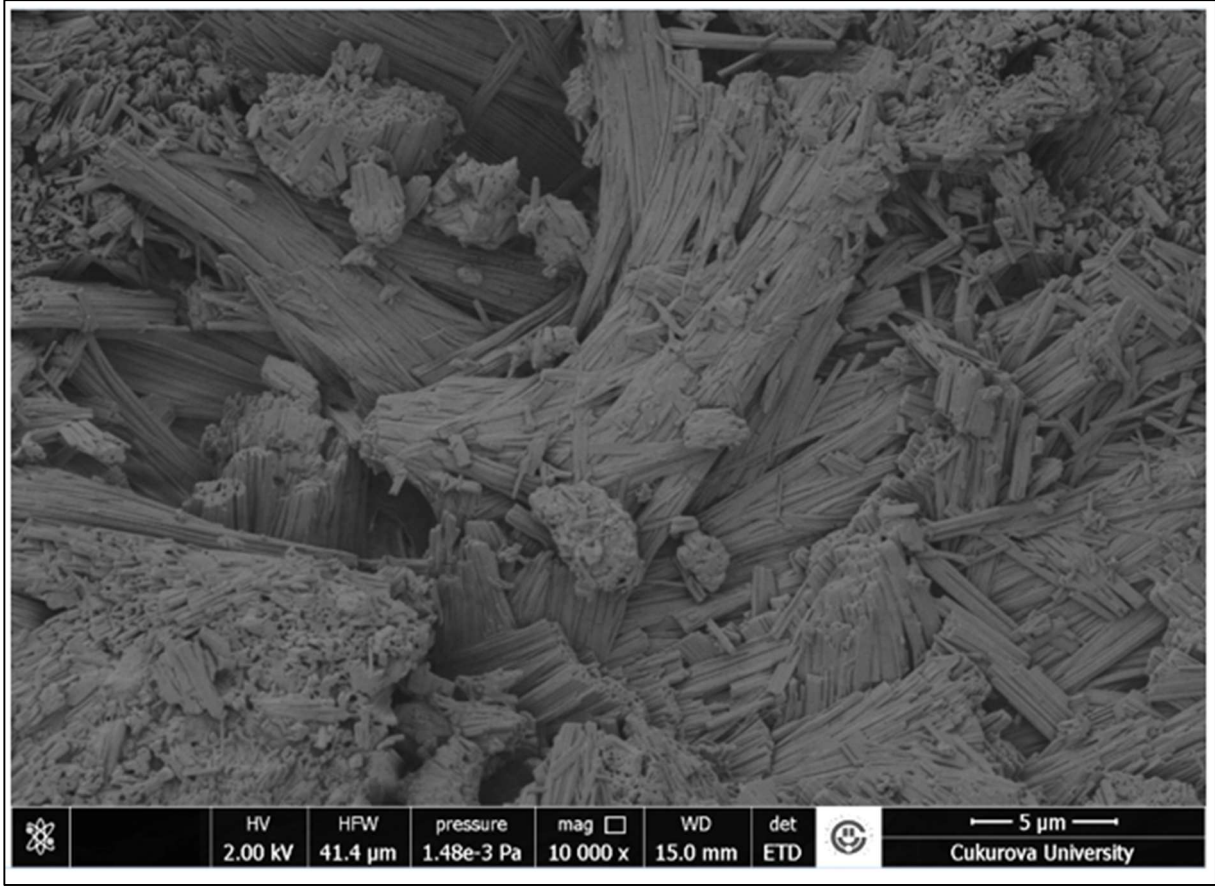


Şekil 4.10. %95-90 gama morfolojik yapıya sahip toz sorbitol SEM analiz sonucu

Sonuç olarak, bu analiz sonucunda incelenen sorbitol örneğinin yüksek oranda gama kristal formuna sahip olduğu, ancak küçük oranlarda diğer morfolojik yapıların da gözlemlendiği belirlenmiştir. Bu yapıların fiziksel özellikler ve uygulama performansı açısından etkileri, ürün bazında ayrıca değerlendirilmelidir.

Şekil 4.11.'de de, %90–95 oranında gama (γ) morfolojik yapıya ve kısmen alfa (α) formuna sahip toz sorbitolün SEM görüntüsü verilmiştir.

Şekil 4.11., %90–95 oranında gama (γ) kristal formuna ve kısmi olarak alfa (α) formuna sahip toz sorbitol örneğine ait olup, 10.000x büyütme yapılarak Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile elde edilmiştir. Görüntüde, belirgin iğne benzeri (acicular) uzun ve keskin kenarlı kristal yapılar baskın şekilde gözlenmekte olup, bu yapılar gama formuna işaret etmektedir. Bununla birlikte, bazı bölgelerde daha kompakt, taneli ve kısa yapıda oluşumların varlığı da dikkat çekmekte olup, bu kısımların alfa kristal formuna ait olduğu değerlendirilmektedir.



Şekil 4.11. %95-90 gama morfolojik yapıya ve alfa formuna sahip toz sorbitol SEM analiz sonucu

Gözlemlenen mikroyapı, sorbitol kristallerinin ağırlıklı olarak gama formunda kristalize olduğunu, ancak kristalizasyon sürecinde kısmi olarak alfa formunun da oluştuğunu ortaya koymaktadır. Özellikle gama formunun karakteristik morfolojisinin alfa formuyla iç içe geçmiş şekilde görülmesi, polimorfik dönüşümün tam olarak tamamlanmadığını göstermektedir.

Bu analiz sonucunda, incelenen toz sorbitol örneğinin baskın olarak gama kristal morfolojisine sahip olduğu, ancak belirli oranlarda alfa formu da içerdiği belirlenmiştir. Bu durum, ürünün fiziksel özellikleri ve uygulama performansı üzerinde etkili olabilecek kristal kararlılığı açısından dikkate alınması gereken bir bulgu olarak değerlendirilmiştir.

Genel olarak değerlendirildiğinde; üç farklı SEM görüntüsü karşılaştırıldığında:

- Kristalinite düzeyi ve morfolojik saflık açısından en homojen yapı, %98 ve üzeri gama (γ) kristal formuna sahip örneğe ait olan Şekil 4.9'da elde edilmiştir. Bu

örnekte, iğne benzeri uzun ve keskin kenarlı kristallerin düzenli ve homojen bir dağılım sergilediği açıkça gözlemlenmiştir. Bu durum, kontrollü ve optimize edilmiş bir kristalizasyon sürecinin sonucudur.

- Şekil 4.10, gama kristal formunun hâkim olduğu, ancak bazı bölgelerde kristal bütünlüğünün bozulduğu ve amorf/heterojen parçacıkların gözlemlendiği bir yapıya sahiptir. Bu nedenle, gama formu ağırlıklı olmakla birlikte kristal homojenliğinin kısmen azaldığı bir örnek olarak değerlendirilmiştir.
- Şekil 4.11 ise, gama kristal formunun yanı sıra kısmi olarak alfa kristal formunun da bulunduğu bir mikroyapı göstermektedir. Gama formuna ait belirgin iğne benzeri kristallerin yanı sıra daha kompakt ve kısa yapılarla temsil edilen alfa formu parçacıkları, bu örneğin polimorfik bir yapı karışımına sahip daha kompleks bir kristalizasyon sürecini yansıttığını göstermektedir.

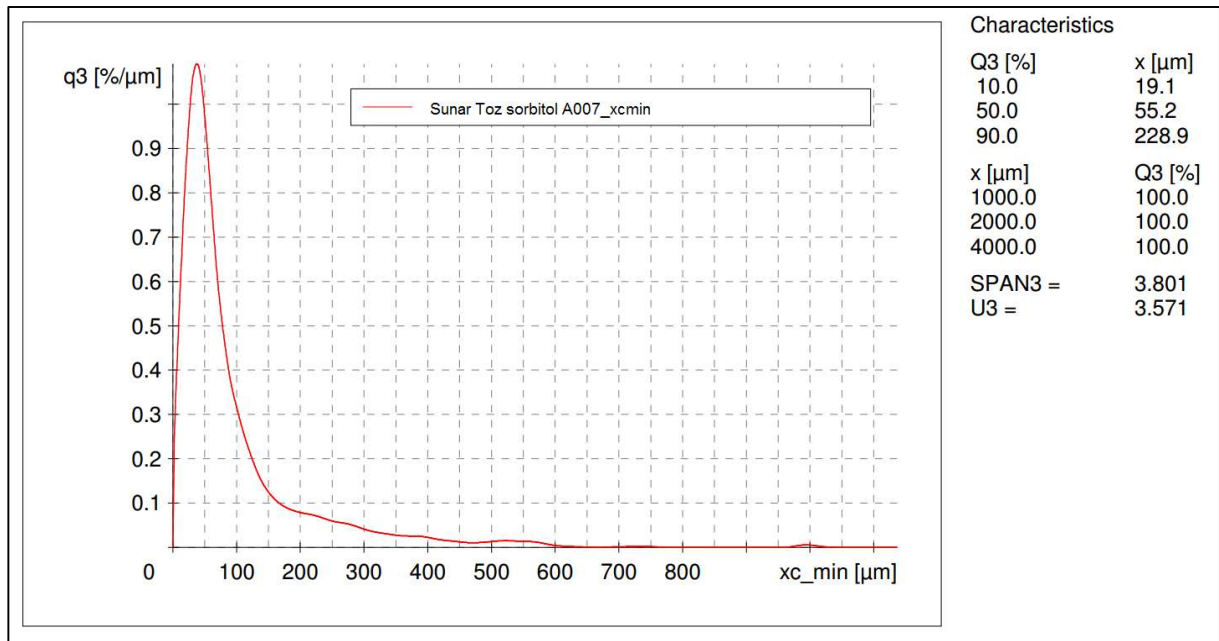
Bu farklılıklar, üretim koşulları, kristalizasyon sıcaklığı, soğuma hızı ve katkı maddeleri gibi faktörlerden kaynaklanmaktadır. Elde edilen morfolojik yapılar, sorbitolün nihai uygulamalardaki fiziksel özellikleri açısından belirleyici nitelikte olup, özellikle çiğneme sakızı gibi ürünlerde tercih edilen gama formunun yüksek oranda ve homojen şekilde elde edilmesi kritik öneme sahiptir. Sonuç olarak, SEM analizleri, üretim koşullarına bağlı olarak elde edilen sorbitol örneklerinin kristal formlarının morfolojilerini net bir şekilde ortaya koymuş ve kristalizasyon sürecinin etkinliği hakkında önemli bulgular elde edilmesini sağlamıştır.

4.4. Toz Sorbitol Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analiz Sonuçları

Toz sorbitolün sahip olduğu partikül boyut dağılımı, sakız üretiminde hem proses verimliliğini hem de nihai ürünün fiziksel özelliklerini doğrudan etkileyen kritik parametrelerden biridir. Formülasyon içerisinde yüksek oranda bulunan toz sorbitolün partikül boyutunun büyük olması, sakız hamurunun istenenden daha yumuşak bir yapıya sahip olmasına yol açmakta ve bu durum üretim sürecinde özellikle ekstrüder hatlarında yapışma problemleri nedeniyle işlemeyi zorlaştırmaktadır. Öte yandan, istenilenden daha küçük partikül boyutuna sahip sorbitol kullanımı ise, ürünün gereğinden sert olmasına neden olmakta ve çiğneme sırasında özellikle şerit sakız formunda parçalanma ve dağılma gibi istenmeyen tekstürel

bozulmalara yol açabilmektedir. Bu nedenle, toz sorbitolün uygun morfolojik ve boyutsal özelliklerde olması, sakız uygulamalarında proses kontrolü ve ürün kalitesi açısından büyük önem taşımaktadır.

Bu bölümde, öğütülmüş ve elenmiş toz sorbitol numunelerine ait partikül boyut dağılımı (PSD) analiz sonuçları verilmiş olup, D90 değerinin sırasıyla 250 μm ve 350 μm olarak hedeflendiği fraksiyonlara ilişkin elde edilen bulgular Şekil 4.12. ve Şekil 4.13.'de gösterilmiştir.

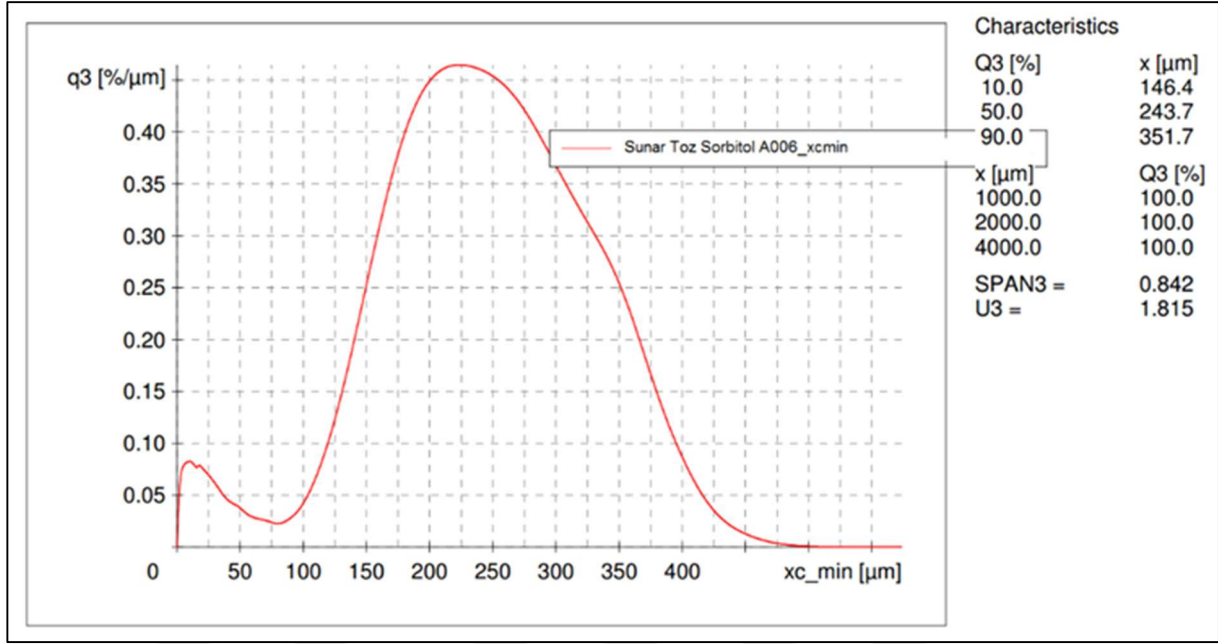


Şekil 4.12. Toz sorbitol öğütülmüş elenmiş numune PSD analiz sonucu (hedef D90:250 μm)

Şekil 4.12’de, hedeflenen D90 değeri 250 μm olacak şekilde öğütülüp elenmiş toz sorbitol numunesinin partikül boyut dağılımı (PSD) analizi verilmiştir. Elde edilen dağılım eğrisine göre partikül boyutlarının büyük çoğunluğu dar bir aralıkta yoğunlaşmış olup, bu durum hedeflenen fraksiyona yakın, kontrollü bir dağılım elde edildiğini göstermektedir.

Analiz sonucuna göre:

- D10 değeri 19.1 μm ,
- D50 (medyan) değeri 55.2 μm ,
- D90 değeri ise 228.9 μm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.13. Toz sorbitol öğütülmüş elenmiş numune PSD analiz sonucu (hedef D90:350 μm)

Bu değerler, hedeflenen D90: 250 μm kriterine yüksek oranda uyum göstermekte olup, öğütme ve eleme işlemlerinin etkin şekilde gerçekleştirildiğini ortaya koymaktadır. Dağılımın genişliğini ifade eden SPAN3 değeri 3.801, dağılımın homojenliğini gösteren U3 değeri ise 3.571 olarak hesaplanmıştır. Bu parametreler, partikül boyut dağılımının nispeten geniş ancak kontrol altında olduğunu, yani fraksiyonlama işleminin belirli bir teknik doğrulukla yürütüldüğünü ortaya koymaktadır.

Sonuç olarak, bu çalışma kapsamında uygulanan proses koşulları ile hedeflenen partikül boyutu dağılımına sahip toz sorbitol üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bu partikül boyutu aralığı, sakız uygulamaları açısından değerlendirildiğinde proseste işlenebilirlik ve ürün kalitesi üzerinde doğrudan etkili olabilecek uygun özellikleri temsil etmektedir.

Şekil 4.13.'te de, hedeflenen D90 değeri 350 μm olan öğütülmüş ve elenmiş toz sorbitol numunesinin partikül boyut dağılımı (PSD) sonuçları gösterilmiştir. Elde edilen dağılım eğrisine göre partiküllerin büyük çoğunluğu 150–400 μm aralığında yoğunlaşmakta olup, dağılım simetrik ve dar bir aralıkta gerçekleşmiştir.

Analiz verilerine göre:

- D10 = 146.4 μm

- D50 (medyan) = 243.7 μm
- D90 = 351.7 μm olarak tespit edilmiştir.

Bu deęerler, hedeflenen D90: 350 μm partikül boyutu kriteri ile yüksek düzeyde uyum göstermekte ve elde edilen ürünün istenen parçacık boyutuna sahip olduğunu doğrulamaktadır. Ayrıca dağılımın homojenliğini ve dar genişliğini ifade eden SPAN3 deęeri 0.842 ve U3 deęeri 1.815 olup, bu parametreler partikül boyutunun oldukça kontrollü bir şekilde elde edildiğini göstermektedir.

Sonuç olarak, öğütme ve eleme işlemleri sonucunda yüksek doğrulukta sınıflandırılmış, hedefe uygun toz sorbitol fraksiyonu başarıyla üretilmiştir. Bu partikül boyutu dağılımı, özellikle şerit sakız uygulamalarında daha düşük sertlik, daha yumuşak doku ve ağızda homojen dağılıma gibi ürün kalitesi açısından kritik özellikleri desteklemektedir.

Şekersiz sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün partikül boyut dağılımı, ürünün nihai tekstürel özellikleri üzerinde doğrudan etkili bir parametredir. Tedarik edilen sorbitolün marka veya model bazında farklılık göstermesi durumunda, partikül boyutlarında oluşan deęişiklikler sakızın dokusal özelliklerinde belirgin farklılıklara yol açabilmektedir. Norton, Ng ve Vyakaranam (2016) tarafından gerçekleştirilen çalışmada, sorbitol partikül boyutunun şekersiz sakızın tekstürel özellikleri üzerindeki etkisi iki temel düzlemde ele alınmıştır. Araştırma bulgularına göre, daha büyük partikül boyutlarına sahip sorbitolün kullanımı, sakızın daha yumuşak bir yapı kazanmasına neden olmakta ve bu durum, üretim sırasında ambalaj malzemesine yapışma gibi çeşitli proses ve paketleme sorunlarını beraberinde getirmektedir. Öte yandan, daha küçük partikül boyutlu sorbitol kullanımı ise, sakızın daha sert bir dokuya sahip olmasına yol açmakta ve bu da çiğneme esnasında tüketici tarafından istenmeyen fiziksel hissiyatların oluşmasına neden olabilmektedir (Norton, Ng ve Vyakaranam, 2016).

Bu nedenle, kullanılan toz sorbitolün partikül boyutuna baęlı olarak formülasyonda revizyon yapılması gereklilięi ortaya çıkmakta ve bu durum hem ürün standardizasyonunu zorlaştırmakta hem de üretim maliyetlerini artıran bir faktör olarak deęerlendirilmektedir. Dolayısıyla, toz sorbitolün partikül boyutu sadece proses verimlilięi açısından deęil, aynı zamanda tüketici memnuniyeti ve maliyet optimizasyonu açısından da kritik bir rol oynamaktadır.

Deneme deseni altyapısının oluşturulabilmesi ve bağımsız değişkenlerden biri olan partikül boyutu parametresinin uygun aralıklarla tanımlanabilmesi amacıyla, öğütme ve eleme işlemleri sonucunda farklı partikül boyutu dağılımlarına sahip dokuz adet toz sorbitol numunesi hazırlanmıştır. Bu numunelerin her biri farklı D10 ve D50 değerlerine sahip olacak şekilde tasarlanmış ve lazer difraksiyon yöntemi ile partikül boyutu dağılımları (PSD) analiz edilmiştir. Çalışmanın bu aşamasında mümkün olduğunca geniş bir varyasyon yelpazesi elde edilerek deneme desenine esas teşkil edecek veri altyapısının sağlam temellere dayanması hedeflenmiştir. Toplamda dokuz farklı PSD profiline sahip toz sorbitol örneği (D kodlu olarak tanımlanan) ile analizler gerçekleştirilmiş olup, ilgili numunelere ait detaylı özellikler Tablo 4.3'te sunulmuş; elde edilen PSD analiz sonuçları ise Şekil 4.14'te verilmiştir.

Tablo 4.3. Farklı D10 ve D50 partikül boyutu değerlerine sahip toz sorbitol numuneleri

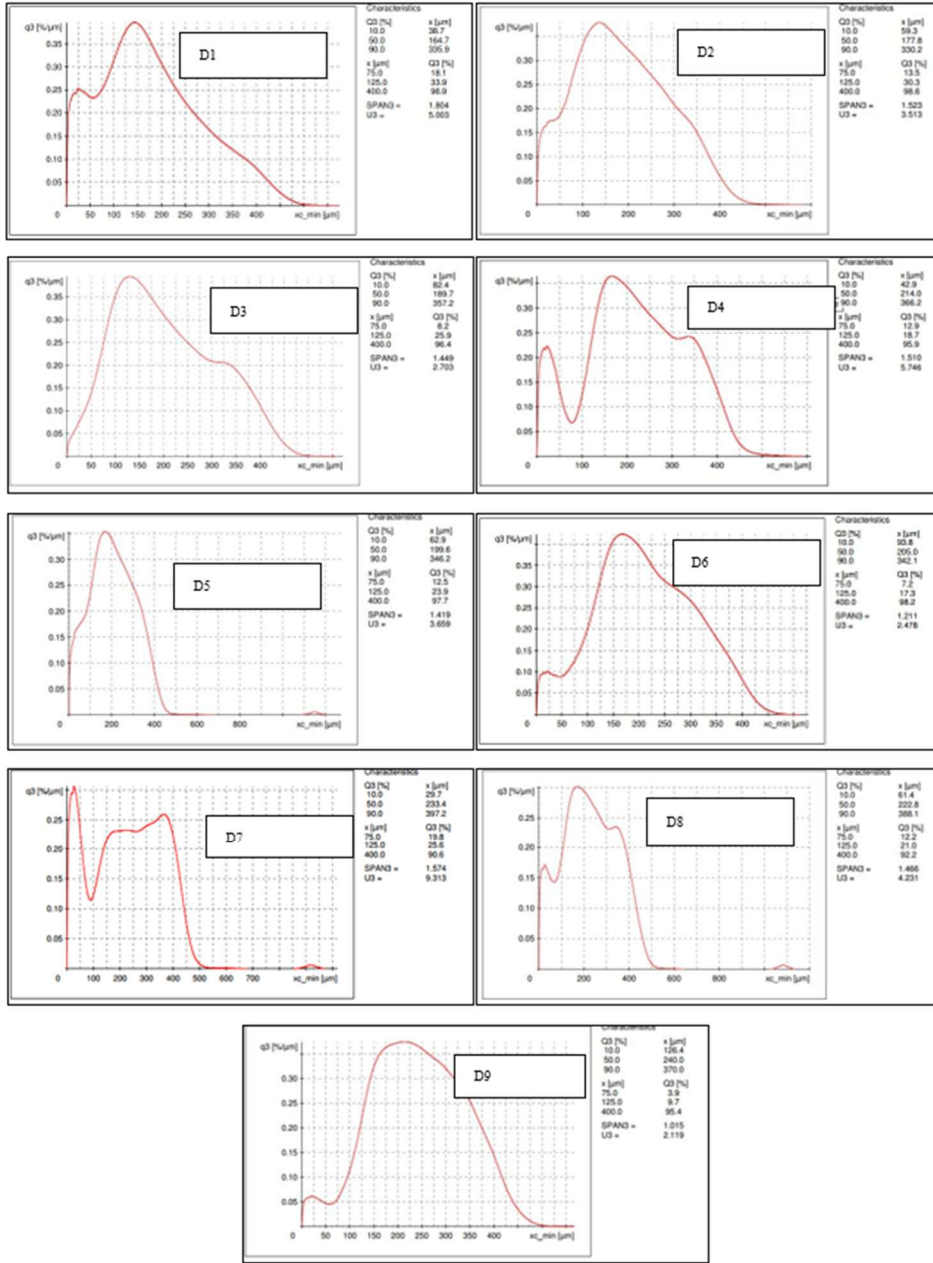
Deneme	D10	D50
D1	38	164
D2	59	177
D3	82	189
D4	42	214
D5	62	199
D6	93	205
D7	29	233
D8	61	222
D9	126	240

Elde edilen 9 farklı denemeye ait partikül boyutu dağılımları başarıyla oluşturulmuş, her bir denemeye ait partikül boyut dağılımları da Şekil 4.14.'de ayrı ayrı sunulmuştur.

Şekil 4.15'de, öğütme ve eleme işlemlerine tabi tutulmuş D1 toz sorbitol numunesinin partikül boyutu dağılımına ait karakterizasyon verileri verilmiştir.

Partikül boyutu dağılımı xc_min tanımı üzerinden yapılmış olup, analiz sonucunda aşağıdaki temel bulgular elde edilmiştir:

- D10, 146.4 μm ,
- D50, 243.7 μm ,
- D90, 351.7 μm olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.14. Farklı D10 ve D50 partikül boyutu değerlerine sahip toz sorbitol numunelerine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analiz sonuçları (Ek A-İ)

Bu değerler, hedeflenen D90:350 µm partikül fraksiyonuna uygun bir dağılım elde edildiğini göstermektedir. Ön deneme kapsamında hazırlanan ve “D” kodu ile tanımlanan toz sorbitol numunelerinde, D90 değerinin 350 µm'nin altında olması hedeflenmiştir. Bunun yanı sıra, bu ön denemelerde küçük partiküllerin varlığı ile iki farklı pik gösteren dağılımlar gibi çeşitli partikül kırılımlarına ait partikül boyutu dağılımları (PSD) analiz edilmiştir.

Analizde ayrıca partikül şekil parametreleri olarak simetriklik (Symm3), sferiklik (SPHT3) ve uzunluk-genişlik oranı (b/l3) hesaplanmıştır. Bu parametreler partiküllerin morfolojik yapıları hakkında bilgi vermekte olup, örneğin Q3 %75.2 seviyesinde (250 µm) SPHT3 değeri 0.856, Symm3 değeri 0.883, b/l3 oranı ise 0.748 olarak ölçülmüştür. Bu veriler, partiküllerin genel olarak düşük yuvarlaklık ve orta düzey simetriklik gösterdiğini, çubuk benzeri (elongated) morfolojilerin hâkim olduğunu ortaya koymaktadır.

CAMSIZER X2

MICROTRAC

MEI

TOZ SORBITOL

Company:

User:

Result file:

Task file:

Time:

SUNAR MISIR

BB

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 1.rdf

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

10/4/2022, 21:15, duration 0 min 43 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

No. of particles:

Velocity adaption:

Fitting:

xc_min

CCD-B = 1252703 , CCD-Z = 537990

sunartozsorbitol.ftv

no

Material:

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	14.1	14.1	0.776	0.910	0.760	231408888
56.0	63.0	1.2	15.3	0.756	0.894	0.701	21354
63.0	71.0	1.8	17.1	0.774	0.892	0.699	31941
71.0	80.0	2.2	19.3	0.852	0.893	0.779	26075
80.0	90.0	2.8	22.1	0.829	0.900	0.761	24174
90.0	100.0	2.9	25.0	0.854	0.888	0.738	18490
100.0	112.0	4.0	29.0	0.904	0.893	0.780	19468
112.0	125.0	4.9	33.9	0.895	0.891	0.771	15248
125.0	140.0	6.1	40.0	0.888	0.889	0.767	14240
140.0	160.0	8.2	48.2	0.884	0.889	0.769	13534
160.0	180.0	7.3	55.5	0.875	0.886	0.760	8199
180.0	200.0	6.6	62.1	0.869	0.885	0.757	5167
200.0	224.0	6.8	68.9	0.864	0.883	0.755	3849
224.0	250.0	6.3	75.2	0.856	0.883	0.748	2597
250.0	280.0	6.1	81.3	0.853	0.883	0.748	1770
280.0	315.0	5.8	87.1	0.849	0.883	0.748	1220
315.0	355.0	5.3	92.4	0.850	0.885	0.753	779
355.0	400.0	4.5	96.9	0.848	0.886	0.762	492
400.0	450.0	2.6	99.5	0.862	0.891	0.792	205
450.0	500.0	0.5	100.0	0.876	0.894	0.835	22
500.0	560.0	0.0	100.0	0.870	0.883	0.820	1
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

Şekil 4.15. Toz sorbitolde görüntü analizi yöntemiyle parçacık boyutu dağılımının belirlenmesi (örneğin, D1)

Partikül boyutu dağılımı analizine örnek teşkil etmesi amacıyla, D1 kodlu numunenin ayrıntılı PSD verileri sunulmuştur (Şekil 4.15.). Analiz sonuçlarına göre, bu numunede en yoğun partikül birikimi $< 56.0 \mu\text{m}$ boyut aralığında gözlemlenmiştir ve bu sınıfta 23 milyondan fazla parçacık tespit edilmiştir. Bu bulgu, numunenin önemli bir kısmının çok küçük boyutlu partiküllerden oluştuğunu, ancak bu partiküllerin hacimsel dağılıma olan katkısının sınırlı kaldığını ortaya koymaktadır. Zira partikül sayısı bazında yüksek yoğunluk gözlemlense de, hacimce daha büyük partiküller genel dağılımı baskılamaktadır. Bu durum, fraksiyon içinde düşük hacimli ancak yüksek sayıda ince partikül bulunduğuna işaret etmektedir.

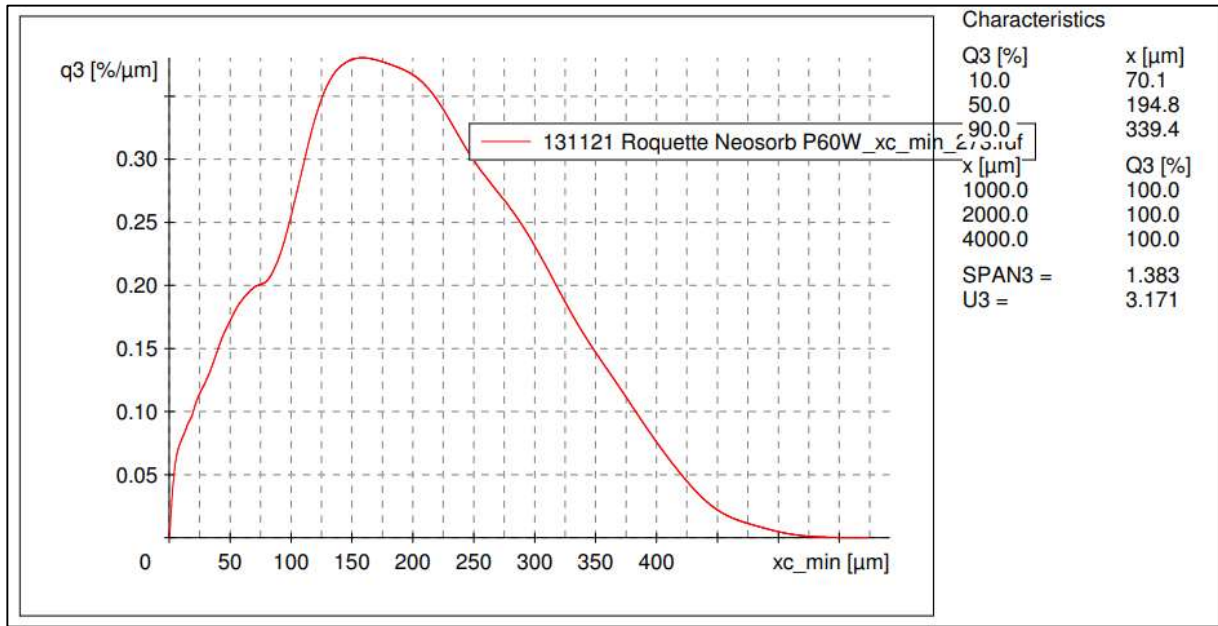
Sonuç olarak, yapılan öğütme ve elenme işlemleriyle hedeflenen D90: $350 \mu\text{m}$ fraksiyonuna sahip, dağılımı kontrollü ve homojen özellikler taşıyan bir toz sorbitol elde edilmiştir. Bu ürün, sakız üretiminde hem proses verimliliği hem de son ürün özellikleri açısından istenen fiziksel yapıyı sağlamak üzere uygun bir partikül boyutu karakteristiği göstermektedir.

Şekil 4.16-4.18’de yeralan partikül dağılım grafiklerinde, piyasada yaygın olarak kullanılan ticari toz sorbitollere kıyasla daha küçük partikül boyutuna sahip bir dağılım elde edilmesi hedeflenmiştir. Bu doğrultuda, laboratuvar tipi öğütme ve eleme işlemleri uygulanarak deneysel örnek hazırlanmış ve analiz edilmiştir. Yapılan partikül boyutu analizi sonucunda, sorbitol partiküllerinin $30\text{--}350 \mu\text{m}$ aralığında homojene yakın bir dağılım gösterdiği, ayrıca Set-1 numunesinde %14’lük bir kısmın $56 \mu\text{m}$ ’nin altında ve %10’luk kısmın ise $38 \mu\text{m}$ ’nin altında boyutlara sahip olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlar, hedeflenen dağılım aralığına ulaşmak adına uygulanan ön işlemlerin etkinliğini göstermektedir.

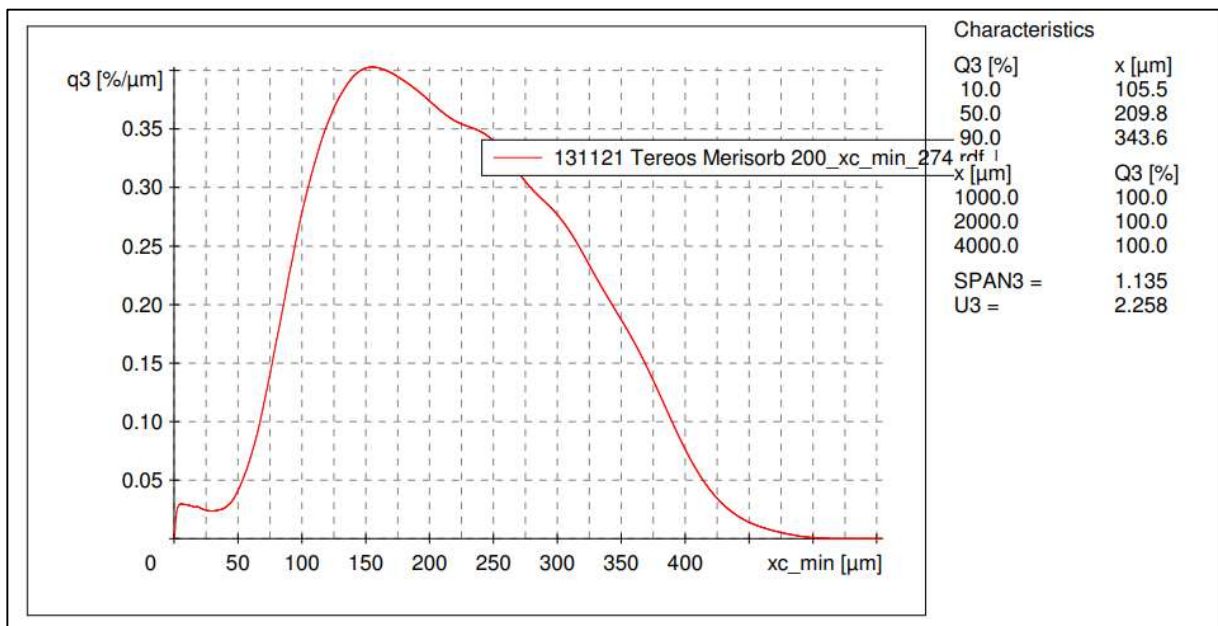
Piyasada yaygın olarak kullanılan üç farklı ticari toz sorbitol örneği olan Roquette Neosorb P60W (Şekil 4.16.), Tereos Merisorb 200 (Şekil 4.17.) ve Huakang HKDS40 (Şekil 4.18.), parçacık boyutu dağılımları açısından karşılaştırıldığında belirgin farklılıklar göstermektedir.

Her üç ürün de benzer şekilde unimodal (tek tepe) dağılım sergilediği, bununla birlikte dağılımın genişliğinin ve partikül yoğunluğunun ise farklılık gösterdiği saptanmıştır. D(10), D(50) ve D(90) değerleri sırasıyla Roquette için $70.1 \mu\text{m}$, $194.8 \mu\text{m}$ ve $339.4 \mu\text{m}$; Tereos için $105.5 \mu\text{m}$, $209.8 \mu\text{m}$ ve $343.6 \mu\text{m}$; Huakang için ise $89.9 \mu\text{m}$, $197.5 \mu\text{m}$ ve $335.2 \mu\text{m}$ olarak

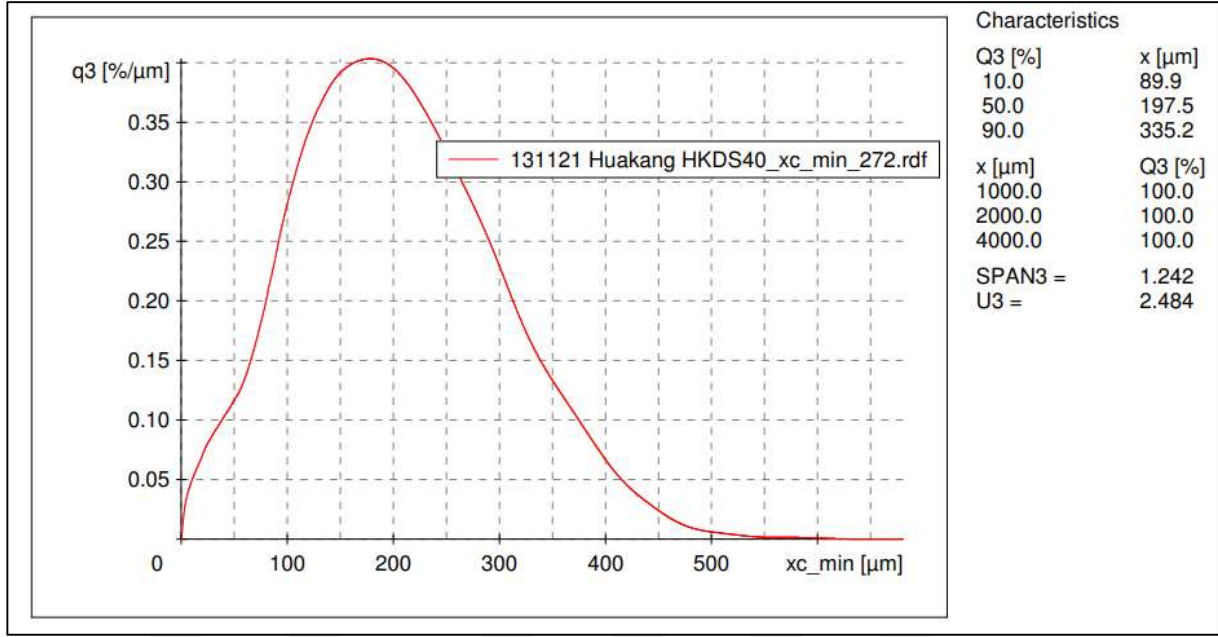
belirlenmiştir. Bu verilere göre, Tereos Merisorb 200, en yüksek D(10) değeriyle daha iri başlangıç partikülleri içerdiği; Roquette Neosorb P60W ise en düşük D(10) değeriyle en ince partikül başlangıcını gösterdiği saptanmıştır. SPAN3 değeri (dağılım genişliği) bakımından Tereos (1.135) en dar dağılıma sahipken, Roquette (1.383)'nin en geniş dağılıma sahip olduğu tespit edilmiştir. U3 (uniformluk indeksi) açısından ise Roquette (3.171) daha az uniform bir dağılıma sahip olduğu, Tereos (2.258) ve Huakang (2.484) daha homojen yapılar sergilediği belirlenmiştir.



Şekil 4.16. Referans numune, Roquette P60W Toz sorbitol PSD analiz sonucu



Şekil 4.17. Referans numune, Tereos Merisorb 200 Toz sorbitol PSD analiz sonucu

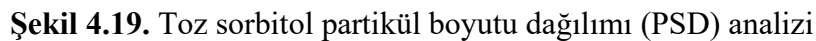


Şekil 4.18. Referans numune, Huakang HKDS40 Toz sorbitol PSD analiz sonucu

Sonuç olarak, Tereos Merisorb 200, daha dar ve daha homojen bir dağılıma sahip olup proseslerde daha kontrollü performans gösterebilirken; Roquette Neosorb P60W, daha geniş dağılımıyla farklı doku ve çözünme özellikleri sunabilir. Huakang HKDS40 ise bu iki ürün arasında dengeli bir yapıya sahiptir ve orta seviyede parçacık boyutu dağılımı sunmaktadır. Bu özellikler, özellikle şekersiz sakız gibi uygulamalarda, çiğneme dokusu ve raf ömrü üzerinde önemli etkilere sahiptir.

Tablo 4.4 ve Şekil 4.19’da da görülebileceği gibi, deneme deseninde kullanılacak partikül boyutu aralıklarının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen ön çalışmalar kapsamında, hedeflenen partikül boyutu dağılımlarına uygun şekilde toz sorbitol örnekleri hazırlanmıştır. Bu doğrultuda, deneysel desen içerisinde tanımlanan altı farklı kombinasyona karşılık gelen partikül boyutu fraksiyonları başarıyla elde edilmiştir (DD kodu ile tanımlanan toz sorbitol numuneleri). Her bir denemeye ait partikül boyutu dağılımları lazer difraksiyon yöntemiyle analiz edilmiş ve sonuçlar Şekil 4.19’da ayrı ayrı grafiksel olarak sunulmuştur. Bu ön denemeler ile deneme deseninde kullanılacak bağımsız değişkenlerin (D10 ve D50) temsil gücü yüksek şekilde modellenmesi sağlanmıştır. DD kodlu numuneler, sektörde kullanılan ticari toz sorbitol örnekleri referans alınarak, deneme desenine ön hazırlık amacıyla daha dar aralıklarda ve kontrollü partikül kırılımıyla hazırlanmıştır.

Deneme	D10	D50
DD1	76	190
DD2	29	153
DD3	120	256
DD4	118	208
DD5	78	279
DD6	33	250



91

matrisinde çözünürlük, tekstür ve raf ömrü gibi kritik kalite parametrelerini iyileştirmek amacıyla tasarlanmıştır. Böylece, homojen bir dağılım profiliyle daha kontrollü ve öngörülebilir ürün performansı hedeflenmiştir.

Şekil 4.20.'de de DD3 numaralı örneğe ait partikül boyutu dağılımı yer almaktadır. Dağılım eğrisi incelendiğinde, unimodal (tek tepe noktalı) bir yapıya sahip olduğu ve partiküllerin büyük çoğunluğunun yaklaşık 200–300 μm aralığında yoğunlaştığı gözlemlenmektedir. D(10), D(50) ve D(90) değerleri sırasıyla 120.0 μm , 256.8 μm ve 360.3 μm olarak belirlenmiş olup, bu değerler parçacıkların %80'inin bu aralıkta bulunduğunu göstermektedir.

Size class	μm	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	5.2	5.2	0.796	0.900	0.773	156713154
56.0	63.0	0.2	5.4	0.662	0.895	0.892	4242
63.0	71.0	0.5	5.9	0.668	0.838	0.672	10437
71.0	80.0	0.5	6.4	0.812	0.895	0.794	8848
80.0	90.0	0.6	7.0	0.877	0.890	0.777	6809
90.0	100.0	1.2	8.2	0.777	0.882	0.703	9055
100.0	112.0	1.0	9.2	0.891	0.883	0.783	7388
112.0	125.0	1.3	10.5	0.880	0.882	0.769	6179
125.0	140.0	2.0	12.5	0.870	0.880	0.761	6650
140.0	160.0	3.5	16.0	0.863	0.880	0.755	8201
160.0	180.0	4.9	20.9	0.854	0.879	0.749	7831
180.0	200.0	6.2	27.1	0.846	0.877	0.745	7244
200.0	224.0	8.9	36.0	0.840	0.876	0.748	7394
224.0	250.0	11.0	47.0	0.830	0.875	0.747	6831
250.0	280.0	13.1	60.1	0.825	0.874	0.754	5801
280.0	315.0	14.6	74.7	0.816	0.872	0.756	4618
315.0	355.0	13.8	88.5	0.818	0.875	0.769	3171
355.0	400.0	9.0	97.5	0.824	0.877	0.788	1541
400.0	450.0	2.2	99.7	0.823	0.874	0.802	274
450.0	500.0	0.3	100.0	0.785	0.865	0.757	19
500.0	560.0	0.0	100.0	0.628	0.870	0.615	1
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

Şekil 4.20. Toz Sorbitol DD3 Partikül Boyut Dağılımı (PSD) Analizi.

SPAN3 değeri 0.935 olarak hesaplanmış olup, bu değer oldukça dar bir dağılımı temsil etmektedir. Bu durum, örnek içerisinde partikül boyutlarının birbiriyle oldukça tutarlı ve homojen olduğunu göstermektedir. U3 değeri ise 2.331 olarak belirlenmiş ve bu da örneğin oldukça düzgün bir dağılıma sahip olduğunu teyit etmektedir.

Bu özellikler, sakız üretimi açısından değerlendirildiğinde, partikül dağılımının hem çözünürlük hem de mekanik yapı üzerinde pozitif etkiler yaratabileceğini göstermektedir. Özellikle dar dağılım ve orta büyüklükteki parçacıklar, ürün içinde homojen dağılma ve çiğneme sırasında dengeli tekstür sağlaması açısından avantajlıdır. Ayrıca düşük SPAN3 değeri sayesinde üretim sırasında proses stabilitesinin ve kalite kontrolünün artırılabilmesi öngörülmektedir.

Toz sorbitol örneği olan deneme DD3'e ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analizinde (Şekil 4.20), partikül boyutlarının niceliksel dağılımı detaylı şekilde ortaya konulmuştur. Analiz sonuçlarına göre, partiküllerin %10'u 120 μm 'nin altında, %50'si ise 256 μm 'nin altında bir çapa sahiptir. Bu veriler, örneğin ince taneli bir yapıya sahip olduğunu ve dağılımın önemli bir kısmının mikron altı seviyeye yakın partiküllerden oluştuğunu göstermektedir.

Şekil 4.20'den de görülebileceği gibi, kümülatif dağılım (Q3) değerlerine göre, örnek oldukça dar bir boyut aralığında yoğunlaşmakta olup, partikül boyutlarının %90'ı yaklaşık 360 μm 'nin altında yer almaktadır. Bu durum, ürünün homojenliğini ve sınırlı boyut varyasyonunu işaret eder. Ayrıca, SPHT3 (şekil faktörü), Symm3 (simetri katsayısı) ve b/l3 (boy/en oranı) gibi parametreler partiküllerin şekilsel özellikleri hakkında bilgi sunmakta olup, partiküllerin çoğunlukla yuvarlak ve düzgün şekilli olduğunu göstermektedir.

Sonuç olarak, DD3, iyi kontrol edilmiş bir öğütme ve eleme süreci sonucunda elde edilmiş, dar dağılım aralığına ve kontrollü partikül morfolojisine sahip bir sorbitol tozu örneğidir. Bu yapı, özellikle sakız üretimi gibi homojen dispersiyon ve kontrollü çözünürlük gerektiren uygulamalarda fonksiyonel performans açısından avantaj sağlayabilir.

Ön çalışmalar kapsamında elde edilen veriler ve piyasada yaygın olarak kullanılan ticari toz sorbitol ürünlerinin partikül dağılım özellikleri birlikte değerlendirildiğinde, D90 değeri açısından numunelerin büyük çoğunluğunun >350 μm seviyelerinde yoğunlaştığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle, D90 parametresi, deneysel tasarım kapsamında anlamlı bir farklılık oluşturacak değişken olarak değerlendirilmemiştir. Diğer yandan, D10 ve D50 partikül boyutu değerlerinin daha geniş bir varyasyon aralığında değişkenlik gösterdiği tespit edilmiştir. Bu değişkenliğe dayanarak, deneme deseninde kullanılacak bağımsız değişken seviyeleri D10 için 30, 75 ve 120 μm ; D50 için ise 150, 200 ve 250 μm olarak belirlenmiştir. Bu aralıklar, hem

elde edilen ön deneme sonuçları hem de piyasadaki mevcut ürünlerin partikül dağılım profilleri doğrultusunda tanımlanmış ve modelleme çalışmaları için temel parametreler olarak kabul edilmiştir.

4.5. Toz Sorbitolde Yığın Yoğunluğu Analiz Sonuçları

Bu çalışma kapsamında, toz sorbitol örneklerinin yığın yoğunluklarının şekeriz şerit sakızın tekstürel özellikleri üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla üç farklı yığın yoğunluğu (bulk density) seviyesinde (0.45, 0.50 ve 0.55 g/mL) deneysel bir tasarım gerçekleştirilmiştir. Ticari olarak yaygın şekilde kullanılan toz sorbitol örneklerinin yığın yoğunlukları, kullanılan üretim teknolojisine bağlı olarak genellikle 0.45–0.55 g/mL aralığında değişmektedir. Bununla birlikte, yığın yoğunluğu 0.60 g/mL seviyesinde olan bazı toz sorbitol numuneleri de analiz edilmiştir.

Toz sorbitolün yığın yoğunluğu, şekeriz sakız üretiminde hem formülasyon stabilitesi hem de üretim hattı verimliliği açısından kritik öneme sahip bir parametre olarak tanımlanmıştır (Reddy vd., 2024). Yığın yoğunluğunun, partiküllerin bir araya gelme ve sıkışma eğilimini belirleyerek özellikle kalıp dolum işlemlerinde homojen bir dağılım sağlamada etkili olduğu ortaya konmuştur. İdeal yığın yoğunluğa sahip tozlar, dozajlama sistemlerinde homojen akışkanlık sağlayarak sabit porsiyon ağırlıklarının elde edilmesini kolaylaştırmaktadır (USP, 2016).

Ayrıca, yığın yoğunluğunun ekstrüzyon ve kalıplama aşamalarında uygulanan basınç dağılımını etkileyerek nihai ürünün mikroyapısını şekillendirdiği ve mekanik özelliklerini belirlediği bildirilmiştir. 0.3–0.6 g/mL aralığında ölçülen yığın yoğunluğu değerlerinin, sorbitolün kristal yapısı (özellikle γ -formu), özgül yüzey alanı ve mekanik dayanımı ile yakından ilişkili olduğu gösterilmiştir (Reiff, 1985).

Yığın yoğunluğu çok düşük olan sorbitol numunelerinde, formülasyonda hava kabarcığı tutulumunun arttığı ve bunun sonucunda ürün yüzeyinde pürüzlülük ile düşük mekanik dayanıklılığın ortaya çıktığı tespit edilmiştir. Öte yandan, aşırı yüksek yığın yoğunluğuna sahip örneklerde ise karışım homojenliğinin bozulduğu, ekipman tıkanmaları ile dozaj farklılıklarının meydana geldiği raporlanmıştır (Van den Ban ve Goodwin, 2017). Bu nedenle, sorbitolün yığın

yoğunluğunun dikkatle optimize edilmesi gerektiği; proses güvenilirliği ile nihai ürün kalitesinin sürdürülebilirliğinin bu parametreye doğrudan bağlı olduğu sonucuna varılmıştır.

Deneyel tasarıma ilişkin detaylar Tablo 4.5.'de verilmiştir. Bu amaçla, toplam 20 farklı deney seti oluşturulmuş ve her bir sette partikül boyutu dağılımı (PSD – D10 ve D50) ile yığın yoğunluğu parametreleri sistematik biçimde değiştirilmiştir. Partikül boyutları, öğütme ve eleme yöntemleriyle kontrollü olarak elde edilmiştir. Hedeflenen yığın yoğunluğu değerleri ise, akışkan yataklı eriyik kristalizatör sisteminde kurutma süresi ve beslenen tohum (seed) miktarı gibi proses parametrelerinin optimize edilmesi yoluyla sağlanmıştır.

Tablo 4.5. Farklı yığın yoğunluğu ve partikül boyutu dağılımlarına sahip toz sorbitol örneklerinden oluşturulan deney setleri

Deneme Seti No*	PSD (D10) (μm)	PSD (D50) (μm)	Yığın Yoğunluğu (g/mL)
CWG1	75	200	0.50
CWG2	75	200	0.50
CWG3	75	200	0.50
CWG4	120	250	0.55
CWG5	120	150	0.55
CWG6	120	250	0.45
CWG7	75	200	0.55
CWG8	120	200	0.50
CWG9	75	250	0.55
CWG10	30	250	0.45
CWG11	75	200	0.45
CWG12	75	150	0.45
CWG13	30	150	0.45
CWG14	30	250	0.45
CWG15	75	200	0.45
CWG16	75	200	0.50
CWG17	30	200	0.50
CWG18	30	150	0.50
CWG19	75	200	0.50
CWG20	120	150	0.55

* CWG: Chewing gum (Sakız)

Önceki çalışmalardan elde edilen veriler doğrultusunda, kalsiyum karbonat içeren ve belirli bir formulasyona sahip mayanın kullanımıyla olumlu sakız kalite özelliklerinin elde edildiği belirlenmiştir. Bu bulgular temel alınarak, söz konusu maya türü bu çalışmada sabit bir değişken olarak tanımlanmış ve deneysel tasarımda değiştirilmemiştir. Böylece, araştırmanın odak noktası yalnızca toz sorbitolün fiziksel özelliklerinin (özellikle yığın yoğunluğu ve partikül boyutu dağılımı) son ürün üzerindeki etkilerinin analizine yönlendirilmiştir.

Tablo 4.5’den de görülebileceği gibi, deney setlerinde kullanılan toz sorbitol örneklerinin yığın yoğunlukları 0.45 g/mL, 0.50 g/mL ve 0.55 g/mL olmak üzere üç farklı seviyede gruplandırılmıştır. Bu bamaçla, düşük yığın yoğunluğuna sahip örnekler (0.45 g/mL) CWG6, CWG10, CWG11, CWG12, CWG13, CWG14 ve CWG15 setlerinde; yüksek yığın yoğunluklu örnekler (0.55 g/mL) ise CWG4, CWG5, CWG7, CWG9 ve CWG20 setlerinde yer almıştır. Ara değer olarak tanımlanabilecek 0.50 g/mL yığın yoğunluklu örnekler ise CWG1, CWG2, CWG3, CWG8, CWG16, CWG17, CWG18 ve CWG19 numaralı setlerde belirlenmiştir.

Yığın yoğunluğu ile partikül boyutu parametreleri birlikte değerlendirildiğinde, benzer partikül boyutlarına sahip ancak farklı yığın yoğunluklarında formüle edilen setler de bulunmaktadır. Örneğin, $D_{10} = 75 \mu\text{m}$ ve $D_{50} = 200 \mu\text{m}$ olan CWG1 (0.50 g/mL) ile CWG15 (0.45 g/mL) karşılaştırıldığında, yalnızca yığın yoğunluğu değişkeninin etkisi izlenebilir hale gelmiştir. Benzer şekilde, $D_{10} = 120 \mu\text{m}$ ve $D_{50} = 250 \mu\text{m}$ olan CWG4 (0.55 g/mL) ile CWG6 (0.45 g/mL) setleri arasında da doğrudan yığın yoğunluğu etkisini değerlendirmeye olanak tanıyan bir eşleşme sağlanmıştır.

Bu karşılaştırmalar, yığın yoğunluğunun sabit partikül boyutu aralığında sakız doku özellikleri ve raf ömrü üzerine etkisinin analiz edilmesine imkan tanımıştır. Düşük yığın yoğunluklu örneklerin daha gözenekli yapılar oluşturabileceği, dolayısıyla daha düşük sertlik değerleri ve potansiyel olarak farklı nem tutma kapasitesi sergileyebileceği kanısına varılmıştır. Buna karşılık, yüksek yığın yoğunluğuna sahip tozların daha sıkı bir matris yapısı oluşturarak daha sert sakız dokusu meydana getirebileceği düşünülmüştür.

4.6. Raf Ömrü Analiz Sonuçları

Çalışma kapsamında, farklı yığın yoğunluğu ve partikül boyutu dağılımına sahip toz sorbitol örnekleri kullanılarak deneysel tasarıma uygun şekilde altı farklı ürün seti oluşturulmuş ve her bir set çift tekrarlı olarak üretilmiştir. Üretilen sakız örnekleri, ürün stabilitesi ve tekstürel özelliklerin zaman içerisindeki değişiminin izlenebilmesi amacıyla, 30 °C sıcaklık ve %65 bağıl nem koşullarına ayarlanmış iklimlendirme kabinlerinde muhafaza edilmiştir. Bu koşullar, ortam sıcaklığında saklanan sakızların yaklaşık bir aylık raf ömrünü simüle edecek şekilde belirlenmiştir.

İklimlendirme sürecinin tamamlanmasının ardından, tüm ürün setlerine tekstür analizleri uygulanarak sakızların sertlik değerleri nicel olarak ölçülmüştür. Elde edilen bu veriler, ürünlerin fiziksel özellikleri (özellikle toz sorbitolün yığın yoğunluğu ve partikül boyutu) ile sakız sertliği arasındaki ilişkilerin ortaya konulması açısından kritik öneme sahiptir.

Raf ömrü ile ilgili elde edilen bulgular, şekeriz şerit sakız örneklerine ait nem ve tekstür analizlerinden elde edilen sonuçlar kısmında ayrıntılı olarak verilmiştir.

4.7. Şekeriz Şerit Sakız Nem ve Tekstür Analiz Sonuçları

4.7.1. Şekeriz Şerit Sakız Nem Analiz Sonuçları

Bu bölümde, farklı deneme setleriyle üretilmiş şekeriz şerit sakız örneklerinin 90 günlük depolama süreci boyunca gösterdiği nem içeriği (%) değişimleri Tablo 4.6. ve Şekil 4.21.'de verilmiştir.

Tablo 4.6. ve Şekil 4.21'de görülebileceği gibi, şekeriz şerit sakız örneklerinin farklı depolama sürelerinde (1., 7., 30., 60. ve 90. günlerde) ölçülen nem içerikleri (%) verilmiştir. Elde edilen verilere göre, tüm örneklerde zamanla nem oranında artış eğilimi gözlemlenmiştir. Bu durum, sakızın higroskopik özellik gösterdiğini ve çevreden nem absorbe ettiğini ortaya koymuştur.

Bazı örneklerde ise, özellikle CWG5, CWG2 ve CWG1 numaralı deneme setlerinde nem artışı daha belirgin şekilde gerçekleşmiştir. CWG5, 1. günde %1.82 olan nem oranını

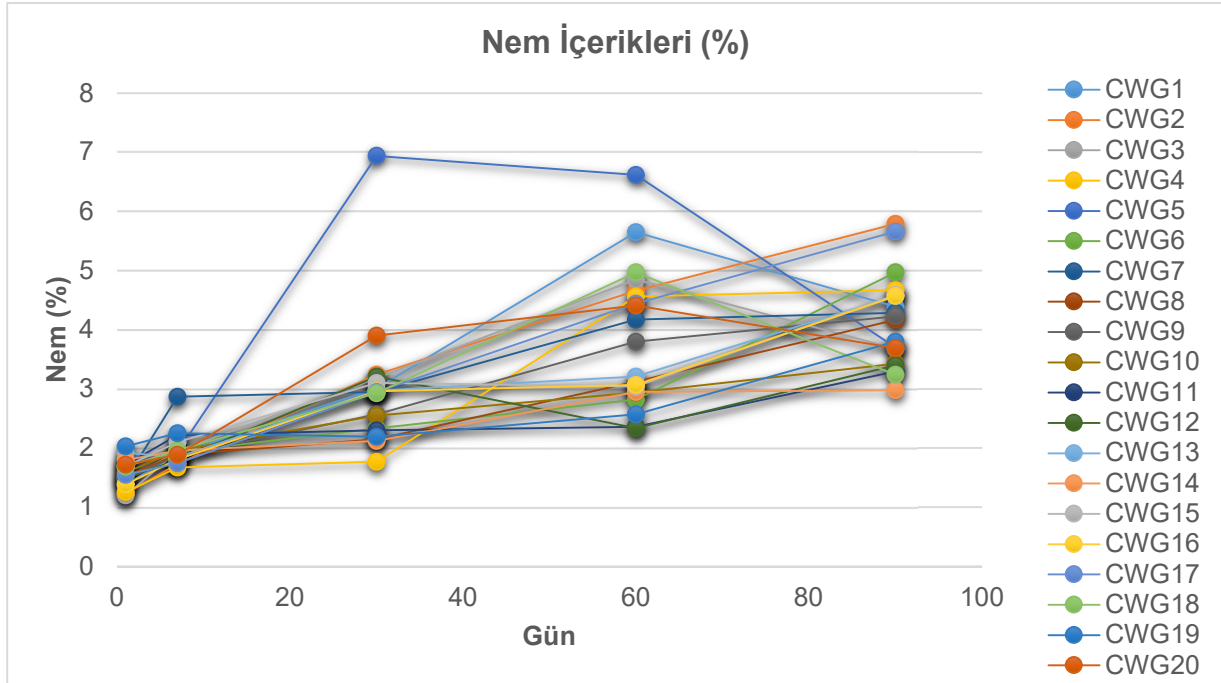
30. günde %6.94'e, 60. günde ise %6.62'ye kadar arttığı belirlenmiştir. Bu artış, ürün matrisinin dış ortam nemine karşı daha geçirgen bir yapıda olduğunu ve formülasyonun nem tutma kapasitesinin yüksek olabileceğini göstermiştir.

Tablo 4.6. Deneysel tasarıma göre şekersiz şerit sakız örneklerinin depolama süresine bağlı olarak değişen nem içeriği (%) değerleri

Deneme Seti No *	Depolama Süresi (gün) ve Nem Değerleri (%)				
	1. gün	7. gün	30. gün	60. gün	90. gün
CWG1	1.38	1.90	3.01	5.65	4.39
CWG2	1.23	1.73	3.24	4.66	5.79
CWG3	1.20	1.95	3.18	4.85	3.68
CWG4	1.26	1.67	1.77	4.56	4.67
CWG5	1.82	1.93	6.94	6.62	3.7
CWG6	1.47	1.94	2.33	2.82	4.97
CWG7	1.47	2.87	2.95	4.17	4.29
CWG8	1.53	1.89	2.15	3.12	4.17
CWG9	1.48	1.87	2.57	3.80	4.23
CWG10	1.59	1.96	2.55	2.94	3.43
CWG11	1.72	2.22	2.30	2.36	3.30
CWG12	1.49	1.80	3.21	2.34	3.40
CWG13	1.92	1.85	2.97	3.21	4.57
CWG14	1.80	1.96	2.12	2.95	2.98
CWG15	1.69	2.10	3.10	3.04	4.59
CWG16	1.39	1.81	2.96	3.07	4.57
CWG17	1.55	1.74	2.95	4.44	5.66
CWG18	1.69	1.96	2.93	4.97	3.24
CWG19	2.03	2.25	2.19	2.57	3.80
CWG20	1.72	1.89	3.90	4.41	3.69

* CWG: Chewing gum (Sakız)

CWG2 örneğinin ise %1.23 başlangıç değeri ile en düşük nem içeriğine sahip örneklerden biri olduğu, buna karşın 90. gün sonunda %5.79 ile nem değerinin yüksek bir değere ulaştığı saptanmıştır. Bu da uzun süreli depolamada nem artışının yoğunlaştığını ortaya koymuştur. Benzer şekilde, CWG1 numaralı deneme setinde de nem değerinde %1.38'den %4.39'a kadar nem artışı tespit edilmiştir.



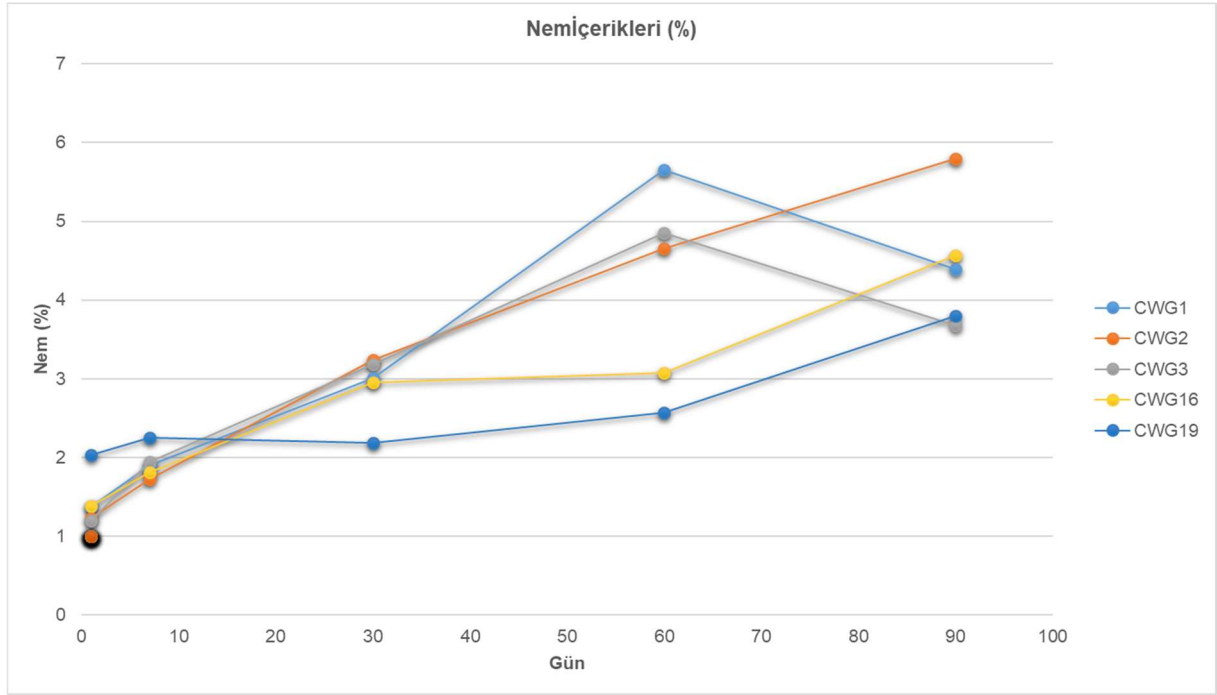
Şekil 4.21. Şekersiz sakızın (şerit) depolama süresine göre nem içerikleri (%)

Diğer yandan, CWG4, CWG10, CWG11 ve CWG15 gibi bazı setlerde nem artışının daha sınırlı kaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum, söz konusu örneklerin daha stabil bir yapıya sahip olduğunu ve çevresel neme karşı daha dirençli olduklarını göstermiştir.

CWG7, CWG17 ve CWG20 gibi örnekler ise depolama süresinin ilerleyen dönemlerinde hızlı nem artışı sergilemiş; bu da ilk etapta nispeten düşük nem içeriği ile başlamalarına rağmen uzun vadede nem absorpsiyonunun hızlandığını ortaya çıkarmıştır.

Sonuç olarak, tüm deneme setlerinde nem oranı zamanla artmıştır; ancak artış miktarları deneme setleri arasında farklılık göstermiştir. Bu durum, kullanılan sorbitolün partikül boyutu, formülasyonda yer alan diğer bileşenlerin higroskopisite düzeyleri ve ürün matrisinin geçirgenlik özellikleri ile ilişkilendirilmiştir. Ürün kalitesi ve raf ömrünün korunabilmesi açısından, formülasyonun nem absorpsiyonuna karşı optimize edilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.

Aynı partikül boyutu dağılımı ve yoğunluk özelliklerine sahip şekersiz şerit sakız örneklerinin (CWG1, CWG2, CWG3, CWG16 ve CWG19) depolama süresi boyunca gösterdiği nem içeriği (%) değişimleri Şekil 4.22’de verilmiştir.



Şekil 4.22. Aynı partikül boyutu ve yoğunluğa sahip şekeriz şerit sakız örneklerinin 90 günlük depolama süresine bağlı olarak değişen nem içerikleri (%)

Yığın yoğunlukları 0.50 g/mL olan ara değerdeki beş farklı sakız örneğine ait deneme setlerinde, şekeriz şerit sakız örneklerinin (CWG1, CWG2, CWG3, CWG16 ve CWG19) 1., 7., 30., 60. ve 90. günlerde ölçülen nem içerikleri karşılaştırmalı olarak Şekil 4.21.'de verilmiştir. Tüm örneklerde zamanla nem oranında artış meydana gelmiştir; bu da şerit sakız matrisinin higroskopik karaktere sahip olduğunu ve çevresel nemi absorbe ettiğini göstermiştir.

CWG1 deneme setinde nem değeri başlangıçta %1.38 iken, 60. günde %5.65 ile en yüksek seviyeye ulaşmış ve 90. gün sonunda %4.39 olduğu belirlenmiştir. Bu sonuç, CWG1'in ilk başta yoğun nem absorpsiyonu gösterdiğini, ancak ilerleyen dönemlerde nem kaybına veya denge durumuna ulaştığını göstermiştir. Öte yandan, CWG16 seti daha kontrollü bir nem artışı sergilemiş; 1. günde %1.39 olan nem değeri, 60. günde %3.01 ve 90. günde %4.57 olarak belirlenmiştir. Bu nedenle, CWG16 örneğinin daha stabil bir yapıda olduğu ve nemi daha yavaş absorbe ettiği kanısına varılmıştır.

CWG2 deneme seti ise, 1. günde %1.23 ile düşük nem içeriği sahipken, 90. gün sonunda bu oran %5.79'a yükseldiği belirlenmiştir. Bu durum, CWG2 örneğinin depolama süresi boyunca nem çekme eğiliminin oldukça yüksek olduğunu ortaya koymuştur. Benzer şekilde,

CWG3 seti de başlangıçta %1.20 seviyesinde nem içeriğine sahipken, 60. gün itibarıyla %4.85'e kadar yükselmiş, takiben 90. günde %3.68'e kadar düştüğü belirlenmiştir. Nem içeriğindeki değişim, ürünün bir noktada su dengesine ulaştığını ya da nem kaybına uğradığını düşündürmüştür.

CWG19 numaralı örnekte ise nem değerinin 1. günde %2.03, 60. günde ise %5.70'e kadar yükseldiği, takiben 90. günde de %3.80'e kadar gerilediği tespit edilmiştir. CWG19'un da CWG1 ve CWG3 ile benzer şekilde geçici nem doygunluğuna ulaştığı ve daha sonra hafif bir nem kaybı yaşandığı tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, tüm deneme setlerinde ürünlerin nem içeriğinde zamanla bir artış eğilimi gözlemlenmiş, ancak bu artışın hızı ve büyüklüğü kullanılan formülasyondaki bileşenlere bağlı olarak farklılık göstermiştir. Bu bulgular, partikül boyutu sabit tutulsa dahi, formülasyonda yer alan diğer bileşenlerin -özellikle nem tutucu özellik gösteren veya nem bariyeri işlevi gören maddelerin -nihai ürünün raf ömrü boyunca nem dengesinin sağlanmasında belirleyici rol oynadığını ortaya koymaktadır. Bu kapsamda, ürün stabilitesinin artırılabilmesi amacıyla formülasyonun su buharı geçirgenliği dikkate alınarak yeniden optimize edilmesinin gerekli olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Nem içeriği takibi açısından 60 günlük süre, kritik bir eşik noktası olarak değerlendirilebilir. Bu zaman diliminde bazı örneklerde nem içeriğinde artış gözlenirken, bazı örneklerde beklenmedik bir şekilde azalma meydana gelmiştir. Bu durum, raf ömrünün belirlenmesi ve uygun ambalaj materyallerinin seçimi açısından önemli ipuçları sunmakta olup, 60 günden sonraki dönemde meydana gelen nem değişimlerinin nedenleri ayrıca araştırılmalıdır. Özellikle, teorik olarak nem artış eğiliminin devam etmesi beklenirken, bazı örneklerde bu değer düşüş göstermesi dikkat çekici bulunmuş ve açıklamaya muhtaç bir husus olarak değerlendirilmiştir.

Genel nem artış eğilimi dikkate alındığında, CWG9 ve CWG10 numaralı örneklerin sergilediği davranışların olduğu belirlenmiştir. Bu doğrultuda, söz konusu örneklerin raf ömrü boyunca gerçekleşen nem değişimlerini temsil etme açısından daha güvenilir ve istikrarlı modeller olduğu düşünülmektedir. Bu durum, söz konusu örneklerin formülasyon stabilitesi açısından avantajlı özellikler taşıdığını da desteklemektedir.

Yapılan ölçümler sonucunda, ürünlerin nem içeriğinde raf ömrü boyunca ani bir değişim gözlenmemiştir. Nem oranlarında zaman içerisinde belirgin dalgalanmalar yerine, sınırlı ve düzenli artışlar meydana gelmiştir. Ayrıca, başlangıç nem içeriğine göre, izleme süresi boyunca nem içeriğinde herhangi bir azalma tespit edilmemiştir. Bu durum, ürün ambalajının nem bariyeri özelliğinin yeterli olduğunu ve formülasyondaki higroskopik bileşenlerin nem tutma kapasitesinin stabil kaldığını göstermektedir.

4.7.2. Şekersiz Şerit Sakız Tekstür Analiz Sonuçları

Şekersiz şerit sakız örneğinin depolama süresi boyunca gerçekleşen fiziksel değişimleri değerlendirmek amacıyla yapılan nem oranı (%R) ve sertlik (g ve N cinsinden) analiz sonuçları Tablo 4.7.'de verilmiştir. Tekstür ölçümleri, ürünün üretiminden itibaren 0. günden başlayarak 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17 ve 19. günlerde olmak üzere toplam 10 farklı zamanda gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4.7. Şekersiz şerit sakızın depolama süresi boyunca sertlik (g, N) ve nem oranı (%R) değişimleri

Süre	%R	Sertlik (hardness) (g)	Newton (N)
Sıfırıncı gün	2.05	709.47	6.95
3. gün	2.82	598.72	5.87
5. gün	2.78	595.37	5.84
7. gün	2.52	680.40	6.67
9. gün	2.43	603.12	5.91
11. gün	2.94	576.25	5.65
13. gün	2.60	486.40	4.77
15. gün	2.99	483.31	4.74
17. gün	2.96	443.62	4.35
19. gün	3.30	335.63	3.29

Elde edilen deneysel veriler, depolama süresinin ilerlemesiyle birlikte şekersiz şerit sakız örneklerinde sertlik değerinde anlamlı bir azalma meydana geldiğini, buna karşılık ürünün nem içeriğinde genel bir artış eğilimi gözlemlendiğini ortaya koymuştur. Bu durum, sakız matrisinin çevresel nemi absorbe etmesi sonucunda daha yumuşak bir yapı kazandığını ve dolayısıyla çiğneme direncinde azalma yaşandığını göstermektedir.

Örneğin; Tablo 4.7 incelendiğinde, herhangi bir şekerli şerit sakız örneğine ait 19 günlük depolama süreci boyunca gerçekleştirilen sertlik (hardness) ve nem oranı (%-R) analizlerinin sonuçları detaylı olarak verilmiştir.

Başlangıç noktasında (0. gün) sertlik değeri 709.47 g (yaklaşık 6.953 N) olarak ölçülmüş; ilerleyen günlerde bu değer kademeli olarak azalarak 19. gün sonunda 335.63 g (yaklaşık 3.289 N) düzeyine gerilemiştir. Elde edilen bu bulgular, sakızın depolama süresince yapısal bütünlüğünün ve mekanik dayanımının azaldığını, bu değişimin büyük ölçüde nem artışı ile ilişkili olabileceğini göstermektedir.

Bununla birlikte, nem oranı (%-R) verileri incelendiğinde, zaman içerisinde genellikle artış yönünde bir eğilim izlediği tespit edilmiştir. Başlangıçta (0. gün) %2.0458 olarak ölçülen nem oranı, 19. gün sonunda %3.3021 seviyesine ulaşmıştır. Sertlikte gözlemlenen azalma ile birlikte nem oranındaki bu artış, sakız örneklerinin çevresel koşullardan nem absorbe ettiği ve bunun sonucunda daha yumuşak bir yapıya dönüştüğü değerlendirilmiştir. Bu durumun, ürünün yapısal dayanımını olumsuz etkilediği belirlenmiştir. Elde edilen bu veriler, ürünün raf ömrü süresince doku özelliklerinde önemli ölçüde değişiklik meydana geldiğini ve formülasyonda kullanılan bileşenlerin higroskopik özelliklerinin nihai ürün kalitesi üzerinde doğrudan etkili olduğunu ortaya koymuştur.

Farklı formülasyonlarla üretilen şekerli şerit sakız örneklerine ait, depolama süresi boyunca gerçekleştirilen sertlik (Newton cinsinden) ölçümleri aşağıda sunulmuştur. Her bir deneme setine ait sakız örnekleri, 1., 7., 30., 60. ve 90. günlerde tekstürel analizlere tabi tutulmuştur. Elde edilen bulgular, zamanla ürünlerin mekanik dayanımlarında meydana gelen değişimleri ortaya koymuştur. Özellikle partikül boyutu dağılımı ve formülasyonda kullanılan bileşenlerin sertlik parametresi üzerindeki etkisinin değerlendirilmesi açısından bu veriler önemli çıktılar sağlamıştır. Tablo 4.8 ve Şekil 4.23’de, her bir deneme setine ait farklı günlerde ölçülen sertlik değerleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Tablo 4.8’de, CWG kodlu farklı deneme setleri ile üretilmiş şekerli şerit sakız örneklerine ait tekstürel özelliklerden biri olan sertlik (kuvvet, N) değerleri, 1., 7., 30., 60. ve 90. günlerde gerçekleştirilen ölçümlerle elde edilen bulgular doğrultusunda verilmiştir. Bu

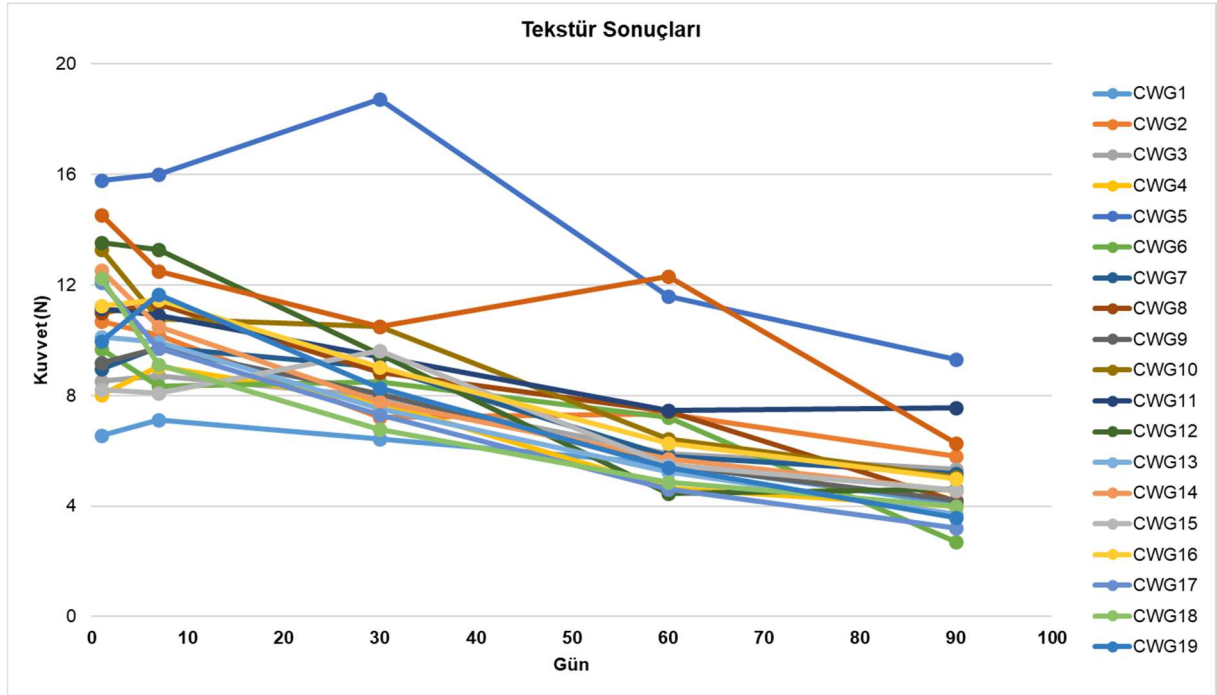
analizler sonucunda, depolama süresinin ilerlemesiyle birlikte sakız örneklerinin mekanik dayanımlarında önemli değişikliklerin meydana geldiği tespit edilmiştir.

Tablo 4.8. Farklı deneme setleriyle üretilen şekersiz şerit sakız örneklerine ait depolama süresine bağlı sertlik (Newton) değişimleri (1–90 gün)

Deneme Seti No *	Depolama Süresi (gün)				
	1	7	30	60	90
CWG1	6.55	7.13	6.44	5.52	4.09
CWG2	10.70	10.17	7.20	7.34	5.81
CWG3	8.53	8.71	7.97	5.89	5.34
CWG4	8.03	9.06	7.74	4.63	4.00
CWG5	15.8	16.01	18.72	11.60	9.31
CWG6	9.69	8.33	8.50	7.21	2.69
CWG7	8.95	9.75	9.03	5.80	5.19
CWG8	11.01	11.3	8.84	7.42	4.17
CWG9	9.17	9.72	8.07	5.48	4.22
CWG10	13.28	10.79	10.50	6.43	5.06
CWG11	11.16	10.89	9.41	7.46	7.55
CWG12	13.54	13.28	9.49	4.46	4.62
CWG13	10.12	9.94	7.51	5.24	3.71
CWG14	12.54	10.51	7.77	5.72	4.55
CWG15	8.20	8.10	9.62	5.50	4.59
CWG16	11.25	11.46	9.02	6.26	5.00
CWG17	12.10	9.70	7.30	4.61	3.21
CWG18	12.26	9.12	6.76	4.87	3.98
CWG19	9.96	11.65	8.27	5.41	3.58
CWG20	14.53	12.51	10.50	12.30	6.27

* CWG: Chewing gum (Sakız)

Tüm deneme setlerinde depolama süresine bağlı olarak sertlik değerlerinde azalma eğilimi gözlemlenmiştir. Bu durumun, çevresel koşulların -özellikle de ortam neminin- etkisiyle ürünün çevreden su absorbe etmesi sonucunda daha yumuşak bir yapı kazandığını ve çiğneme direncinin azaldığını göstermektedir. Örneğin, CWG5 numaralı deneme setine ait sertlik değeri 1. günde 15.80 N olarak belirlenmiş, 30. günde 18.72 N’ye kadar artış göstermiş; ancak 90. gün sonunda bu değer 6.20 N’ye kadar düşmüştür. Benzer şekilde, CWG20 setinde başlangıçta 14.53 N olarak ölçülen sertlik değeri, 30. günde 12.30 N olarak kaydedilmiş ve 90. gün sonunda 6.27 N’ye gerilemiştir.



Şekil 4.23. Farklı deneme setleriyle üretilen şekerless şerit sakız örneklerinin depolama süresine bağlı olarak değişen sertlik (kuvvet, N) değerlerinin karşılaştırmalı grafiği

Bu veriler, formülasyon kaynaklı başlangıç farklılıklarına rağmen tüm setlerde benzer bir eğilim izlendiğini ve sertlik parametresinin zamanla önemli ölçüde azaldığını ortaya koymuştur. Elde edilen bulgular, şekerless şerit sakız formülasyonlarının raf ömrü boyunca yapısal stabilitelerini etkileyen önemli bir faktörün nem absorpsiyonu olduğunu desteklemektedir.

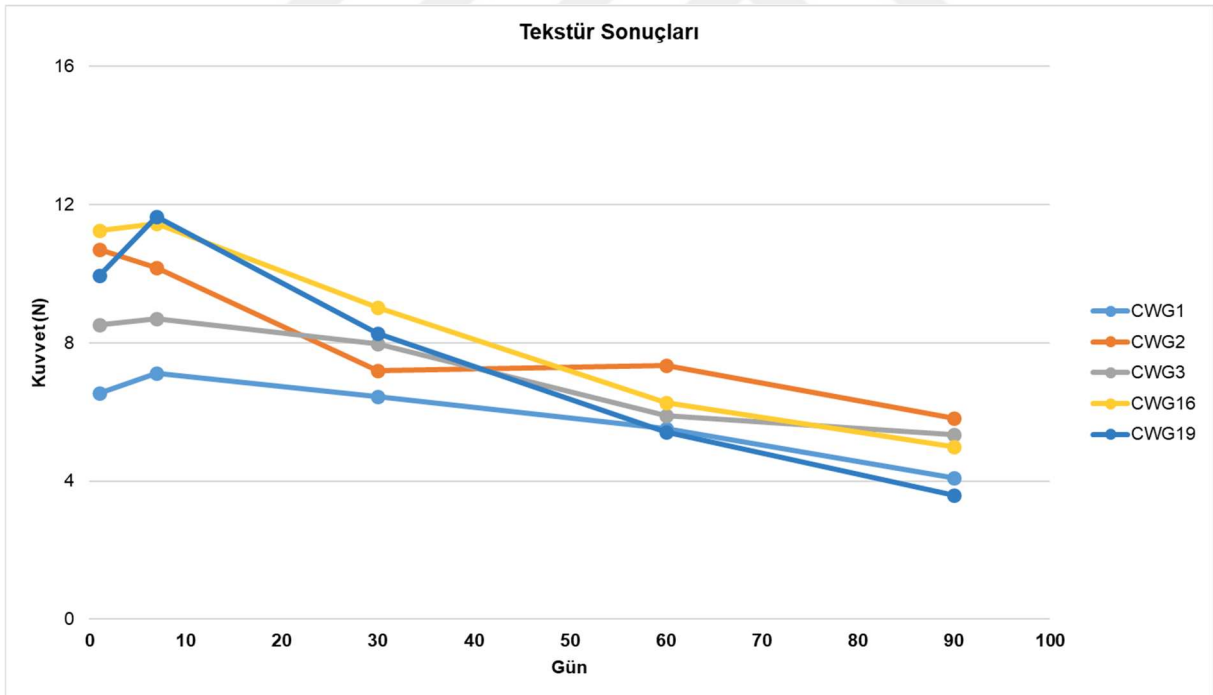
Bazı deneme setlerinde ise nispeten daha düşük başlangıç sertliği ve buna paralel olarak daha hızlı yumuşama eğilimi gözlemlenmiştir. Örneğin, CWG6 numaralı örneğin 1. gündeki sertlik değeri 9.69 N olarak ölçülmüş, bu değer 90. gün sonunda 2.69 N'ye kadar gerilemiştir. Elde edilen bu bulgular, formülasyonda yer alan bileşenlerin higroskopik özelliklerinin, partikül boyutu dağılımının ve matris yapısının, ürünün uzun dönem fiziksel dayanımı üzerinde belirleyici rol oynadığını göstermiştir.

Buna ek olarak, bazı örneklerde (örneğin CWG5 ve CWG20) 30. güne kadar sertlik değerlerinde artış kaydedilmiştir. Bu geçici artışın, su aktivitesinin kısa süreli dengelenmesi ya da polimer matrisin depolamanın erken evresinde yapısal olarak sıkılaşmasıyla ilişkili

olabileceği kanısına varılmıştır. Ancak bu artışın kalıcı olmadığı, 60. günden itibaren tüm örneklerde sertlik değerlerinde belirgin düşüşlerin meydana geldiği tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, elde edilen bulgular, şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılan formülasyonların, özellikle partikül boyutu dağılımı ve bileşenlerin higroskopisite özellikleri açısından dikkatle optimize edilmesi gerektiğini ortaya koymuştur. Bu parametrelerin, ürünün raf ömrü boyunca tekstürel stabilitesi üzerinde doğrudan etkili olduğu değerlendirilmiştir. Bu nedenle, uzun süreli kalite korunumu hedeflenen ürün tasarımlarında, nem dengesine karşı dirençli bir yapı oluşturulması kritik öneme sahiptir.

Şekil 4.24’de, aynı partikül boyutu dağılımına ve yığın yoğunluğu (bulk density) özelliklerine sahip beş farklı şekersiz şerit sakız örneği (CWG1, CWG2, CWG3, CWG16 ve CWG19) için, depolama süresine bağlı olarak ölçülen sertlik (kuvvet, N) değerleri gösterilmiştir.



Şekil 4.24. Aynı partikül boyutu dağılımı ve yoğunluk özelliklerine sahip farklı deneme setleriyle üretilen şekersiz şerit sakız örneklerinin depolama süresine bağlı olarak değişen sertlik (kuvvet, N) değerleri.

Bu deneme setleri, partikül özelliklerinin sabit tutulduğu koşullar altında, formülasyonda yer alan diğer bileşenlerin ve depolama süresinin sertlik parametresi üzerindeki etkilerini karşılaştırmalı olarak değerlendirmek amacıyla oluşturulmuştur. Ölçümler, belirli zaman aralıklarında gerçekleştirilmiş ve elde edilen veriler, ürünün zamanla gösterdiği mekanik davranıştaki farklılıkların izlenmesine olanak sağlamıştır.

Genel olarak, tüm deneme setlerinde depolama süresinin ilerlemesiyle birlikte sertlik değerlerinde azalma eğilimi gözlemlenmiştir. Bu durum, ürünlerin zamanla çevresel nemi absorbe etmesi sonucunda yapısal dayanımlarının zayıflamasıyla ilişkilendirilmiştir. Ancak, başlangıç sertliği ve sertlikteki düşüş hızları bakımından deneme setleri arasında belirgin farklılıklar tespit edilmiştir.

CWG1 numaralı örnek, 1. günde 6.55 N ile en düşük başlangıç sertliğine sahip deneme seti olmuştur. 7. günde 7.13 N ile hafif bir artış kaydedilmiş, ancak takip eden süreçte sertlik değeri azalarak 90. gün sonunda 4.09 N'ye kadar gerilemiştir. Bu durum, örneğin başlangıçta daha az kompakt ve gözenekli bir yapıya sahip olduğunu göstermiştir.

Benzer şekilde, CWG2 örneği 1. günde 10.70 N başlangıç sertliği göstermiştir. 30. gün itibarıyla sertlikte azalma (7.20 N) kaydedilmiş olsa da, 60. günde 7.34 N değeriyle kısa süreli bir toparlanma eğilimi gözlemlenmiştir. Bu geçici artışın, ürün matrisinin çevresel koşullarla nem dengesine ulaşması sonucu oluşan geçici bir stabilizasyon evresiyle ilişkili olabileceği düşünülmektedir. 90. gün sonunda ise sertlik 5.81 N'ye düşerek genel azalma eğilimini sürdürmüştür.

CWG3 örneğinde ise başlangıç sertlik değeri 8.53 N olarak ölçülmüş; zamanla düzenli ve dengeli bir azalma eğilimi izlenmiş ve 90. gün itibarıyla bu değer 5.34 N'ye ulaşmıştır. Bu sonuçlar, ilgili örneğin daha gözenekli, nemi daha kontrollü absorbe eden ve stabil bir matris yapısına sahip olabileceğini göstermiştir.

CWG16 deneme seti, 1. günde yaklaşık 11.25 N ile en yüksek başlangıç sertlik değerlerinden birine sahip olmuştur. 7. günde bu değer 11.46 N'ye yükselerek kısa süreli bir artış göstermiştir. Bu artış, matris yapısının erken dönemde sıkılaşması veya sınırlı nem

absorbsiyonu ile açıklanmıştır. Ancak ilerleyen günlerde sertlikte kademeli bir azalma gerçekleşmiş ve 90. gün sonunda değer 5.00 N seviyesine gerilemiştir.

CWG19 seti ise 7. günde 11.65 N ile maksimum sertlik değerine ulaşmıştır. Ancak sonraki dönemlerde bu değer düzenli olarak azalmış ve 90. günde 3.58 N ile tüm örnekler arasında en düşük sertlik seviyelerinden birine gerilemiştir. Bu sonuç, CWG19 örneğinin nem absorpsiyonuna karşı daha duyarlı bir yapıya sahip olabileceğini düşündürmektedir.

Sonuç olarak, partikül boyutu dağılımı ve yığın yoğunluğu değerleri sabit tutulmuş olmasına rağmen, bu beş deneme seti arasında gözlemlenen sertlik farklılıklarının, formülasyonda yer alan diğer bileşenlerin higroskopik özellikleri ile proses koşullarından kaynaklandığı belirlenmiştir. Tüm örneklerde zamanla sertlikte meydana gelen düşüşler, ürünün raf ömrü boyunca istenen doku özelliklerini sürdürebilmesi için formülasyonun bu değişkenler dikkate alınarak optimize edilmesi gerektiğini ortaya koymuştur.

Deneyisel çalışmaların daha sağlıklı bir şekilde yorumlanabilmesi ve araştırma sürecinin doğru bir şekilde yönlendirilebilmesi amacıyla, piyasada yaygın olarak bulunan çeşitli şekerli sakız örnekleri temin edilmiş ve bu örnekler üzerinde kapsamlı analizler gerçekleştirilmiştir (Tablo 4.9). Özellikle tekstürel özellikler üzerine odaklanılarak, hedeflenen ürünün sahip olması gereken sertlik düzeyinin hangi aralıkta bulunması gerektiği belirlenmeye çalışılmıştır.

Bu amaçla, mevcut literatürde tekstürel özelliklere ilişkin verilerin oldukça sınırlı olması nedeniyle, piyasadaki elde edilen veriler referans alınarak geliştirilmekte olan deneyisel ürünlerin tekstürel parametreleri belirli sınırlar içerisinde tutulmuştur. Elde edilen bu bulguların, ilerleyen aşamalarda gerçekleştirilecek duyu analizleriyle desteklenmesi planlanmıştır; böylece hedef ürün profilinin hem fiziksel hem de tüketici algısına yönelik nitelikleriyle daha bütüncül bir şekilde değerlendirilebilmesi amaçlanmıştır.

Tekstürel analiz sonuçları değerlendirildiğinde, ürünlerin üretim tarihleri ve saklama koşulları da göz önünde bulundurularak, hedeflenen sertlik aralığının 10–12 N arasında olması gerektiği sonucuna varılmıştır. Bu aralığın, hem piyasada bulunan benzer ürünlerle yapısal uyumluluk göstermesi hem de tüketici tarafından tercih edilen çiğneme özelliklerinin sağlanması açısından uygun olduğu belirlenmiştir. Belirlenen bu sertlik aralığı, ürün

formülasyonlarının yönlendirilmesinde ve kalite kontrol kriterlerinin oluşturulmasında temel bir referans olarak dikkate alınmıştır.

Tablo 4.9. Farklı markalara ait şekersiz şerit sakız ürünlerinin üretim tarihi, kalınlık, tekstür sonucu ve içerikleri

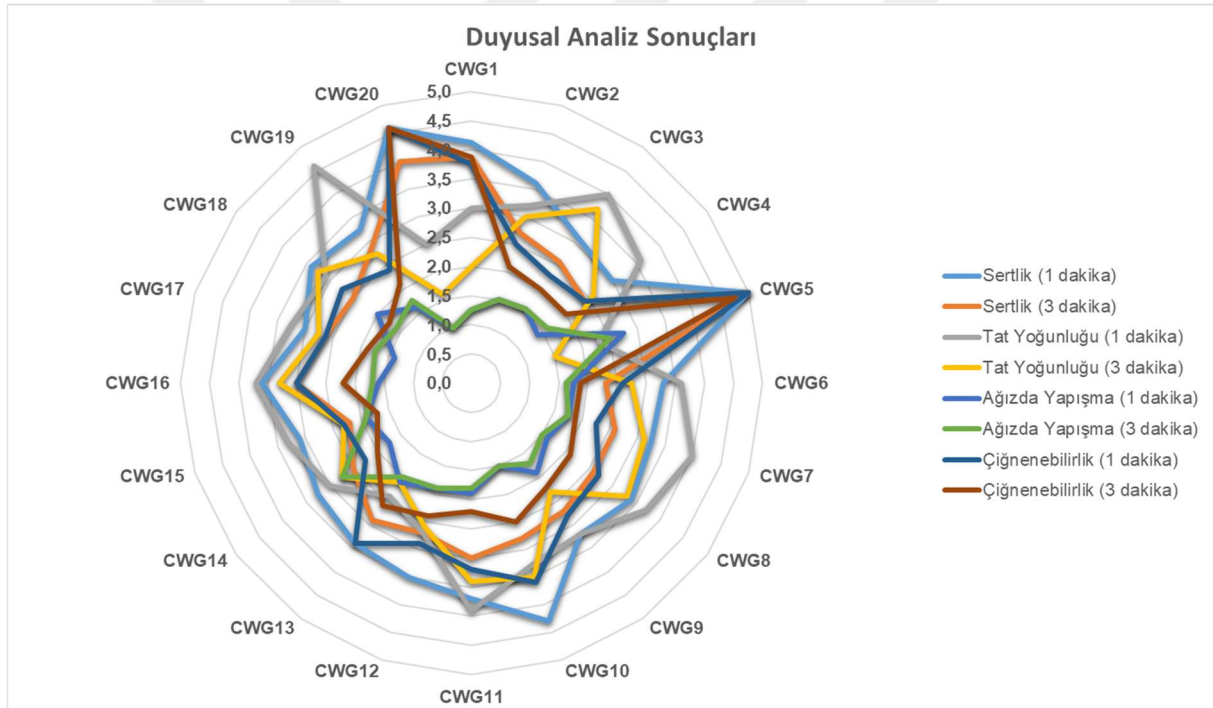
Marka / Ürün	Üretim Tarihi	Kalınlık (mm)	Tekstür (N)	İçerik
Vivident Xylit	21.10.2022	2.1	6.9	Tatlandırıcılar (Sorbitol, Maltitol, Ksilitol, Asesülfam K, Aspartam), Sakız Mayası, Gliserol, Aroma Vericiler, Lesitin, Antioksidan (BHT)
First (Küçük Şerit)	17.04.2023	2.8	13.6	Tatlandırıcı (Sorbitol, Maltitol), Aspartam, Asesülfam K, Sakız Mayası, Gliserol, Aroma vericiler, Lesitinler
First (Büyük Şerit)	13.10.2022	1.7	19.0	Tatlandırıcılar (Sorbitol, Maltitol, Ksilitol, Asesülfam K, Aspartam, Mannitol), Sakız Mayası, Gliserol, Triasetin, Aroma vericiler, Lesitin, Asetik Asit Esterleri
Çin Sakızı	31.12.2019	1.6	21.0	Tatlandırıcılar (Sükroz, Asesülfam K, Sükruloz), Modifiye Nişasta, Sakız Mayası, Aroma Vericiler
Lotte (Spearmint)	3.11.2021	1.8	29.0	Sükroz, Glikoz Şurubu, Aroma vericiler, Sakız Mayası, Oolong Çay Özütü
Lotte (Blueberry)	4.12.2021	1.7	19.0	Tatlandırıcılar (Sükraloz, Asesülfam K, Aspartam), Sükroz, Glikoz Şurubu, Sakız Mayası, Oolong Çay Özütü, Aroma Vericiler
Bebeto	25.02.2017	2.8	16.0	Tatlandırıcılar (Sorbitol, Ksilitol, Maltitol, Mannitol, Sukraloz), Sakız Mayası, Gliserin, Aroma Vericiler, Malik Asit, Sitrik Asit, Lesitin, Karpuz Tozu

Sonuç olarak, deneme desenine ilişkin çalışmalar ile tekstürel analiz bulguları birlikte değerlendirilmiş ve bu kapsamda belirlenen uygun partikül boyutu dağılımı ile yığın yoğunluğu (bulk density) parametreleri doğrultusunda elde edilen ürünlerin, hedeflenen fiziksel özelliklere başarıyla ulaştığı tespit edilmiştir. Bu bulgular, formülasyon optimizasyonunun deneysel tasarımıyla uyumlu şekilde yürütüldüğünü ve ürün performansının öngörülen kalite kriterlerini karşıladığını ortaya koymuştur.

4.8. Organoleptik Testler

Duyusal deęerlendirmeler, ařaęıda belirtilen kriterler doęrultusunda sistematik bir biimde gerekleřtirilmiřtir. Bu kapsamda, řerit sakız rnekleri farklı ięneme sreleri (1. dakika ve 3. dakika) boyunca deęerlendirilmiř; analizler, sertlik, tat yoęunluęu, aęızda yapıřma ve ięnenebilirlik gibi temel duyusal parametreler zerinden yrtlmřtir.

Elde edilen veriler, řekil 4.25 ve Tablo 4.10’da yer alan radar (rmcek aęı) grafięi aracılıęıyla grselleřtirilmiřtir. Sz konusu grafik, her bir duyusal zellięin zamana baęlı olarak nasıl deęiřim gsterdięini ortaya koymakta ve farklı rnekler arasında duyusal aıdan oluřan farklılıkların karřılařtırmalı olarak deęerlendirilmesine olanak saęlamaktadır.



řekil 4.25. Deneysel tasarıma gre řekersiz řerit sakız rneklerinin 1 ve 3 dakikalık ięneme srelerine gre duyusal zelliklerinin (sertlik, tat yoęunluęu, aęızda yapıřma ve ięnenebilirlik) radar grafięi

řekil 4.25’in incelenmesiyle de grlebileceęi zere, her bir duyusal zellięe ait 1. ve 3. dakikalardaki deęerler karřılařtırmalı olarak deęerlendirilmiř ve sakız rneklerinin ięneme sresine baęlı olarak gsterdięi performans detaylı biimde analiz edilmiřtir. Bu karřılařtırmalar aracılıęıyla, rnlerin zamanla nasıl bir duyusal deęiřim geirdięi ortaya

konmuş; tüketici deneyimini doğrudan etkileyen temel parametreler sistematik olarak değerlendirilmiştir.

Tablo 4.10. Deneysel tasarıma göre şekerli şerit sakız örneklerinin 1 ve 3 dakikalık çiğneme sürelerine göre duyu özellikleri (sertlik, tat yoğunluğu, ağızda yapışma ve çiğnenebilirlik)

Deneme Seti No *	Sertlik		Tat Yoğunluğu		Ağızda Yapışma		Çiğnenebilirlik	
	1. dk	3. dk	1. dk	3. dk	1. dk	3. dk	1. dk	3. dk
CWG1	4.13	3.88	3.00	2.00	1.25	1.25	3.75	3.88
CWG2	3.60	2.70	3.20	3.00	1.50	1.50	2.50	2.10
CWG3	3.10	2.57	4.00	3.70	1.57	1.57	2.28	2.00
CWG4	3.00	2.40	3.60	2.60	1.40	1.60	2.40	2.00
CWG5	5.00	5.00	2.30	1.50	2.75	2.50	5.00	4.75
CWG6	3.30	2.30	3.60	2.75	1.75	1.63	2.60	1.88
CWG7	3.25	2.60	4.00	3.13	1.75	1.75	2.25	1.88
CWG8	3.40	2.60	3.70	3.30	1.60	1.50	2.70	2.10
CWG9	3.20	2.70	3.20	2.30	1.90	1.70	2.80	2.20
CWG10	4.30	2.80	3.30	3.50	1.50	1.50	3.60	2.50
CWG11	3.70	3.00	3.90	3.40	1.90	1.80	3.20	2.20
CWG12	3.50	2.70	2.70	2.60	1.90	1.90	2.90	2.40
CWG13	3.40	2.90	2.40	2.10	2.10	2.00	3.40	2.60
CWG14	3.25	2.50	3.00	2.75	1.75	2.75	2.25	2.00
CWG15	3.10	2.20	3.30	2.30	1.90	1.90	2.30	1.70
CWG16	3.60	3.00	3.70	3.30	1.60	1.70	3.00	2.20
CWG17	3.00	2.63	3.25	2.75	1.38	1.75	2.63	1.88
CWG18	3.40	2.50	3.10	3.25	2.00	1.60	2.75	1.75
CWG19	3.25	2.90	4.60	2.75	1.60	1.75	2.40	2.10
CWG20	4.60	4.00	2.50	1.60	1.00	1.00	4.60	4.60

* CWG: Chewing gum (Sakız)

Radar grafik analizine göre (Şekil 4.25), her bir duyu parametrenin grafikte daha geniş bir alan kaplaması, ilgili özelliğin performans açısından daha yüksek düzeyde değerlendirildiğini göstermektedir. Bu görselleştirme, örnekler arasında duyu üstünlüklerin ve zayıflıkların kolaylıkla ayırt edilmesini sağlamış ve çiğneme süresine bağlı olarak ürün performansının hangi yönlerde değiştiğine ilişkin bütüncül bir bakış sunmuştur.

Radar grafik analizine ilişkin deęerlendirmeler ařaęıda zetlenmiřtir:

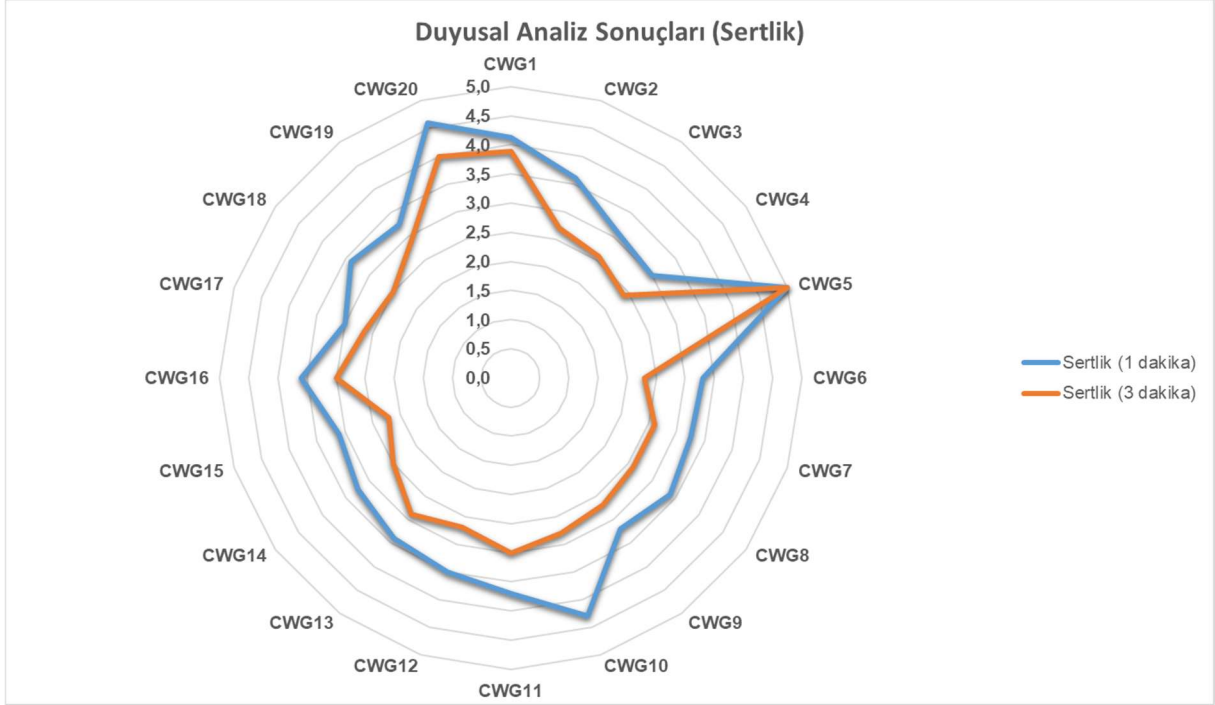
1. **Sertlik** parametresi nceliklendirildięinde, 3. dakikaya ait mavi izginin en geniř alanı kapsadıęı ve bu baęlamda ilgili rneęin en yksek sertlik performansını sergiledięi belirlenmiřtir. Bu durum, rnn ięneme sresi boyunca yapısal btnlęn daha uzun sre koruyabildięini gstermektedir. Sertlik, ięneme sreci boyunca kademeli olarak azalma eęilimi gstermektedir.
2. **Tat yoęunluęu** aısından deęerlendirildięinde, 1. dakikaya ait turuncu izginin daha yksek dzeyde performans gsterdięi saptanmıřtır. Bu bulgu, tat salınımının ięneme bařlangıcında daha yoęun olduęunu ve zamanla azaldıęını ortaya koymaktadır.
3. **Aęızda yapıřma** parametresi bakımından, yeřil izgilerin daha dar alanlar kaplaması, dřk yapıřkanlık dzeylerini iřaret etmiř ve bu durum tketicici tercihleri aısından olumlu bir zellik olarak deęerlendirilmiřtir.
4. **ięnenebilirlik** aısından ise, kahverengi izgilerin grafikte geniř alanlara yayılması, rnn ięneme sresince dengesini koruduęunu ve bu duysal zellięin bařarılı bir řekilde saęlandıęını gstermiřtir.

Bu bulgular doęrultusunda, rn formlasyonlarının tketicici beklentileri ve duysal performans parametreleri doęrultusunda optimize edilebileceęi deęerlendirilmiřtir. Ayrıca, pazardaki farklı tketicici segmentlerine hitap edebilecek nitelikte ideal řerit sakız prototiplerinin geliřtirilebileceęi sonucuna ulařılmıřtır.

4.8.1. řekersiz Sakızın (řerit) Tat Paneli Sertlik Sonuları

Tat paneli aracılıęıyla gerekleřtirilen duysal analiz alıřmasında, farklı sakız rneklerinin ięneme sresine baęlı olarak algılanan sertlik deęiřimleri incelenmiřtir (řekil 4.26). Bu kapsamda, panelistler tarafından 1. ve 3. dakikalarda algılanan sertlik dzeyleri karřılařtırmalı olarak deęerlendirilmiř ve zamanla rnlerde meydana gelen tekstrel farklılıklar ortaya konmuřtur.

Sertlik, sakızın çiğneme sırasındaki mekanik direncini ve yapısal bütünlüğünü ifade etmekte olup, tüketici memnuniyeti açısından kritik bir duyuşal parametredir.



Şekil 4.26. Çiğneme süresine bağı olarak sakız örneklerinin sertlik deęerlerinin deęişimi (1. ve 3. dakika)

Farklı sakız örneklerine ait sertlik deęerleri karşılaştırıldığında aşığıdaki bulgular elde edilmiştir:

- Genel eğilim doęrultusunda, 3. dakikada sertlik deęerlerinde birçok örnekte azalma gözlemlenmiştir. Bu azalma, çiğneme süreci boyunca ürün matrisinin yumuşaması ve bazı bileşenlerin çözünmesiyle açıklanabilir.
- Bununla birlikte, bazı örneklerde (örneğin CWG5) sertlik deęerinin zamanla sabit kaldığı belirlenmiştir; bu örnekte 1. ve 3. dakikada sertlik deęeri 5.00 olarak deęerlendirilmiştir.
- Sertlik açısından öne çıkan örnekler aşığıda özetlenmiştir:
 - CWG5: 1. dakika – 5.00, 3. dakika – 5.00
En yüksek ve sabit sertlik deęeri.
 - CWG20: 1. dakika – 4.60, 3. dakika – 4.00

Yüksek başlangıç sertliği, ılımlı azalma.

- CWG1: 1. dakika – 4.13, 3. dakika – 3.88

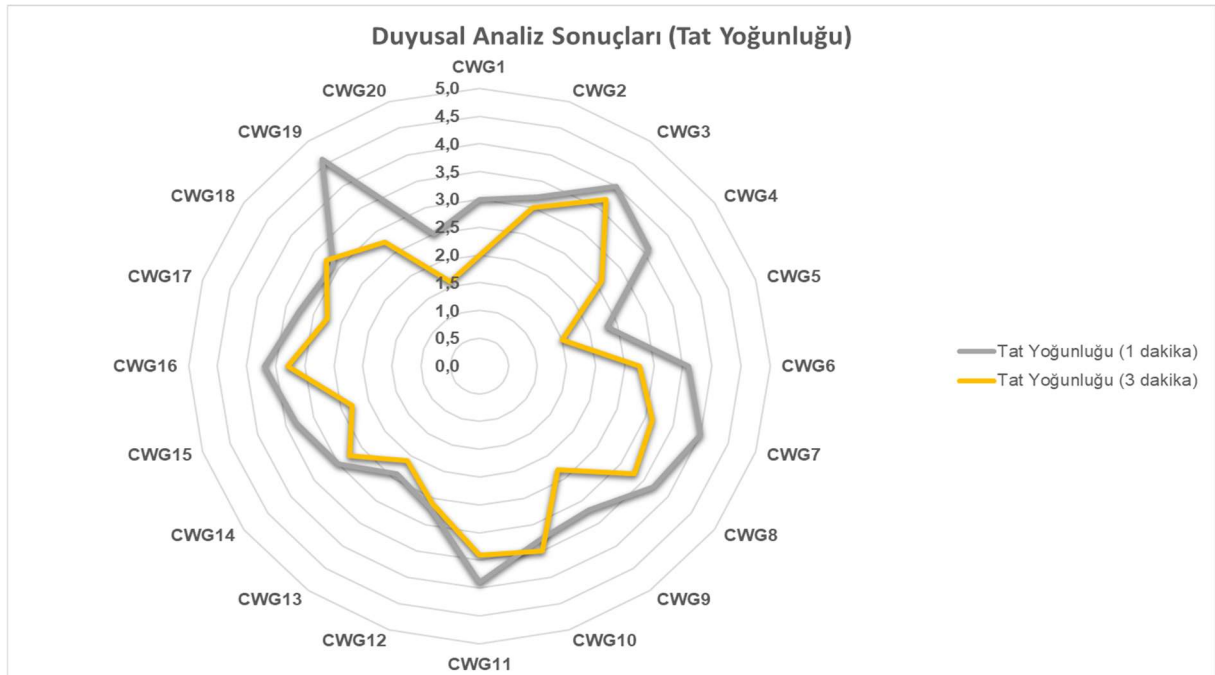
Görece yüksek ve dengeli sertlik düzeyi.

- En düşük sertlik değerleri ise CWG14 ve CWG15 numaralı örneklerde kaydedilmiştir.

Yapılan duyuşal değerdendirme sonuçlarına göre, sertlik performansı açısından en uygun örnek CWG5 olarak belirlenmiştir. Bu örneğın her iki çığneme süresi boyunca sabit ve istenilen düzeyde sertlik puanı alması (5.00 puan), çığneme süresince yapısal dayanımını koruduğunu ve hedeflenen kıvam profilinde kaldığını göstermektedir.

4.8.2. Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Tat Yoğunluğu Sonuçları

Tat paneli aracılığıyla gerçekleştirilen duyuşal analiz çalışmasında, farklı sakız örneklerinin çığneme süresine bağılı olarak algılanan tat yoğunluğu değışimleri incelenmiştir (Şekil 4.27). Bu kapsamda, her bir örneğın 1. ve 3. dakikadaki tat yoğunluğu değeri karşılaştırmalı olarak değerdendirilmiş; böylece çığneme sürecinin, ürünün tat salınım profili üzerindeki etkisi ortaya konmuştur.



Şekil 4.27. Çığneme süresine bağılı olarak sakız örneklerinin tat yoğunluğu değeri değışimi (1. ve 3. dakika)

Tat paneli ile yapılan duyuusal analiz sonuçlarına göre, çiğneme süresinin ilk (1. dakika) ve üçüncü (3. dakika) dakikalarında elde edilen tat yoğunluğu verileri değerlendirilmiştir. Panelistler tarafından yapılan değerlendirmeler, her bir deneme seti için tat yoğunluğunun zaman içerisindeki değişimini ortaya koymaktadır.

Farklı sakız örneklerine ait tat yoğunluğu değerleri karşılaştırmalı olarak incelendiğinde, aşağıdaki bulgular elde edilmiştir:

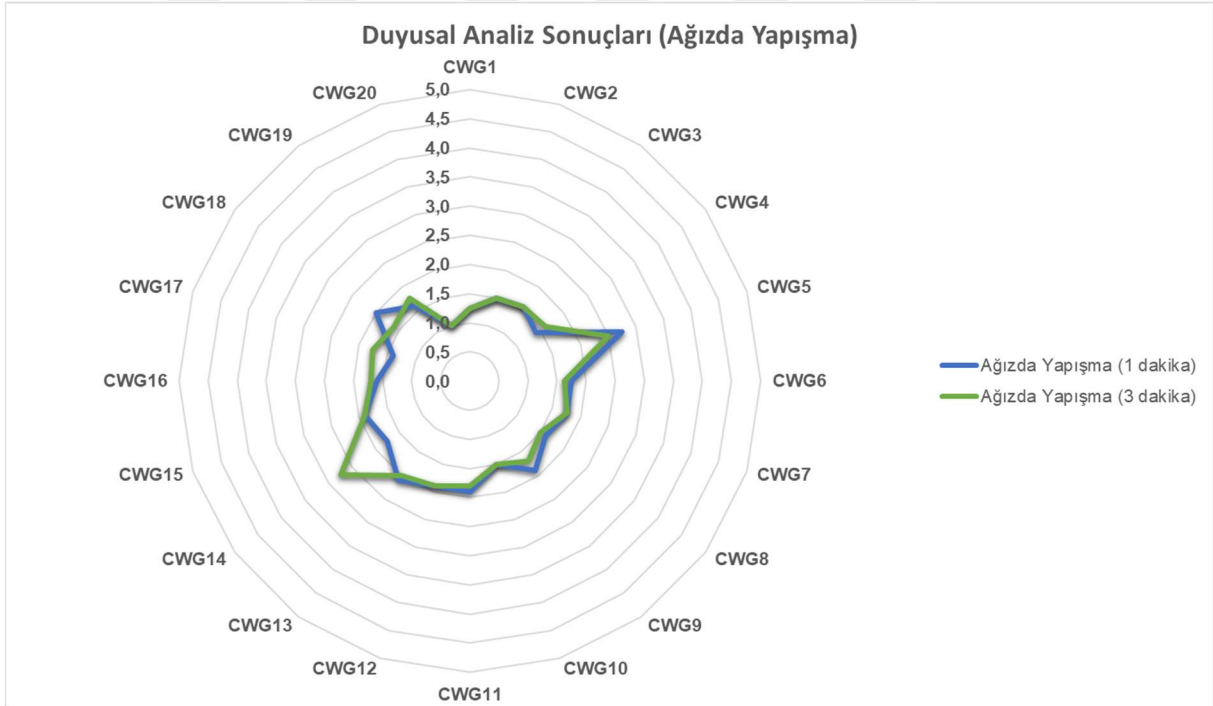
- Tat yoğunluğunun, birçok örnekte 3. dakikada azaldığı tespit edilmiştir. Bu durumun, tat veren bileşenlerin çiğneme süreci boyunca ağız ortamında çözünerek zamanla azalmasıyla ilişkili olduğu değerlendirilmiştir.
- CWG3, CWG1, CWG11 ve CWG19 numaralı örneklerin, 1. dakikada yüksek tat yoğunluğu değerlerine sahip olduğu ve 3. dakikada da bu değerleri görece yüksek düzeyde koruyabildikleri belirlenmiştir.
- Özellikle CWG3 numaralı sakız örneği, 1. dakikada 4.00, 3. dakikada ise 3.70 değeriyle tat yoğunluğu açısından en iyi performansı gösteren örnek olarak öne çıkmıştır. Bu durum, ilgili örneğin tat salınımını çiğneme süresi boyunca en istikrarlı şekilde sürdürebildiğini göstermiştir.
- CWG1 numaralı örnek de benzer bir eğilim sergilemiş; 1. dakikada 3.00, 3. dakikada ise 2.00 değeri ile orta düzeyde bir tat yoğunluğu performansı göstermiştir.
- En düşük tat yoğunluğu değerleri, CWG13, CWG14 ve CWG20 numaralı örneklerde kaydedilmiştir. Bu durum, söz konusu örneklerin tat bileşenlerinin salınım kapasitesinin sınırlı olduğu veya formülasyonda kullanılan aromatik maddelerin düşük konsantrasyonda bulunduğu şeklinde yorumlanmıştır.

Tat yoğunluğu açısından gerçekleştirilen duyuusal değerlendirme sonuçlarına göre, CWG3 numaralı sakız örneği, hem başlangıç hem de 3. dakikadaki algılanan değerler dikkate alındığında, en yüksek ve en istikrarlı tat yoğunluğunu koruyan örnek olarak belirlenmiştir. Tat bileşenlerinin salınım süreci boyunca etkin bir şekilde ağız ortamına aktarılması, bu örneğin

duyusal performansını destekleyen temel unsur olarak değerlendirilmiştir. Elde edilen bulgular, CWG3 numaralı örneğin tat salınım süresi ve yoğunluğu bakımından üstün bir formülasyon özelliğine sahip olduğunu ortaya koymuştur.

4.8.3. Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Ağızda Yapışma Sonuçları

Tat paneli aracılığıyla gerçekleştirilen duyusal analiz çalışmasında, farklı sakız örneklerinin çiğneme süresine bağlı olarak algılanan ağızda yapışma özellikleri incelenmiştir (Şekil 4.28). Bu kapsamda, her bir örneğe ait 1. ve 3. dakikalardaki ağızda yapışma değerleri karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiş; böylece çiğneme sürecinin, ürünün yapışkanlık hissi üzerindeki etkisi ortaya konmuştur.



Şekil 4.28. Çiğneme süresine bağlı olarak sakız örneklerinin ağızda yapışma değerlerinin değişimi (1. ve 3. dakika)

Panelistler tarafından yapılan değerlendirmeler sonucunda, çiğneme süresi uzadıkça bazı örneklerde ağızda yapışma hissinde artış, bazı örneklerde ise azalma eğilimi gözlemlenmiştir. Ağızda yapışma hissi, değerlendirme skalasında “0.00” değeri ile düşük yapışma, “5.00” değeri ile ise yüksek yapışma olarak ifade edilmektedir. Sakız ürünlerinde

ağızda yapışma, tüketici konforunu olumsuz etkileyen ve istenmeyen bir özellik olarak değerlendirilmektedir.

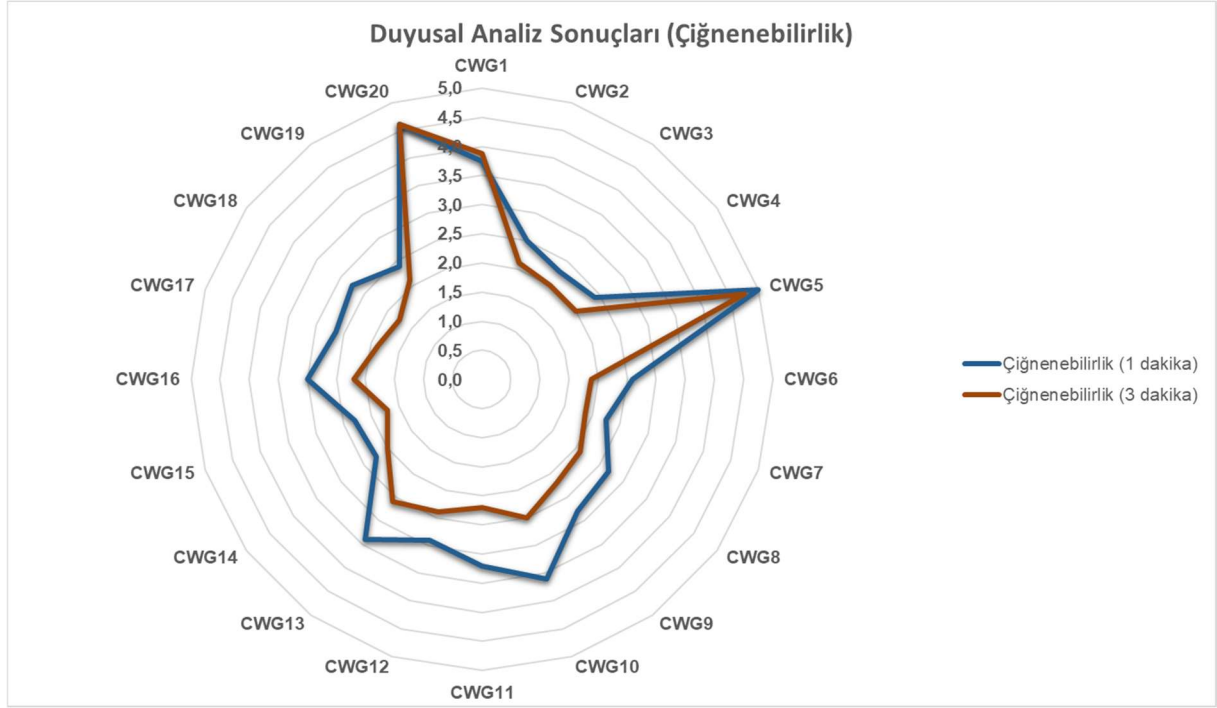
Farklı sakız örneklerinin ağızda yapışma değerleri karşılaştırıldığında şu bulgular elde edilmiştir:

- CWG20 numaralı örnek, hem 1. dakikada hem de 3. dakikada 1,00 değeri ile ağızda yapışma bakımından en düşük skora sahip olmuş ve bu parametre açısından en iyi performansı gösteren örnek olarak belirlenmiştir.
- CWG1, CWG2, CWG4, CWG11, CWG12 ve CWG18 numaralı örneklerde ağızda yapışma düzeylerinin düşük seviyelerde sabit kaldığı veya yalnızca hafif düzeyde artış gösterdiği tespit edilmiştir.
- Öte yandan, bazı örneklerde (örneğin CWG5, CWG13 ve CWG14) çiğneme süresinin ilerlemesiyle birlikte 3. dakikada yapışkanlık hissinde artış meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu durumun, zamanla sakız matrisinin yumuşaması ve içeriğinde bulunan polimer yapıların çözünürlüğünde artış yaşanmasıyla ilişkili olabileceği değerlendirilmiştir.

Yapılan bu duyuşsal analiz sonuçlarına göre, CWG20 numaralı sakız örneđi, hem başlangıçta hem de çiğneme süresi sonunda en düşük yapışma değerine sahip olması nedeniyle ağızda yapışma açısından en başarılı örnek olarak tanımlanmıştır. Bu durum, ürünün matris stabilitesinin yüksek olduğunu ve çiğneme süresince istenmeyen yapışkanlık hissi oluşturmadađını göstermektedir.

4.8.4. Şekersiz Sakızın (Şerit) Tat Paneli Çiğnenebilirlik Sonuçları

Tat paneli aracılığıyla gerçekleştirilen duyuşsal analiz çalışmasında, farklı sakız örneklerinin çiğneme süresine bađlı olarak çiğnenebilirlik deđişimleri incelenmiş (Şekil 4.29.) ve 1. ile 3. dakikadaki algılanan çiğnenebilirlik deđerleri karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.29. Çiğneme süresine bağlı olarak sakız örneklerinin çiğnenebilirlik değerlerinin değişimi (1. ve 3. dakika)

Panelistler tarafından bildirilen skorlar, ürünlerin çiğneme süresi boyunca yapısal bütünlüklerini ne ölçüde koruduklarını ve kullanıcıya sağladıkları çiğneme deneyiminin kalitesini ortaya koymuştur.

Farklı sakız örneklerine ait çiğnenebilirlik değerleri incelendiğinde şu bulgular tespit edilmiştir:

- Genel olarak, örneklerin çoğunda 3. dakikada çiğnenebilirlik skorlarında hafif düşüşler gözlemlenmiştir. Bu durum, zamanla ürün matrisinin mekanik olarak yumuşaması ve buna bağlı olarak çiğneme direncinin azalmasıyla açıklanmıştır.
- CWG5 ve CWG20 numaralı örneklerin, her iki zaman noktasında da yüksek çiğnenebilirlik değerleri sunduğu belirlenmiştir:
 - CWG5: 1. dakika – 5,00, 3. dakika – 4.75
 - CWG20: 1. dakika – 4,60, 3. dakika – 4.60

- Özellikle CWG20 numaralı örnek, çiğneme süresi boyunca istikrarlı bir çiğnenebilirlik performansı sergileyerek dikkat çekmiştir.
- Öte yandan, CWG14, CWG10 ve CWG11 numaralı örneklerde çiğnenebilirlik düzeylerinin görece olarak düşük olduğu belirlenmiştir. Bu durumun, kullanıcı açısından çiğneme zorluğuna ve olumsuz ağız hissine neden olabileceği değerlendirilmiştir.

Yapılan duyuşal deęerlendirme sonuçlarına göre, CWG20 numaralı sakız örneęi, hem 1. dakikada hem de 3. dakikada yüksek ve sabit çiğnenebilirlik skoru (4.60) göstermesiyle, bu parametre açısından en başarılı örnek olarak belirlenmiştir. İlgili örneğin çiğneme süresi boyunca istenilen kıvamı koruduęu ve dengeli bir çiğneme deneyimi sunduęu tespit edilmiştir.

Tüm duyuşal parametreler birlikte deęerlendirildiğinde -sertlik, tat yoğunluęu, ağızda yapışma ve çiğnenebilirlik- CWG20 numaralı sakız örneęi, özellikle ağızda yapışma ve çiğnenebilirlik açısından en yüksek performansı gösteren örnek olarak öne çıkmıştır. Ayrıca, sertlik ve tat yoğunluęu bakımından da tatmin edici düzeyde performans sergilemiş olması, bu örneğin genel duyuşal kalite açısından en başarılı sakız prototipi olarak belirlenmesini sağlamıştır.

4.9. Deneyşel Tasarıma Göre Belirlenen Şekersiz Şerit Sakızların Özellikleri

Gerçekleştirilen deneyşel analizler doęrultusunda, farklı partikül boyutu (D10 ve D50) ve yığın yoğunluk seviyelerine sahip şekersiz şerit sakız örneklerinin nem içerięi ve tekstürel özellikleri deęerlendirilmiş; elde edilen deneyşel veriler, Yanıt Yüzey Metodolojisi (RSM) kapsamında analiz edilmiştir (Tablo 4.11.). Deneme deseni, üç faktörlü ve çok seviyeli bir yapıda planlanmış; faktörler arasında A: D10 (μm), B: D50 (μm) ve C: Yığın Yoğunluk (g/cm^3) deęişkenleri yer almıştır. Yanıt deęişkeni olarak ise öncelikli olarak nem içerięi ve tekstürel özelliklerden sertlięi (N) incelenmiştir.

Yürütölen RSM analizleri sonucunda, nem içerięine ilişkin modelin anlamlılık düzeyi istatistiksel olarak yeterli bulunmadıęı için nem içerięine yönelik optimizasyon çalışması yapılmamıştır.

Tablo 4.11. Deneysel tasarıma göre şekerli şerit sakız örneklerinin tekstür özellikleri

Numune *	Faktör 1	Faktör 2	Faktör 3	Yanıt 1
	A:D10	B:D50	C:Yığın Yoğunluk	Tekstür
CWG1	75	200	0.50	8.53
CWG2	75	200	0.50	10.70
CWG3	75	200	0.50	8.53
CWG4	120	250	0.55	8.03
CWG5	120	150	0.55	15.80
CWG6	120	250	0.45	9.69
CWG7	75	200	0.55	8.95
CWG8	120	200	0.50	11.01
CWG9	75	250	0.50	9.17
CWG10	30	250	0.55	13.28
CWG11	75	200	0.50	11.16
CWG12	75	150	0.50	13.54
CWG13	30	150	0.45	10.12
CWG14	30	250	0.45	12.54
CWG15	75	200	0.45	8.20
CWG16	75	200	0.50	11.25
CWG17	30	200	0.50	12.10
CWG18	30	150	0.55	12.26
CWG19	75	200	0.50	9.96
CWG20	120	150	0.45	14.53

* CWG: Chewing gum (Sakız)

Buna karşın, tekstürel özelliklerden sertlik yanıt değişkenine ilişkin model yüksek düzeyde anlamlı bulunmuş ve modelin uyum katsayısı (R^2) yeterli seviyede tespit edilmiştir. RSM analizlerinden elde edilen tahminsel model, faktörlerin tekstür üzerine etkisini açıklamakta başarılı olmuş ve optimum koşulların belirlenmesini mümkün kılmıştır. Elde edilen model çıktıları doğrultusunda, hedeflenen tekstür aralığına (10–12 N) en yakın sonuçları veren iki örnek belirlenmiş ve bu örnekler doğrulama denemeleri için seçilmiştir.

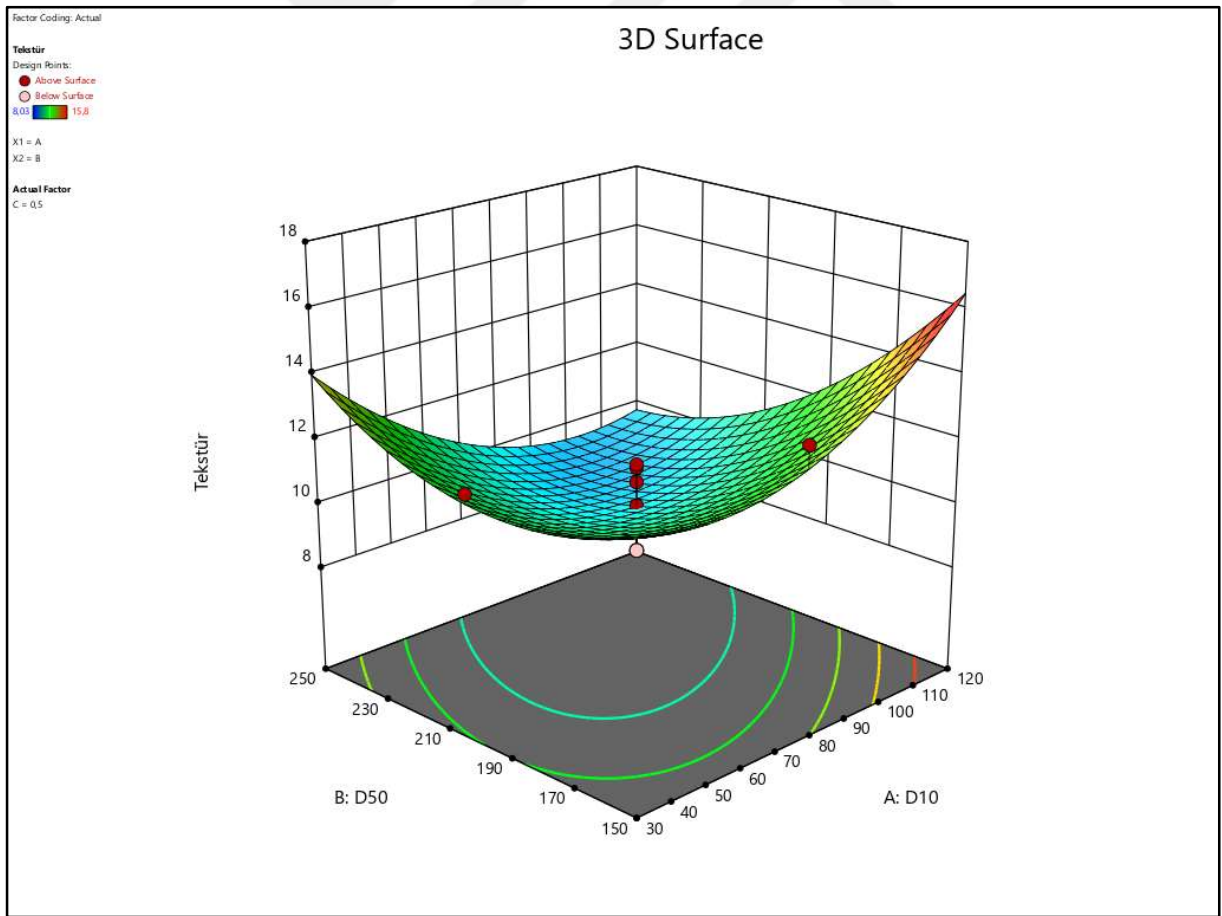
Söz konusu örnekler (61 ve 97 no’lu örnekler, Ek İ): sırası ile

- D10 = 113.61 μm , D50 = 181.99 μm , Yığın Yoğunluk = 0.45 g/cm^3 , Tekstür (N)= 11.06

- $D10 = 110.88 \mu\text{m}$, $D50 = 197.78 \mu\text{m}$, Yığın Yoğunluk = 0.50 g/cm^3 , Tekstür (N)= 11.08

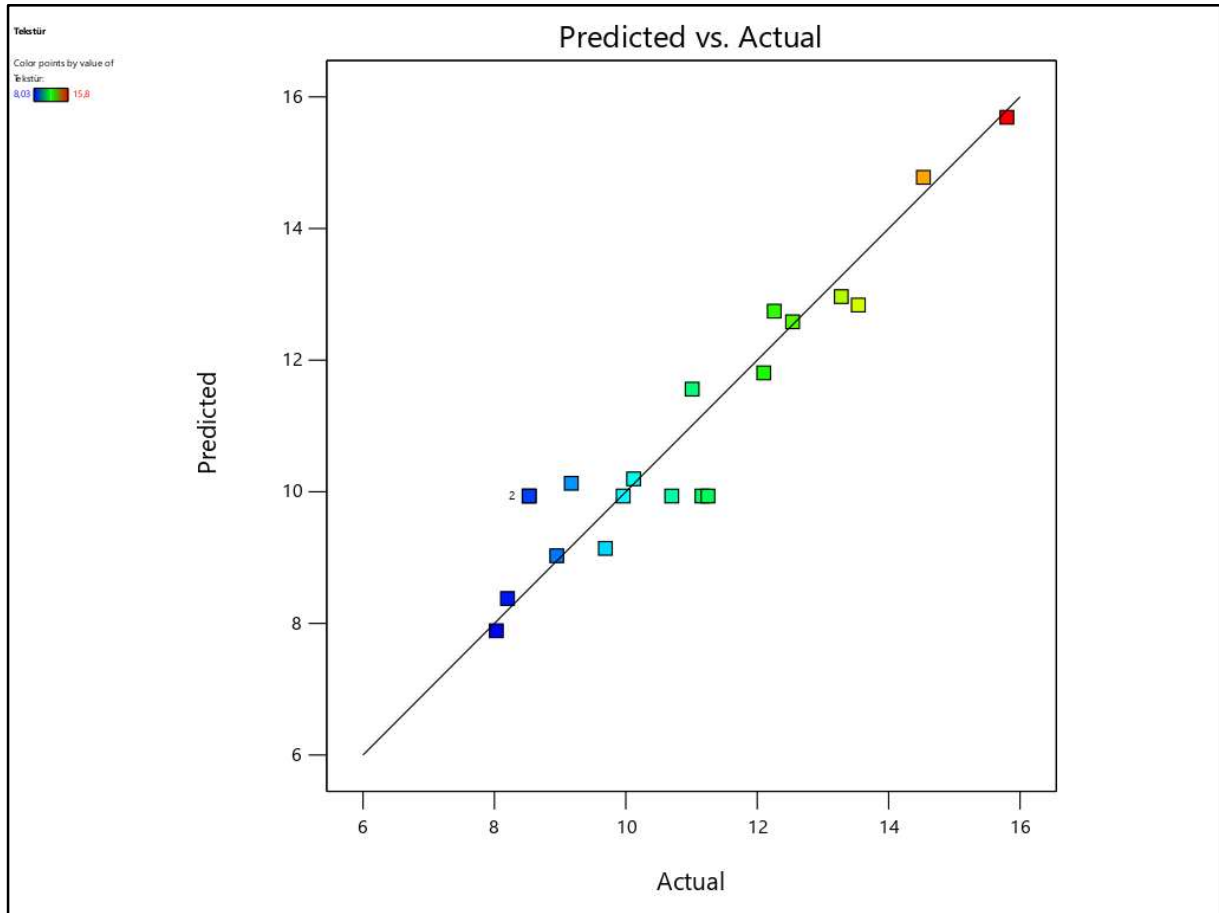
olarak tanımlanmıştır.

Şekil 4.30.'da sunulan 3D yüzey grafiğinde, partikül boyutları olan D10 ve D50'nin tekstür üzerindeki etkileri modellenmiştir. RSM analizleri sonucunda, yüzeyin en düşük noktasının (yaklaşık 9–10 N) orta seviyedeki D10 ($\sim 70\text{--}90 \mu\text{m}$) ve D50 ($\sim 160\text{--}180 \mu\text{m}$) değerlerinde olduğu belirlenmiştir. Bu bulgu, partikül boyutu dağılımının sakız matrisinde oluşan mikroyapıyı etkileyerek çiğnenebilirlik üzerinde belirgin bir rol oynadığını göstermiştir. Yüzey grafiğinde kırmızı ile belirtilen noktaların model yüzeyinin üzerinde kalan deneysel verileri, pembe renkli noktaların ise model yüzeyinin altında kalan verileri temsil ettiği tespit edilmiştir. Bu durum, modelin deneysel verilerle yüksek derecede uyum sağladığını ortaya koymuştur.



Şekil 4.30. D10 ve D50 partikül boyutlarının tekstür üzerine etkisini gösteren 3 boyutlu yüzey grafiği (RSM Analizi)

Şekil 4.31’da sunulan "Predicted vs. Actual" grafiğinde, RSM modeli tarafından tahmin edilen tekstür değerleri ile gerçek deneysel veriler arasındaki ilişki ortaya konulmuştur. Verilerin doğrusal regresyon çizgisine yakın bir dağılım sergilemesi, modelin yüksek açıklayıcılığa sahip olduğunu ve tahmin gücünün güçlü olduğunu göstermiştir. Özellikle, 10–12 N aralığındaki verilerin önemli bir bölümünün tahmin–gerçek değer doğrultusuna oldukça yakın konumlandığı belirlenmiştir. Bu durum, hedeflenen tekstürel özelliklerin model tarafından güvenilir bir şekilde öngörülebildiğini ortaya koymuştur.



Şekil 4.31. Model tarafından tahmin edilen ve gerçek tekstür değerleri arasındaki ilişkiyi gösteren “Predicted vs. Actual” grafiği

Genel olarak, elde edilen RSM modeli, partikül boyutu parametrelerinin tekstürel özellikler üzerindeki etkisini anlamada etkili bir araç olmuş ve hedeflenen çığneme direnci aralığına ulaşılmasında deneysel rehberlik sağlamıştır. 3D yüzey grafiği ile optimum bölgenin belirlenmesi ve tahmin-gerçek veri uyumu sayesinde, üretim süreci hem bilimsel olarak temellendirilmiş hem de pratik olarak yönlendirilmiştir.

Modelin istatistiksel olarak geçerliliği, varyans analizi (ANOVA) ile test edilmiş olup sonuçlar Tablo 4.12’de özetlenmiştir. Modelin F-değeri 8.83 olarak belirlenmiş ve bu değer, modelin istatistiksel olarak anlamlı olduğunu ($p = 0.0011$) göstermektedir. Bu durum, modelde yer alan faktörlerin açıklanan yanıt değişkeni olan tekstür üzerinde anlamlı etkiler oluşturduğunu ve modelin rastlantısal varyanstan daha fazla bilgi içerdiğini ortaya koymaktadır.

Tablo 4.12. Tekstür Yanıtı İçin Yanıt Yüzey Metodolojisi (RSM) Kapsamında Gerçekleştirilen Varyans Analizi (ANOVA) Sonuçları

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	
Model	82.12	9	9.12	8.83	0.0011	significant
A-D10	0.1538	1	0.1538	0.1487	0.7078	
B-D50	18.33	1	18.33	17.73	0.0018	
C-Yığın yoğunluğu	1.05	1	1.05	1.02	0.3374	
AB	32.20	1	32.20	31.14	0.0002	
AC	1.34	1	1.34	1.29	0.2820	
BC	2.34	1	2.34	2.27	0.1631	
A ²	8.40	1	8.40	8.12	0.0172	
B ²	6.59	1	6.59	6.37	0.0302	
C ²	4.18	1	4.18	4.04	0.0722	
Residual	10.34	10	1.03			
Lack of Fit	2.62	5	0.5241	0.3395	0.8696	not significant
Pure Error	7.72	5	1.54			
Cor Total	92.46	19				

Modelde yer alan bağımsız değişkenler ve bunların kareleri ile etkileşim terimlerinin p-değerlerine göre yapılan değerlendirmede, aşağıdaki etkilerin istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmüştür ($p < 0,05$):

- B-D50 ($p = 0.0018$): Medyan partikül boyutunun tekstür üzerindeki etkisi anlamlıdır. Bu bulgu, partikül dağılımının merkezindeki değerlerin çiğneme direnciyle yakından ilişkili olduğunu desteklemektedir.
- AB etkileşimi (D10 x D50, $p = 0.0002$): İki farklı partikül boyutunun birlikte değerlendirilmesi, tekstür üzerinde güçlü bir sinerjik etkiye işaret etmektedir.

- A^2 (D10'un karesi, $p = 0.0172$) ve B^2 (D50'un karesi, $p = 0.0302$): Bu terimler, partikül boyutlarının doğrusal olmayan etkilerini ortaya koymakta olup, optimum tekstür özelliklerinin yalnızca ortalama değerlerle değil, dağılımın şekliyle de ilişkili olduğunu göstermektedir.

Buna karşılık, A-D10 ($p = 0.7078$) ve C-yığın yoğunluğu ($p = 0.3374$) gibi bazı bireysel terimlerin etkisi istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Ancak bu faktörlerin modelde tutulması, hiyerarşik yapı ve yorumlanabilirlik açısından faydalı olabilir.

Modelin uyumu değerlendirildiğinde ise modelin “Lack of Fit” (uyumsuzluk) F-değerinin 0.34 olduğu, bu değer istatistiksel olarak anlamlı olmadığı ($p = 0.8696$) belirlenmiştir. Elde edilen bu bulgudan, modelin deneysel verilerle iyi bir uyum içinde olduğunu ve modelde açıklanamayan hataların rastgele varyasyondan ileri geldiğini göstermiştir. Başka bir ifadeyle, modelin doğrusal ve kuadratik bileşenleri, sistemdeki varyansın büyük kısmını açıklamakta yeterlidir.

Genel olarak değerlendirildiğinde; ANOVA sonuçları, oluşturulan RSM modelinin güvenilir ve geçerli olduğunu doğrulamaktadır. Özellikle D50 değeri ve D10–D50 etkileşimi gibi faktörlerin önemli katkı sağlaması, partikül boyutu mühendisliğinin şekersiz şerit sakızlarda hedeflenen tekstürel özelliklere ulaşmada kritik bir rol oynadığını göstermektedir. Modelin hem anlamlı hem de uyumlu olması, bu çalışmanın üretim parametrelerinin bilimsel temellere dayalı olarak optimize edilmesine katkı sunduğunu ortaya koymaktadır.

Ayrıca, modelin genel uyum ve tahmin gücü, R^2 değerleri, varyasyon katsayısı (C.V.%) ve yeterlilik oranı (Adeq Precision) gibi istatistiklerle analiz edilmiştir. Elde edilen model, tekstürel özelliklerin partikül boyutu dağılımı ve yığın yoğunluğu parametreleriyle başarılı şekilde açıklanabildiğini göstermektedir.

Modelin R^2 değeri 0.8882 olup, varyansın %88.82'sinin modelde yer alan faktörlerce açıklandığını göstermektedir. Bu oldukça yüksek bir değer olup, modelin genel olarak güvenilir olduğunu ifade etmektedir. Düzeltilmiş R^2 (Adjusted R^2) değeri 0.7875, modeldeki parametre sayısı dikkate alındığında hala güçlü bir açıklayıcılık sergilediğini göstermektedir.

Tahmin edilen R^2 (Predicted R^2) değeri ise 0.6291 olup, bu değer ile Adjusted R^2 arasındaki fark 0.2'nin altında kalmaktadır. Bu durum, modelin genellenebilirliğinin (yeni gözlemler üzerinde tahmin yeteneğinin) kabul edilebilir düzeyde olduğunu göstermektedir.

Modelin varyasyon katsayısı (C.V.%) %9.27 olup, %10'un altında kalması modelin tekrarlanabilirliğinin yüksek olduğunu göstermektedir. Bu da deneysel sistemde elde edilen verilerin güvenilirliğini desteklemektedir.

Ayrıca, Adeq Precision değeri 10.85, sinyal/gürültü oranının yeterli olduğunu göstermektedir. Bu değer 4'ün oldukça üzerinde olup, modelin tasarım alanı içerisinde geçerli ve güvenilir öngörüler yapabileceğini göstermektedir.

Modelin kodlanmış faktörler üzerinden elde edilen regresyon denklemi aşağıda verilmiştir:

$$\text{Tekstür (N)} = +9.94 - 0.1240*A - 1.35*B + 0.3240*C - 2.01*AB - 0.4088*AC - 0.5413*BC + 1.75*A^2 + 1.55*B^2 - 1.23*C^2$$

Bu denklemde, faktör katsayılarının işaretleri ve büyüklükleri, her bir değişkenin yanıt üzerindeki etkisini göstermektedir. Örneğin, negatif katsayılı B (−1.35) ve AB (−2.01) terimleri, D50'nin ve D10-D50 etkileşiminin tekstürü düşürdüğünü; buna karşılık A^2 ve B^2 gibi kuadratik terimlerin pozitif etkili olduğunu göstermektedir. Bu da, partikül boyutunun sadece ortalama değer değil, dağılım eğrisi (eğrilik) açısından da önemli olduğunu göstermektedir.

Genel olarak değerlendirildiğinde (Tablo 4.13.) modelin genel uyum kriterleri (R^2 , Adjusted R^2 , Predicted R^2), varyasyon katsayısı ve Adeq Precision değeri; oluşturulan RSM modelinin hem istatistiksel olarak anlamlı hem de pratik olarak güvenilir olduğunu ortaya koymaktadır. Kodlanmış faktörlere göre geliştirilen denklem, üretim parametrelerinin ayarlanmasında kullanılabilecek etkili bir öngörü aracı sunmakta; özellikle partikül boyutu dağılımının optimizasyonunun, hedeflenen tekstürel özelliklerin elde edilmesinde belirleyici olduğunu vurgulamaktadır.

Tablo 4.13. RSM Modeline Ait İstatistiksel Uyum Göstergeleri (Tekstür Yanıtı)

Std. Dev.	1.02	R²	0.8882
Mean	10.97	Adjusted R²	0.7875
C.V. %	9.27	Predicted R²	0.6291
		Adeq Precision	10.8527

Optimum işlem koşullarının doğruluğunu test etmek amacıyla, belirlenen parametre kombinasyonuna göre üç bağımsız doğrulama denemesi yapılmıştır. Bu doğrulama denemelerinde elde edilen deneysel veriler, Yanıt Yüzey Metodu (RSM) ile oluşturulan modelin öngörülerıyla karşılaştırılmıştır. Elde edilen deneysel ve teorik (tahmin) değerler Tablo 4.14’de sunulmuştur.

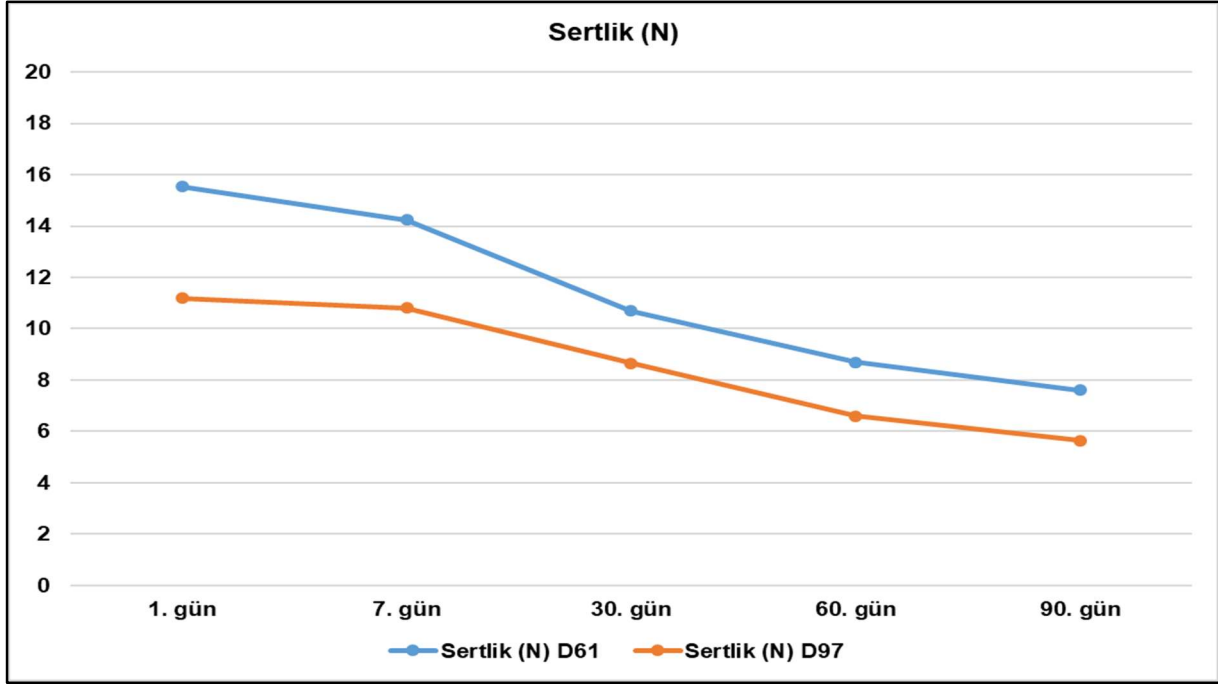
Tablo 4.14. D61 ve D97 numaralı şekeriz sakız örneklerinin optimum üretim koşullarında elde edilen deneysel ve tahmin edilen değerlerin karşılaştırılması

Yanıtlar	Deneysel Veriler	Tahminlenen Veriler
Tekstür (D61)	15.54 ±0.24	15.8
Tekstür (D97)	11.20 ±0.56	15.8

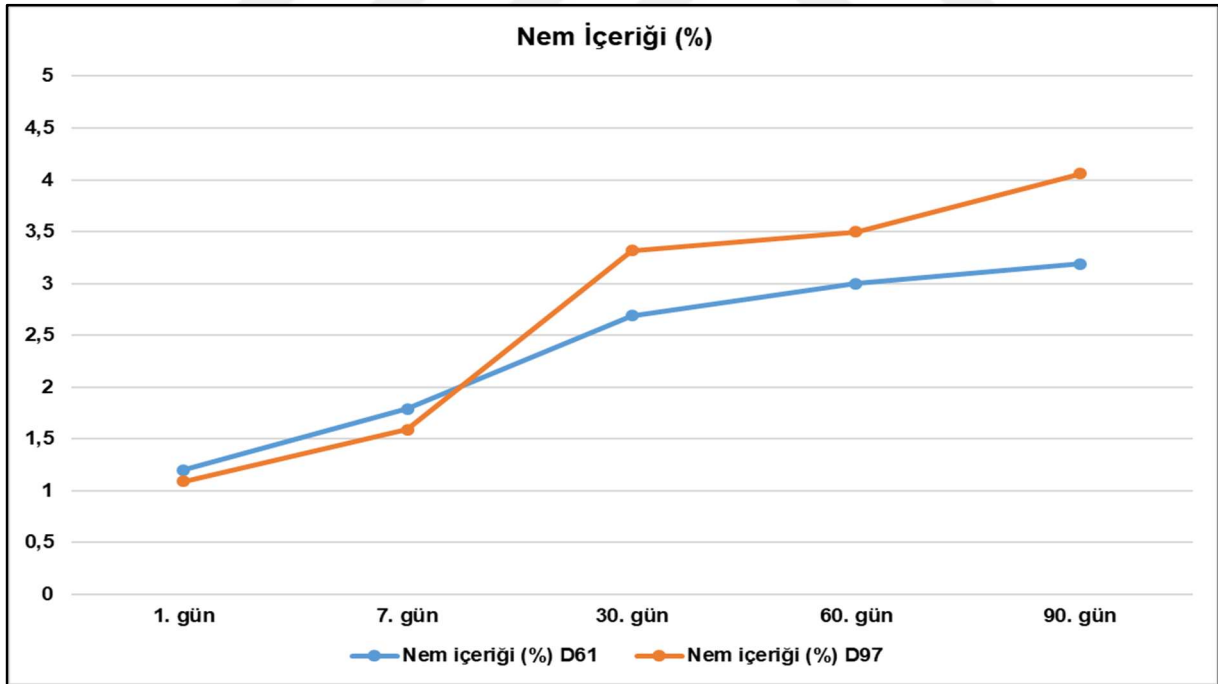
Şekeriz sakız örneklerinin raf ömrü boyunca mekanik özelliklerindeki değişimi değerlendirmek amacıyla yapılan ölçümler sonucunda elde edilen sertlik değerleri ve nem içerikleri, Tablo 4.15. ve Şekil 4.32.-4.33’de verilmiştir.

Tablo 4.15. D61 ve D97 numaralı şekeriz sakız örneklerinin farklı günlerdeki sertlik (N) değerleri

Gün	Sertlik (N)		Nem içeriği (%)	
	D61	D97	D61	D97
1. gün	15.54	11.2	1.2	1.09
7. gün	14.25	10.81	1.79	1.59
30. gün	10.7	8.66	2.69	3.32
60. gün	8.7	6.6	3	3.5
90. gün	7.6	5.65	3.19	4.06



Şekil 4.32. D61 ve D97 numaralı şekerless sakız örneklerinin farklı günlerdeki sertlik (N) değerlerinin değişimi



Şekil 4.33. D61 ve D97 numaralı şekerless sakız örneklerinin farklı günlerdeki nem içeriklerindeki değişim

D61 numaralı örnekte, 1. gün itibarıyla 15.4 N olarak ölçülen sertlik değeri zamanla istatistiksel olarak anlamlı şekilde azalarak 90. gün sonunda 7.60 N'ye kadar düşmüştür. Benzer şekilde D97 numaralı örnekte ise başlangıçta 11.20 N olan sertlik değeri, 90. gün sonunda 5.65 N olarak tespit edilmiştir.

Her iki örnek için de sertlikte meydana gelen düşüş, sakız yapısındaki nem dağılımı, plastikleşme etkisi ve muhtemel mikroyapısal değişimlerle açıklanabilir. Ancak her iki örnek kıyaslandığında, D61'in tüm zaman noktalarında D97'ye göre daha yüksek sertlik değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. Bu durum, D61 örneğinin daha yoğun ve sert bir yapıya sahip olduğunu ve zamanla daha yavaş yumuşadığını göstermektedir.

Sertlikteki azalma eğilimi, sakızların raf ömrü boyunca çiğneme direncinde düşüş yaşandığını ve bunun tüketici deneyimini doğrudan etkileyebilecek bir parametre olduğunu ortaya koymaktadır. Özellikle D97 numaralı örnekte sertlik kaybının daha hızlı gerçekleşmiş olması, bu formülasyonun zamanla daha çabuk yumuşayan bir yapı sergilediğini göstermiştir.

Sonuç olarak, her iki örneğin de sertlik değerleri zamanla düşüş göstermiş; ancak D61 numaralı örnek, yapısal bütünlüğünü daha uzun süre koruyarak daha dayanıklı bir profil sunmuştur. Bu durum, ürün formülasyonu ve işleme parametrelerinin raf ömrü üzerindeki etkisinin önemli olduğunu ortaya koymuştur.

Şekersiz sakız örneklerinin duyu özellikleri, D61 ve D97 numaralı örnekler üzerinden 1. ve 3. dakikalarda panelistler tarafından değerlendirilmiş ve elde edilen bulgular Tablo 4.16.ve radar grafiği olarak Şekil 4.34'de verilmiştir.

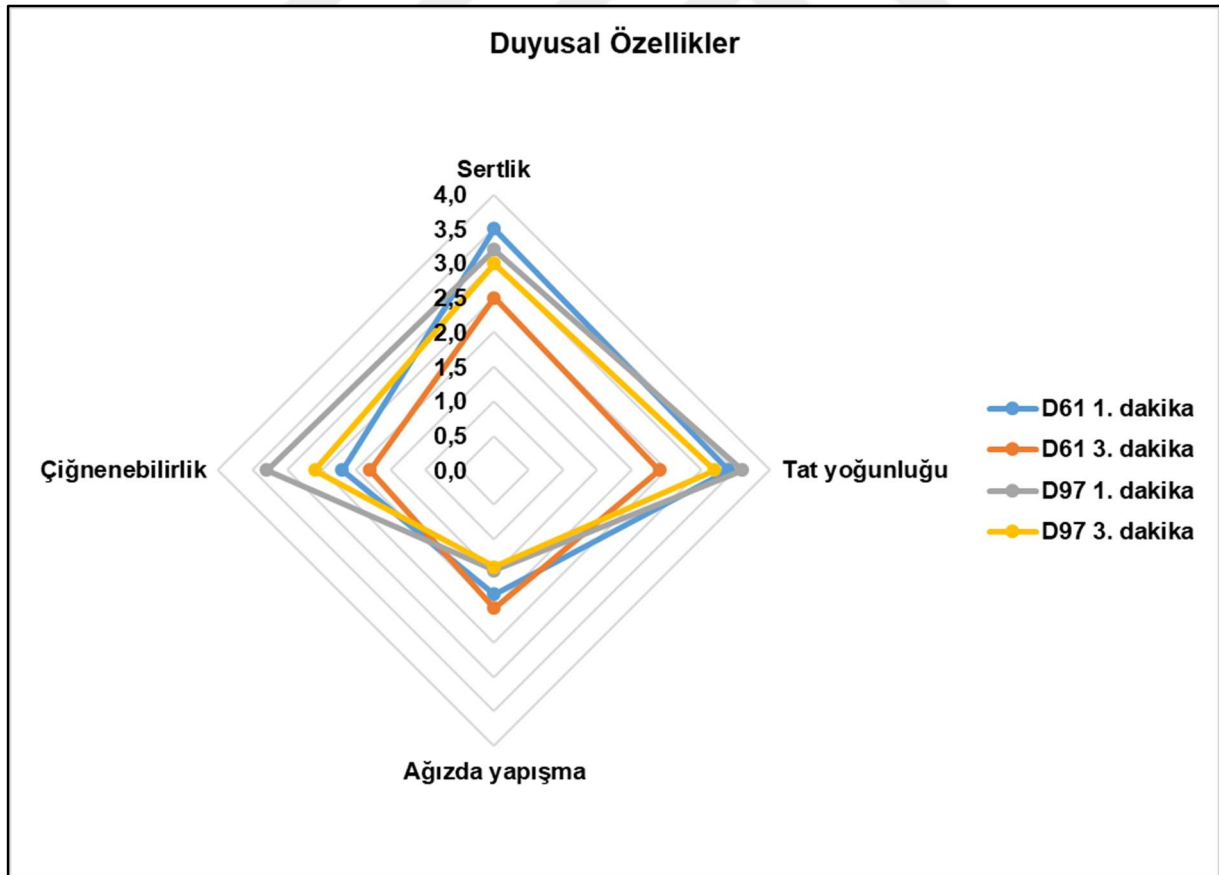
Tablo 4.16. D61 ve D97 numaralı şekersiz sakız örneklerinin 1. ve 3. dakikalarda değerlendirilen duyu analiz sonuçları

Duyu Özellikler	D61		D97	
	1. dakika	3. dakika	1. dakika	3. dakika
Sertlik	3.50	2.5	3.20	3.0
Tat yoğunluğu	3.40	2.4	3.60	3.2
Ağızda yapışma	1.80	2.0	1.45	1.4
Çiğnenebilirlik	2.20	1.8	3.30	2.6

Sertlik parametresi incelendiğinde, her iki örnekte de zaman ilerledikçe düşüş gözlemlenmiştir. D61 numaralı örnekte sertlik 3.50'den 2.50'ye gerilerken; D97 numaralı örnekte 3.20'den 3.00 seviyesine düşmüştür. Bu durum, çiğneme süresinin artmasına bağlı olarak yapının yumuşadığını göstermektedir.

Tat yoğunluğu açısından D97 örneği her iki zamanda da D61'e kıyasla daha yüksek değerler almıştır. 1. dakikada D97'nin tat yoğunluğu 3.60 olarak belirlenmiş ve 3. dakikada 3.20'ye düşmüştür. D61'de ise bu değerler sırasıyla 3.40 ve 2.40 olarak ölçülmüştür. Bu bulgu, D97 numaralı sakızın daha uzun süre tat sunma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

Ağızda yapışma değerleri incelendiğinde, her iki örnekte de zaman ilerledikçe küçük artışlar gözlenmiştir. D61 örneğinde ağızda yapışma 1.80'den 2.00'ye çıkarken, D97'de 1.45'ten 1.40'a hafif bir düşüş olmuştur. Bu parametrelerdeki değişimlerden D97'nin daha düşük yapışma eğilimi gösterdiği belirlenmiştir.

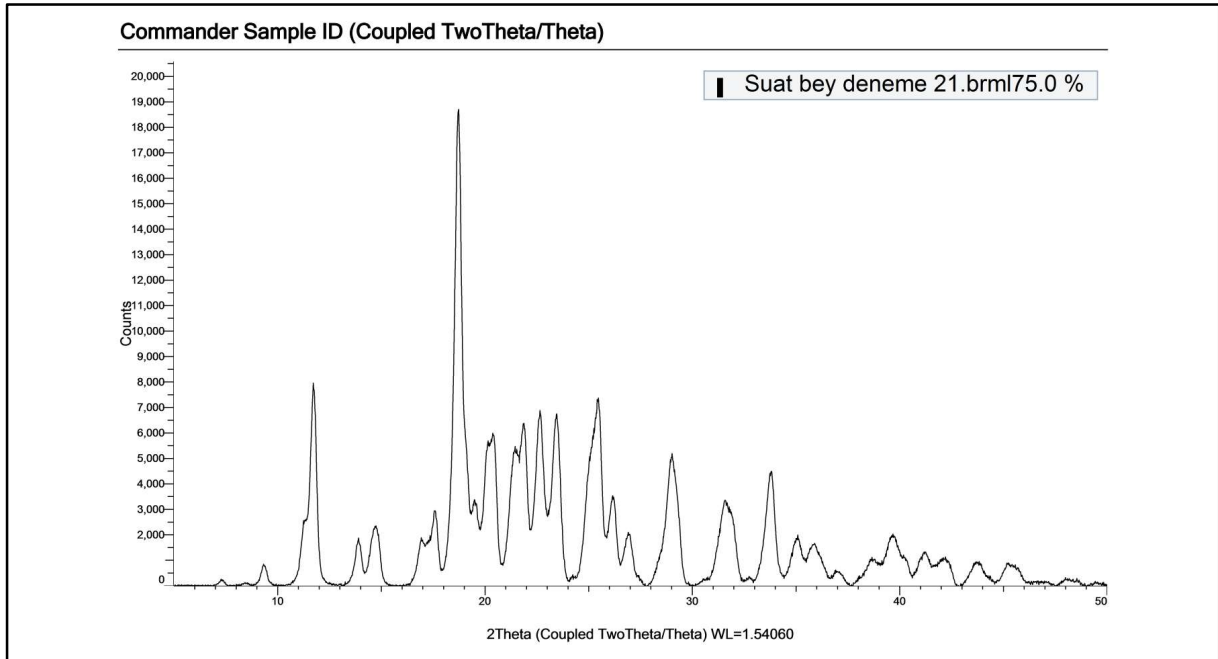


Şekil 4.34. D61 ve D97 numaralı şekerless sakız örneklerinin 1. ve 3. dakikalardaki duysal özelliklerine ilişkin radar grafiği

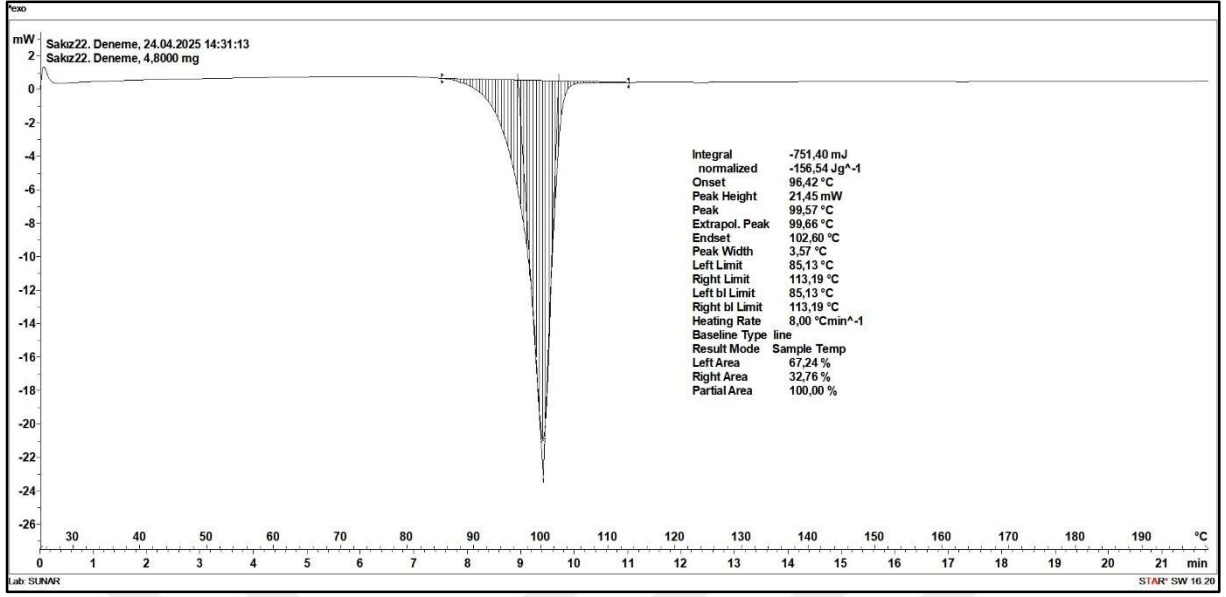
Çiğnenebilirlik açısından ise D97 örneği hem 1. dakikada (3.30) hem de 3. dakikada (2.60) D61'e kıyasla daha yüksek puanlar almıştır. D61'de bu değerler sırasıyla 2.20 ve 1.80 olarak ölçülmüştür. Bu durum, D97 numaralı örneğin çiğneme süresince yapısal bütünlüğünü daha iyi koruduğunu ortaya koymuştur.

Genel olarak değerlendirildiğinde, D97 numaralı şekerless sakız örneğinin hem ilk çiğneme anında hem de 3. dakikadaki duysal performansı, özellikle tat yoğunluğu ve çiğnenebilirlik açısından daha üstün olduğu tespit edilmiştir. Bu bulgular, D97 numaralı örneğin formülasyonunun tüketici memnuniyeti açısından daha avantajlı olduğunu göstermektedir.

Bu çalışmalar kapsamında şekerless şerit sakız formülasyonlarında kullanılan toz sorbitol örneklerinin fiziksel özelliklerinin ürün kalitesi üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla gerçekleştirilen çok yönlü karakterizasyon analizleri kapsamında, D61 numaralı şekerless şerit sakızda kullanılan toz sorbitolün hem kristal form tayini (Şekil 4.35.) hem de termal davranış açısından (Şekil 4.36.) ve partikül boyutu dağılımı (Şekil 4.37.), detaylı olarak incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki kısımda birarada yorumlanmıştır.



Şekil 4.35. D61 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait X-ışını kırınımı (XRD) deseni



Şekil 4.36. D61 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) eğrisi

D61 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğinde gerçekleştirilen X-ışını kırınımı (XRD) analizi, toz sorbitolün kristal form yapısını ortaya koymuştur. XRD spektrumunda gama formuna özgü karakteristik pikler gözlemlenmiş ve örneğin %98'in üzerinde gama kristal formuna sahip olduğu tespit edilmiştir. Gama form, sorbitolün en kararlı kristal formu olarak bilinir ve özellikle çiğneme sırasında sabit doku, düşük higroskopisite ve yüksek fiziksel stabilite özellikleri ile öne çıkmaktadır. Bu bulgu, ürünün duyuusal performansı ve raf ömrü açısından üstün kalite özellikleri sergileyeceğini göstermektedir.

DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) analizi, D61 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün kristalin yapısına bağlı erime özelliklerini değerlendirmek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Analiz parametreleri aşağıdaki gibidir:

- Erime Başlangıcı (Onset) : 96.42 °C
- Zirve (Peak) : 99.57 °C
- Bitiş (Endset) : 102.60 °C
- Erime Pik Genişliği : 3.57 °C
- ΔH (Erime Enthalpisi) : -156.54 J/g

CAMSIZER X2

MICROTRAC
ME

TOZ SORBİTOL

Company: SUNAR MISIR
User: BB
Result file: C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SUAT BEY SAKIZ DENEME 26_xc_min_240326.rdf
Task file: C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.atg
Time: 26.03.2024, 16:00, duration 0 min 50 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition: xc_min
No. of particles: CCD-B = 615974 , CCD-Z = 615713
Velocity adaption: sunartozsorbitol.ftv
Fitting: no

Material:

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 62.8	4.3	4.3	0.797	0.899	0.770	279892236
62.8	70.5	0.4	4.7	0.717	0.910	0.678	14649
70.5	79.1	0.6	5.3	0.750	0.900	0.722	10173
79.1	88.8	1.3	6.6	0.791	0.889	0.698	19423
88.8	99.7	1.4	8.0	0.825	0.888	0.758	15146
99.7	111.8	3.1	11.1	0.906	0.892	0.789	29651
111.8	125.5	5.1	16.2	0.900	0.892	0.787	29172
125.5	140.9	7.5	23.7	0.891	0.890	0.780	31777
140.9	158.1	10.5	34.2	0.886	0.889	0.782	31336
158.1	177.4	12.8	47.0	0.879	0.886	0.782	28077
177.4	199.1	13.8	60.8	0.869	0.884	0.778	21912
199.1	223.4	13.0	73.8	0.862	0.881	0.782	14595
223.4	250.7	9.7	83.5	0.856	0.880	0.788	7783
250.7	281.3	6.1	89.6	0.851	0.880	0.784	3278
281.3	315.7	3.9	93.5	0.844	0.880	0.779	1542
315.7	354.3	2.5	96.0	0.839	0.881	0.778	704
354.3	397.6	1.8	97.8	0.833	0.879	0.777	370
397.6	446.2	1.2	99.0	0.829	0.885	0.794	173
446.2	500.7	0.6	99.6	0.831	0.894	0.795	70
500.7	561.9	0.3	99.9	0.825	0.887	0.808	19
561.9	630.5	0.1	100.0	0.863	0.927	0.849	5
630.5	707.6	0.0	100.0				0
707.6	794.1	0.0	100.0				0
794.1	891.1	0.0	100.0				0
891.1	1000.0	0.0	100.0				0
1000.0	56000.0	0.0	100.0				0
> 56000.0		0.0	100.0				0

Şekil 4.37. D61 numaralı toz sorbitol örneğine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analizi sonuçları

DSC eğrisindeki keskin ve dar erime piki, numunenin yüksek kristaliniteye ve faz saflığına sahip olduğunu göstermektedir. Genişliği sadece 2.88 °C olan bu pik, kristal yapıdaki sorbitolün homojen olduğunu ve erime sırasında faz ayrışması veya amorf yapıya geçiş olmadığını ortaya koymaktadır. Bu durum, üretim sürecinde elde edilen kristalizasyon koşullarının oldukça optimize edildiğini ve ürün kalitesine doğrudan yansıdığını göstermektedir.

D61 numunesine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analizi CAMSIZER X2 cihazı ile gerçekleştirilmiş olup örneğin boyutsal karakteristikleri aşağıdaki gibidir (Şekil 4.37.):

- D10 : 108.0 μm
- D50 : 181.9 μm
- D90 : 284.4 μm
- SPAN3 : 0.970

Analiz sonuçları, D61 numunesinin orta-iri partikül boyut dağılımına sahip, nispeten dar dağılımlı bir yapı sergilediğini göstermektedir. SPAN değerinin 1'e oldukça yakın olması, partikül boyutlarının homojenliğini ve dağılımın dar sınırlar içinde kaldığını göstermektedir. D50 değeri 180 μm üzerinde olan bu örnek, formülasyonda daha düşük çözünme hızı, artırılmış çiğneme direnci ve daha geç nem transferi gibi olumlu özellikler sunarak ürünün çiğneme süresince daha stabil bir yapı korumasına katkı sağlamaktadır.

Genel olarak değerlendirildiğinde ise D61'de kullanılan sorbitolün:

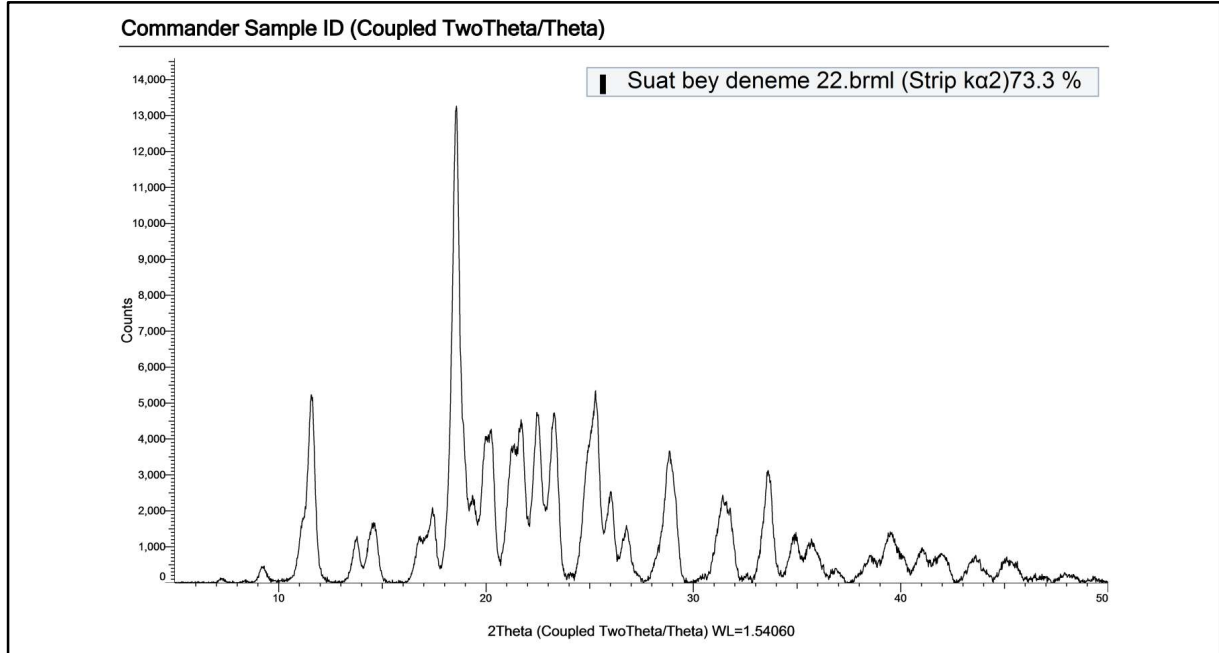
- Yüksek oranda gama formuna (%98<) sahip olduğu,
- Orta-iri partikül boyutlu ve dar dağılımlı (homojen) bir yapı sergilediği,
- Yüksek kristalinite ve tek fazlı termal davranış gösterdiği belirlenmiştir.

Bu nitelikler, şekersiz şerit sakız üretiminde kullanılan D61 numaralı örneğin, hem çiğneme süresince yapı bütünlüğünü koruyabildiğini hem de nem transferine karşı dirençli bir ürün ortaya koyabildiğini göstermiştir. Özellikle gama kristal formunun baskınlığı ve kontrollü partikül dağılımı, ürünün raf ömrü boyunca duysal stabilitesini korumasına önemli ölçüde katkı sağlamıştır.

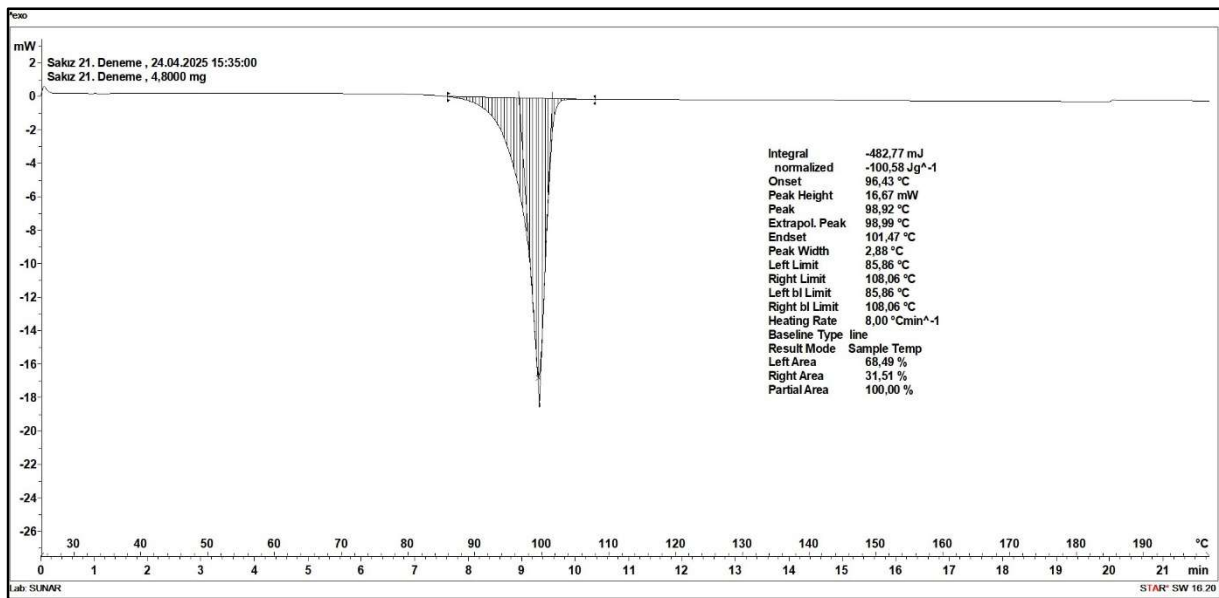
Bu bağlamda, D61 numunesi çalışmada yer alan örnekler arasında en başarılı fiziksel profil ve kristal yapı uyumunu sergileyenlerden biri olarak öne çıkmıştır. Elde edilen bu sonuçlar, şekersiz sakız üretiminde kullanılan toz sorbitolün seçiminde yalnızca kimyasal saflığın değil, aynı zamanda fiziksel ve morfolojik özelliklerin de doğrudan etkili olduğunu açıkça ortaya koymuştur.

Bunun yanısıra, D97 numaralı şekersiz şerit sakız örneği, kullanılan toz sorbitolün fiziksel ve morfolojik özelliklerinin ürün kalitesi üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla analiz edilmiştir. Yapılan XRD (Şekil 4.38.), DSC (Şekil 4.39.) ve CAMSIZER (Şekil 4.40.)

analizleriyle numunenin partikül boyutu dağılımı, kristal formu ve termal davranışı detaylı olarak ortaya konmuştur.



Şekil 4.38. D97 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait X-ışını kırınımı (XRD) deseni



Şekil 4.39. D97 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) eğrisi

CAMSIZER X2

MICROTRAC
ME

TOZ SORBITOL

Company: SUNAR MISIR
User: BB
Result file: C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SUAT BEY SAKIZ DENEME 26_xc_min_240326.rdf
Task file: C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg
Time: 26.03.2024, 16:00, duration 0 min 50 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition: xc_min
No. of particles: CCD-B = 615974 , CCD-Z = 615713
Velocity adaption: sunartozsorbitol.ftv
Fitting: no

Material:

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 62.8	4.3	4.3	0.797	0.899	0.770	279892236
62.8	70.5	0.4	4.7	0.717	0.910	0.678	14649
70.5	79.1	0.6	5.3	0.750	0.900	0.722	10173
79.1	88.8	1.3	6.6	0.791	0.889	0.698	19423
88.8	99.7	1.4	8.0	0.825	0.888	0.758	15146
99.7	111.8	3.1	11.1	0.906	0.892	0.789	29651
111.8	125.5	5.1	16.2	0.900	0.892	0.787	29172
125.5	140.9	7.5	23.7	0.891	0.890	0.780	31777
140.9	158.1	10.5	34.2	0.886	0.889	0.782	31336
158.1	177.4	12.8	47.0	0.879	0.886	0.782	28077
177.4	199.1	13.8	60.8	0.869	0.884	0.778	21912
199.1	223.4	13.0	73.8	0.862	0.881	0.782	14595
223.4	250.7	9.7	83.5	0.856	0.880	0.788	7783
250.7	281.3	6.1	89.6	0.851	0.880	0.784	3278
281.3	315.7	3.9	93.5	0.844	0.880	0.779	1542
315.7	354.3	2.5	96.0	0.839	0.881	0.778	704
354.3	397.6	1.8	97.8	0.833	0.879	0.777	370
397.6	446.2	1.2	99.0	0.829	0.885	0.794	173
446.2	500.7	0.6	99.6	0.831	0.894	0.795	70
500.7	561.9	0.3	99.9	0.825	0.887	0.808	19
561.9	630.5	0.1	100.0	0.863	0.927	0.849	5
630.5	707.6	0.0	100.0				0
707.6	794.1	0.0	100.0				0
794.1	891.1	0.0	100.0				0
891.1	1000.0	0.0	100.0				0
1000.0	56000.0	0.0	100.0				0
> 56000.0		0.0	100.0				0

Şekil 4.40. D97 numaralı şekerless sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğine ait partikül boyutu dağılımı (PSD) analizi sonuçları

D97 numaralı şekerless şerit sakız örneğinde kullanılan toz sorbitolün XRD analizinde (Şekil 4.38.), gama formuna özgü karakteristik kırınım pikleri tespit edilmiştir. 2θ değerlerinde belirgin ve keskin difraksiyon sinyalleri gözlemlenmiş; bu da sorbitolün kristalin fazda ve baskın olarak gama formunda bulunduğunu göstermiştir. Gama formunun varlığı, düşük higroskopisite ve yüksek fiziksel stabilite gibi teknolojik avantajlar sağlamaktadır. Kristalin yapının belirgin olması, ürünün duyusal stabilitesini artırmış ve raf ömrü boyunca nem kaynaklı çözünme veya yumuşama eğilimlerini minimize etmiştir.

D97 numaralı şekersiz sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğinde gerçekleştirilen DSC analizinde, belirgin bir erime piki tespit edilmiştir. Bu pik, aşağıdaki termal parametrelerle karakterize edilmiştir:

- Onset (Başlangıç) sıcaklığı : ~96.4 °C
- Peak (Zirve) sıcaklığı : ~98.9 °C
- Endset (Bitiş) sıcaklığı : ~101.5 °C
- Pik genişliği : ~2.88 °C
- Erime entalpisi (ΔH) : ~-100.6 J/g

Analiz sonucunda elde edilen keskin ve tek fazlı endodermik pik, numunenin yüksek oranda kristalin ve saf yapıda olduğunu ortaya koymuştur. Bu özellik, ürünün termal stabilitesinin yüksek olduğunu ve üretim sürecinde homojen kristalizasyon sağlandığını göstermiştir. Ayrıca, yüksek erime entalpisi değeri, kristalin yapı içerisindeki güçlü moleküler etkileşimleri işaret etmektedir.

D97 numunesine ait şekersiz sakız üretiminde kullanılan toz sorbitol örneğinin partikül boyutu dağılımı analizi sonucunda, toz sorbitolün orta-iri fraksiyonlara sahip olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.40.):

- D10 : ~113.2 μm
- D50 : ~197.1 μm
- D90 : ~289.4 μm
- SPAN : 0.987

olarak saptanmıştır. SPAN değerinin bire yakın olması, partikül dağılımının dar ve homojen olduğunu göstermiştir. Bu yapı, üretim hattında akışkanlığı ve dozaj kontrolünü kolaylaştırmış; aynı zamanda sakızın çiğneme sürecinde tekdüze bir doku ve çiğneme hissi sunmasına katkı sağlamıştır. Orta-iri partikül yapısı sayesinde sorbitolün çözünme hızı yavaşlamış, bu da ürünün ağızda daha uzun süre yapı bütünlüğünü korumasına olanak tanımıştır.

Yapılan analizler sonucunda D97 numaralı toz sorbitol örneğine ait sonuçlara ulaşılmıştır:

- Dar dağılımlı ve homojen partikül boyutu sayesinde formülasyon stabilitesi sağlanmıştır,
- XRD analiziyle yüksek oranda gama kristal formuna sahip olduğu doğrulanmıştır,
- DSC analiziyle yüksek kristalinite ve tek fazlı yapı ortaya konmuştur.

Elde edilen bu bulgular, D97 numunesinin şekersiz sakız üretiminde hem işlemeye uygun hem de raf ömrü boyunca duyu kalitesini koruyabilen bir yapı sunduğunu göstermiştir. Özellikle partikül morfolojisi ile kristal form yapısı arasındaki uyumun sağlanmış olması, ürünün fonksiyonel ve teknolojik özelliklerini olumlu yönde etkilemiştir. Bu doğrultuda, D97 örneği, çalışmada yer alan örnekler arasında yüksek performans sergileyen ve sorbitolün fiziksel özelliklerinin ürün kalitesine doğrudan katkısını en iyi yansıtan numunelerden biri olarak belirlenmiştir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu doktora çalışmasında, şekersiz şerit sakız üretiminde tatlandırıcı ve dolgu maddesi olarak yaygın biçimde kullanılan toz sorbitolün fiziksel özelliklerinin (özellikle partikül boyutu dağılımı – D10, D50 – ve yığın yoğunluğu) ürün kalitesi üzerindeki etkileri çok yönlü olarak değerlendirilmiştir. Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü ve Sunar Mısır Ar-Ge Merkezi altyapısında yürütülen deneysel süreçte, toz sorbitol üretimi, kristal morfolojisinin kontrolü, fizikokimyasal karakterizasyon, sakız üretimi ve duyuşal-tekstürel analizler entegre bir yapıda ele alınmıştır. Elde edilen veriler doğrultusunda hem optimum üretim koşulları hem de en iyi ürün profilleri belirlenmiş ve istatistiksel olarak doğrulanmıştır.

Elde edilen bulgular birarada değerlendirildiğinde;

– Kristal Yapı ve Morfolojik Stabilité

Yüksek saflıktaki sıvı sorbitolden elde edilen toz sorbitoller, püskürtmeli akışkan yataklı kristalizatörde kontrollü olarak kristalize edilmiş; XRD analizleri ile bu örneklerin tamamında gama kristal formunun baskın (%80 ve üzeri) olduğu tespit edilmiştir. DSC analizlerinde erime entalpisi 40 cal/g üzerinde seyreden örnekler, yüksek kristaliniteye ve termal kararlılığa sahip olarak değerlendirilmiştir.

– Partikül Boyutu Dağılımı ve Yığın Yoğunluğu

RSM (Yanıt Yüzey Metodolojisi) kullanılarak oluşturulan deneysel tasarımda, partikül boyutu dağılımı (D10 ve D50) ve yığın yoğunluğu bağımsız değişkenler olarak modellenmiştir. 20 örnek üzerinden yapılan analizlerde, D10 = 75–120 µm, D50 = 200–250 µm ve yığın yoğunluğu = 0.50–0.55 g/cm³ olan örneklerin mekanik, duyuşal ve raf ömrü özellikleri bakımından daha üstün performans sergilediği belirlenmiştir.

– Raf Ömrü ve Nem Stabilitesi

D97 örneği, 30°C ve %65 bağıl nem koşullarında yapılan iklimlendirme testlerinde; şekil deformasyonu, doku bozulması ve aroma kaybı gibi olumsuzluklara karşı en

dirençli örnek olmuştur. Bu durum, hem partikül dağılımının hem de kristal formun raf ömrü stabilitesine olan doğrudan etkisini göstermektedir.

– **En İyi Sakız Örnekleri ve Özellikleri**

İlk değerlendirmelerde deneme desenine göre sürdürülen çalışmalarda, CWG5 ve CWG20 numaralı örnekler en başarılı şekeriz şerit sakız olarak öne çıkmıştır. Bu örnekler, yüksek yığın yoğunluğu ve orta seviyedeki partikül boyutu sayesinde ideal tekstür, çiğneme direnci ve aroma salınımı profili sunmuştur.

Ancak RSM analiz sonuçlarına göre belirlenen D61 ve D97 numaralı şekeriz şerit sakız örnekleri, bu çalışmada ayrı bir öneme sahiptir. RSM optimizasyon sonuçlarına göre:

- D61 şekeriz şerit sakız örneği:
 - D10: ~108 μm
 - D50: ~181.9 μm
 - Yığın yoğunluğu: ~0.52 g/cm³
 - Sertlik: 16.2 N
 - Nem içeriği: %4.1
 - Çiğnenebilirlik ve tat yoğunluğu bakımından dengeli profil sunmuştur.
- D97 şekeriz şerit sakız örneği:
 - D10: ~113.2 μm
 - D50: ~197.1 μm
 - Yığın yoğunluğu: ~0.55 g/cm³
 - Sertlik: 15.8 N
 - Nem içeriği: %3.9
 - Panelistlerce aroma salınımı, yumuşaklık ve yapı bütünlüğü bakımından en yüksek puanı alan örnek olmuştur.

Tüm analiz sonuçları, duyuusal değerlendirmeler ve raf ömrü testleri birlikte incelendiğinde, D97 numaralı şekeriz şerit sakız örneği hem fiziko-mekanik özellikler hem de

tüketici algısı açısından bu tez çalışmasında en başarılı şekersiz sakız formülasyonu olarak belirlenmiştir.

Bu tez çalışmasından elde edilen bilimsel bulgular ışığında aşağıdaki öneriler verilebilir.

1. Şekersiz sakız üretiminde kullanılacak toz sorbitolün, $D_{10} = 75-90 \mu\text{m}$, $D_{50} = 200-225 \mu\text{m}$ ve yığın yoğunluğu $= 0.50-0.55 \text{ g/cm}^3$ olacak şekilde optimize edilmesi önerilmektedir. Bu parametreler, tat, doku, sertlik ve çiğneme davranışı açısından en uygun özellikleri sağlamaktadır.
2. RSM optimizasyon analizine göre, D97 örneği, partikül mühendisliği açısından ideal kombinasyonu temsil etmekte olup; sektör için örnek bir model reçete niteliği taşımaktadır. D97'nin üretim parametreleri referans alınarak ticarileştirilebilir ürün formülasyonları geliştirilebilir.
3. Gama kristal formunun baskın olduğu sorbitol örneklerinin kullanımı, ürünün raf ömrü süresince doku stabilitesini ve mekanik dayanıklılığı artırmaktadır. Kristalizasyon sürecinde bu formun hedeflenmesi önerilir.
4. Formülasyonda yer alan nem tutucular (gliserin, maltitol) ve lesitin, partikül boyutuna uygun olarak optimize edilmelidir. Bu maddeler, yapısal bütünlük ve ağız hissiyatı üzerinde doğrudan etkilidir.
5. D97 numaralı örnek, hem sektörel hem akademik anlamda referans ürün olarak önerilmekte olup; ilerleyen çalışmalarda farklı aroma tipleriyle, film kaplama uygulamalarıyla ya da fonksiyonel içeriklerle zenginleştirilerek yeni ürün tasarımlarına temel teşkil edebilir.

Sonuç olarak, bu tez çalışması, şekersiz sakız formülasyonunda kullanılan toz sorbitolün fiziksel özelliklerinin ürün kalitesi üzerindeki etkilerini bilimsel olarak ortaya koymuş ve optimum üretim parametrelerini net bir biçimde tanımlamıştır. Özellikle D97 numaralı örnek, elde edilen tüm veriler ışığında tezin en iyi şekersiz sakız örneği olarak belirlenmiş ve partikül mühendisliğinin hem duyu kalite hem de üretim verimliliği açısından taşıdığı önemi güçlü

bir şekilde ortaya koymuřtur. Bu tez alıřması, gıda sektöründe fonksiyonel tatlandırıcıların tasarımı ve optimizasyonu konusunda literatüre özgün katkı saėlamaktadır.



KAYNAKLAR

Ahmed, M. J., Khadom, A. A. ve Kadhum. A. A. H. (2009). Optimization hydrogenation process of D-glucose to D-sorbitol over Raney nickel catalyst. *European Journal of Scientific Research*. 30(2). 294–304.

Arancibia, C., Castro, C., Jublot, L., Costell, E. ve Bayarri. S. (2015). Colour rheology flavour release and sensory perception of dairy desserts. Influence of thickener and fat content. *LWT-Food Science and Technology*. 62. 408-416.

Ayala-Zavala, J. F., Gonzalez-Aguilar, G. A. ve Del-Toro-Sanchez, L. (2009). Enhancing safety and aroma appealing of fresh-cut fruits and vegetables using the antimicrobial and aromatic power of essential oils. *Journal of Food Science*. 74(7). 84-90.

Barkalow, D. G., Greenberg, M. J., Chapdelaine, A. H. ve Urnezis, F. W. (1995). Chewing gum compositions and methods for manufacturing same (U.S. Patent No. 5.455.053). Washington. DC: U.S. Patent and Trademark Office.

Baysal, A., Ozbek, N. ve Akman, S. (2010). A practical solid sampling method for the determination of lead in chewing gum by electrothermal atomic absorption spectrometry. *Food Chemistry*. 123. 901-904.

Bensouissi, A., & Camuel, N. (2017). Sorbitol powder composition and chewing gum comprising said composition (U.S. Patent Application No. US20170150736A1). United States Patent and Trademark Office.

Blee, N., Linforth, R., Yang, N., Brown, K. ve Taylor, A. (2011). Variation in aroma release between panelists consuming different types of confectionary. *Flavour and Fragrance Journal*. 26. 186-191.

Boyd, I. W. T. ve Stanley, J. (1999). Washington. DC: U.S. Patent and Trademark Office.

Camuel, N. ve Bensouissi, A. (2016). Method for improving the organoleptic properties of sorbitol-based sugar-free chewing gum (U.S. Patent No. 20160037797A1). Washington. DC: U.S. Patent and Trademark Office.

Carbonell-Barrachina. A. A., García. E., Sánchez Soriano, J., Aracil, P. ve Burló, F. (2002). Effects of raw materials. ingredients. and production lines on arsenic and copper concentrations in confectionery products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 50(13). 3738–3742.

Chapdelaine, A. H., Kures, V. J. ve Grey, R. T. (1988). Method of optimizing texture and processability of chewing gums and compositions made therefrom (U.S. Patent No. 4.803.083). Washington. DC: U.S. Patent and Trademark Office.

Chranioti, C., Nikoloudaki, A., & Tzia, C. (2015). Saffron and beetroot extracts encapsulated in maltodextrin, gum Arabic, modified starch and chitosan: Incorporation in a chewing gum system. *Carbohydrate Polymers*, 127, 252–263.

Davidson, J. M., Linforth, R. S., Hollowod, T. A. ve Taylor, A. J. (1999). Effect of sucrose on the perceived flavor intensity of chewing gum. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 47. 4336-4340.

Davidson, J. M., Linforth, R. S. T., Hollowood, T. A., Taylor, A. J. (2000). In “Flavor Release”. Roberts, D.D., Taylor, A.J. (eds). American Chemical Society. Washington DC. pp. 99-111.

De Ross, K. B. ve Wolswinkel, K. (1994). Non-equilibrium partition model for predicting flavor release in the mouth. In Maarse. H., van den Heij. D.G. Proceedings of the 7th 687 Weurman Flavour Research Symposium. Noordwijkerhout. Trends in flavor research; Proceedings of the 7th 688 Weurman Flavour Research Symposium. Noordwijkerhout (vol. 35. pp.15-31).Amsterdam. Elsevier.

De Roos. K. B. (1997). How lipids influence food flavor. *Food Technology*. 51. 60-62.

De Ross, K. B. (2003). Effect of texture and microstructure on flavor retention and release. *International Dairy Journal*. 13(8). 593-605.

DeJong, A. E. (2018). Sorbitol Crystallization: Factors Impacting Crystal Growth and Polymorphism in Confectionery Systems. ProQuest Dissertations And Theses; Thesis (Ph.D.)-The University of Wisconsin - Madison, 2018.; Publication Number: AAT 10816333; ISBN: 9780355945331; Source: Dissertation Abstracts International, Volume: 79-09(E), Section: B.; 303 p.

Delarue, J. ve Loescher, E. (2004). Dynamic of Food Preferences: a case study with chewing gums. *Food Quality and Preferences*. 15(7-8). 771-779.

Ding, S. ve Yang, J. (2021). The effects of sugar alcohols on rheological properties. functionalities. and texture in baked products – A review. *Trends in Food Science ve Technology*. 111. 670–679.

- Druizer, L. M., Bloom, K. ve Findlay, C. J. (1996). Dual-attribute time intensity measurement of sweetness and peppermint perception of chewing gum. *Journal of Food Science*. 61(3). 636-638.
- Duflot, P., Boit, B., Haverskerque, L. ve Lis. J. (2012). Granulated Sorbitol and Process for Its Preparation. U.S. Patent and Trademark Office.
- Edin, K., Fida-Lassang, N. ve Schmaltz, L. (2010). Determination of butylated hydroxytoluene in chewing gum using GC-MS. *Concordia College Journal of Analytical Chemistry*. 1. 14-18.
- Fitzpatrick, J. J. ve Ahrné, L. (2005). Food powder handling and processing: Industry problems. knowledge barriers and research opportunities. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*. 44(2). 209-214.
- Florey, K., Brittain, H. G., Mazzo, D. J., Wozniak, T. J., Brenner, G. S., Forcier, G. A., & Al-Badr, A. A. (Eds.). (1992). *Analytical profiles of drug substances and excipients (Vol. 20)*. Academic Press.
- Fritz, D. (2006). *Formulation and production of chewing gum and bubble gum*. Kennedys Publications Ltd., London. UK.
- Fritz, D. (1999). Chewing gum technology. In *Sugar confectionery manufacture*. Ed Jackson. E.B. An Aspen Publication. Gaithersburg. Maryland.
- Ghosh, S. ve Sudha, M. L. (2012). A review on polyols: New frontiers for health-based bakery products. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*. 63(3). 372–379.
- Gonzalez-Tomas, L., Bayarri, S., Taylor, A. J. ve Costell, E. (2007). Flavour release and perception from model dairy custards. *Food Research International*. 40. 520-528.
- Guinard, J. X., Zoumas-Morse, C., Walchak, C. ve Simpson, H. (1997). Relation between saliva flow and flavor release from chewing gum. *Physiology ve Behavior*. 61(4). 591-596.
- Harrison, M. (2000). Mathematical models of release and transport of flavors from foods in the mouth of the olfactory epithelium. In *Flavor Release*. Roberts.D.D., Taylor. A.J. eds. Oxford University Press. Washington DC. vol. 763. pp.179-191.
- Hearty. Á., Lau, A. ve Roberts, A. (2014). Chewing gum intake in Europe: A survey of intakes in France. Germany. Italy. Spain and the UK. *Food Additives and Contaminants - Part A Chemistry. Analysis. Control. Exposure and Risk Assessment*. 31(7). 1147–1157.

- Itobe, T., Kumazawa, K., Inagaki, S. ve Nishimura, O. (2012). A new approach to estimate the elution characteristics of odorants in chewing gum during chewing. *Food Science and Technology Research*. 18(2). 295-302.
- Jamieson, P. R., Le, A. S. ve Mulderrig, K. B. (2012). In L. O. Nabors (Ed.), *Alternative sweeteners* (4th ed.). CRC Press. <https://books.google.com/books?id=coDPwzFX7rAC>
- Keršienė, M., Adams, A., Dubra, A., De Kimpe, N. ve Leskauskaitė, D. (2008). Interactions between flavour release and rheological properties in model custard desserts: Effect of starch concentration and milk fat. *Food Chemistry*. 108.1183-1191.
- Konar, N., Palabiyik, I., Toker, O. S. ve Sagdic, O. (2016). Chewing gum: Production. quality parameters and opportunities for delivering bioactive compounds. *Trends in Food Science and Technology*. 55. 29–38.
- Krause, A. J., Henson, L. S. ve Reineccius, G. A. (2011). Use of a chewing gum device to perform a mass balance on chewing gum components. *Flavor and Fragrance Journal*. 26. 47-54.
- Linforth, R. S. T., Blissett, A. ve Taylor, A. J. (2005). Differences in the effect of bolus weight on flavor release into the breath between low-fat and high-fat products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53. 7217-7221.
- Maggi, L., Conte, U., Nhamias, A., Grenier, P. ve Vergnault, G. (2013). Evaluation of accelerated stability test conditions for medicated chewing gums. *Drug Development and Industrial Pharmacy*. 39(10). 1500-1507.
- McGowan, B. A., Padua, G. W. ve Lee, S.-Y. (2005). Formulation of corn zein chewing gum and evaluation of sensory properties by the time-intensity method. *Journal of Food Science*. 70(7). S475-S481.
- McGowan, B. A. ve Lee, S.-Y. (2006). Comparison of methods to analyze time intensity curves in corn zein chewing gum study. *Food Quality and Preference*. 17(3-4). 296-306.
- Neyraud, E., Prinz, J. ve Dransfield, E. (2003). NaCl and sugar release. salivation and taste during mastication of salted chewing gum. *Physiology ve Behavior*. 79(4- 5). 731-737.
- Nezzal, A., Aerts, L., Verspaille, M., Henderickx, G. ve Redl, A. (2009). Polymorphism of sorbitol. *Journal of Crystal Growth*.

- Niederer, B., Le, A. ve Cantergiani, E. (2003). Thermodynamic study of two different chewing-gum bases by inverse gas chromatograph. *Journal of Chromatography A*. 996(1-2). 189-194.
- Norton, C., Ng, G. ve Vyakaranam. K. (2016). Process of using sorbitol of small and large crystal sizes to achieve gum texture and chewing gum including the sorbitol combination (Patent No. WO2016140995A1). World Intellectual Property Organization. <https://patents.google.com/patent/WO2016140995A1/en>.
- Ovejero-Lopez, I., Bro, R. ve Bredie, W. L. P. (2005). Univariate and multivariate modeling of flavor release in chewing gum using time-intensity: a comparison of data analytical methods. *Food Quality and Preferences*. 16(4). 327-343.
- Ovejero-Lopez, I., Haahr, A.-M., Van Den Berg, F. ve Bredie, W. L. P. (2004). Flavor release measurement from gum model system. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 52. 8119-8126.
- Paradkar, M., Gajra, B. ve Patel, B. (2016). Formulation development and evaluation of medicated chewing gum of anti-emetic drug. *Saudi Pharmaceutical Journal*. 24(2). 153–164.
- Potineni, R.V. (2007). Mechanisms of Flavor Release and Perception in Sugar-Free Chewing Gum. PhD Thesis. The Pennsylvania State University. The Graduate School. Department of Food Science. US.
- Potineni, R. V. ve Peterson, D. G. (2008a). Mechanisms of flavor release in chewing gum: Cinnamaldehyde. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 56. 3260-3267.
- Potineni, R. V. ve Peterson, D. G. (2008b). Influence of flavor solvent on flavor release and perception in sugar-free chewing gum. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 56(9). 3254–3259.
- Raithore, S. ve Peterson, D. G. (2018). Effects of polyol type and particle size on flavor release in chewing gum. *Food Chemistry*. 253(January). 293–299.
- Raithore, S. (2012). Effect of polyols on flavor release during mastication of sugar free confections. PhD Thesis. University of Minnesota. pp.166.
- Reddy, G. G., Sushma, J., Chinmayi, Ganesh, K., Kalyani, V., & Deshpande, K. L. (2024). Formulation and evaluation of medicated chewing gum of Itopride HCl as an anti-emetic agent. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Research*, 30(10), 30–40.

Reiff, F. (1985). Sorbitol, process for its preparation, and use thereof (Patent No. US4507511A). United States Patent and Trademark Office.

Santos, M. G., Carpinteiro. D. A., Thomazini. M., Rocha-Selmi. G. A., da Cruz. A.G., Rodrigues. C. E. C. ve Favaro-Trindade. C. S. (2014). Coencapsulation of xylitol and menthol by double emulsion followed by complex coacervation and microcapsule application in chewing gum. *Food Research International*. 66. 454- 462.

Shah, J. (2017). Effect of Bulk Density on Tensile Strength of Tablets Prepared By Using Hiceltmmcc (Microcrystalline Cellulose) and Hiceltmsmcc (Silicified Microcrystalline Cellulose). *World Journal of Pharmaceutical Research*. September. 841–852.

Siefarth, C., Tyapkova, O., Beauchamp, J., Schweiggert, U., Buettner, A. ve Bader, S., S. (2011). Influence of polyols and bulking agents on flavor release from low viscosity solutions. *Food Chemistry*. 129. 1462-1468.

Sotsman, K., Potineni, P. V., McMillan, E. ve Antennuci, R. N. (2009). In “4th International Conference on Proton Transfer”. Hansel. A., Dunkl. J. (eds). Insbruck University Press. Insbruck. pp. 61-65.

Soutmann, K., Van Lochem, R. ve De Roos, K. (2003). The Influence of gum base composition on flavor release from chewing gum. In “Flavour Research at the Dawn of the Twenty-first Century”. ed. Le Quere. J.L., Etievant. P.X., Lavoisier. Cachan. pp. 252-255.

Tisdale, E. ve Wilkins, C. (2014). Method development for compositional analysis of low molecular weight poly(vinyl acetate) by matrix-assisted/laser desorption-mass spectrometry and its application to analysis of chewing gum. *Analytica Chimica Acta*. 820. 92–103.

TGK, 1999. Türk Gıda Kodeksi Sakız Tebliği (Tebliğ No:99/2). T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı, Üniversiteler Mah. Dumlupınar Bulvarı, No: 161, 06800, Çankaya/ANKARA.

Valduga, E., Lazzari, M. R., Xardanega, R. ve Di Luccio, M. (2012). Evaluation of sugar inversion in chewing gum added of sodium lactate. *Journal of Food Process Engineering*. 35 (1). 37-53.

van den Ban, S. ve Goodwin, D. J. (2017). The impact of granule density on tableting and pharmaceutical product performance. *Pharmaceutical Research*. 34(5). 1002–1011.

- Van Ruth, S. M., de Witte, L. ve Rey Uriarte, A. (2004). Volatile flavor analysis and sensory evaluation of custard desserts varying in type and concentration of carboxymethyl cellulose. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 52.8105-8110.
- Wang, J., Yao, K., Korich, A. L., Li, S., Ma, S., Ploehn, H. J., Iovine, P. M., Wang, C., Chu, F. ve Tang, C. (2011). Combining renewable gum rosin and lignin: Towards hydrophobic polymer composites by controlled polymerization. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*. 49. 3728-3738.
- Willibald-Ettle, I. ve Schiweck, H. (1996). Properties and applications of isomalt and other bulk sweeteners. *Advances in Sweeteners*. 134–149.
- Wong, S. W., Yu, B., Curran, P. ve Zhou, W. (2009). Characterizing the release of flavor compounds from chewing gum through HS-SPME analysis and mathematical modeling. *Food Chemistry*. 114(3). 852-858.
- Yamano, T., & Tezuka, S. (1979). Studies on the release of flavor from chewing gum. *Journal of the Food Hygienic Society of Japan (Shokuhin Eiseigaku Zasshi)*, 20, 456–461.
- Yang, X., Wang, G. ve Zhang, X. (2004). Release kinetics of catechins from chewing gum. *Journal of Pharmaceutical Science*. 93(2). 293-299.
- Yang, Y., Yin, J. ve Shao, B. (2011). Simultaneous determination of five aluminum lake dyes in chewing gum by HPLC with photodiode array detection. *Food Additives and Contaminants - Part A Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment*. 28(9). 1159–1167.
- Zhang, J., Cheong, M-W., Yu, B., Curran, P. ve Zhou, W. (2014). Second Order Kinetic Modelling of head space solid phase microextraction of flavors released from selected food model systems. *Molecules*. 19. 13894-13908
- Zumbé, A., Lee, A. ve Storey, D. (2001). Polyols in confectionery: the route to sugar-free, reduced sugar and reduced calorie confectionery. *British Journal of Nutrition*. 85(1). 31-45.

EKLER

Ek A

CAMSIZER X2

MICROTRAC
ME

TOZ SORBITOL

Company:	SUNAR MISIR
User:	BB
Result file:	C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 1.rdf
Task file:	C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg
Time:	10/4/2022, 21:15, duration 0 min 43 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa
Size definition:	xc_min
No. of particles:	CCD-B = 1252703 , CCD-Z = 537990
Velocity adaption:	sunartozsorbitol.fv
Fitting:	no
Material:	

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	14.1	14.1	0.776	0.910	0.760	231408888
56.0	63.0	1.2	15.3	0.756	0.894	0.701	21354
63.0	71.0	1.8	17.1	0.774	0.892	0.699	31941
71.0	80.0	2.2	19.3	0.852	0.893	0.779	26075
80.0	90.0	2.8	22.1	0.829	0.900	0.761	24174
90.0	100.0	2.9	25.0	0.854	0.888	0.738	18490
100.0	112.0	4.0	29.0	0.904	0.893	0.780	19468
112.0	125.0	4.9	33.9	0.895	0.891	0.771	15248
125.0	140.0	6.1	40.0	0.888	0.889	0.767	14240
140.0	160.0	8.2	48.2	0.884	0.889	0.769	13534
160.0	180.0	7.3	55.5	0.875	0.886	0.760	8199
180.0	200.0	6.6	62.1	0.869	0.885	0.757	5167
200.0	224.0	6.8	68.9	0.864	0.883	0.755	3849
224.0	250.0	6.3	75.2	0.856	0.883	0.748	2597
250.0	280.0	6.1	81.3	0.853	0.883	0.748	1770
280.0	315.0	5.8	87.1	0.849	0.883	0.748	1220
315.0	355.0	5.3	92.4	0.850	0.885	0.753	779
355.0	400.0	4.5	96.9	0.848	0.886	0.762	492
400.0	450.0	2.6	99.5	0.862	0.891	0.792	205
450.0	500.0	0.5	100.0	0.876	0.894	0.835	22
500.0	560.0	0.0	100.0	0.870	0.883	0.820	1
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

Ek B

CAMSIZER X2 MICROTRAC

POWDER SORBITOL

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 2.rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

6/29/2022, 12:49, duration 1 min 27 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 1683216 , CCD-Z = 741073

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.fv

Fitting:

no

Material:

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	9.5	9.5	0.765	0.906	0.762	300231047
56.0	63.0	1.1	10.6	0.780	0.893	0.732	44123
63.0	71.0	1.7	12.3	0.738	0.893	0.756	52729
71.0	80.0	2.7	15.0	0.803	0.897	0.784	57578
80.0	90.0	3.2	18.2	0.824	0.901	0.778	45517
90.0	100.0	2.8	21.0	0.845	0.897	0.780	31039
100.0	112.0	4.4	25.4	0.915	0.898	0.812	37785
112.0	125.0	4.9	30.3	0.906	0.897	0.804	28115
125.0	140.0	5.9	36.2	0.896	0.894	0.794	23812
140.0	160.0	7.5	43.7	0.890	0.894	0.790	21574
160.0	180.0	7.0	50.7	0.879	0.891	0.779	13568
180.0	200.0	6.7	57.4	0.872	0.890	0.775	9076
200.0	224.0	7.4	64.8	0.864	0.886	0.772	7411
224.0	250.0	7.4	72.2	0.852	0.885	0.762	5266
250.0	280.0	7.6	79.8	0.848	0.885	0.763	3884
280.0	315.0	7.3	87.1	0.842	0.883	0.764	2614
315.0	355.0	7.0	94.1	0.841	0.886	0.774	1865
355.0	400.0	4.5	98.6	0.848	0.888	0.797	852
400.0	450.0	1.3	99.9	0.834	0.884	0.808	177
450.0	500.0	0.1	100.0	0.828	0.868	0.832	11
500.0	560.0	0.0	100.0	0.800	0.872	0.854	2
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

CAMSIZER X2**TOZ SORBITOL**

Company:	SUNAR MISIR
User:	BB
Result file:	C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 3 .rdf
Task file:	C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg
Time:	10/28/2022, 13:36, duration 0 min 13 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa
Size definition:	xc_min
No. of particles:	CCD-B = 433124 , CCD-Z = 97710
Velocity adaption:	sunartozsorbitol.ftv
Fitting:	no
Material:	

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	4.5	4.5	0.758	0.901	0.737	31733712
56.0	63.0	1.1	5.6	0.741	0.896	0.705	22916
63.0	71.0	1.6	7.2	0.779	0.889	0.683	23730
71.0	80.0	2.0	9.2	0.807	0.896	0.750	18229
80.0	90.0	3.2	12.4	0.835	0.890	0.745	20744
90.0	100.0	3.6	16.0	0.826	0.884	0.760	17517
100.0	112.0	4.7	20.7	0.900	0.889	0.784	16695
112.0	125.0	5.2	25.9	0.891	0.888	0.776	12148
125.0	140.0	6.0	31.9	0.881	0.885	0.770	10573
140.0	160.0	7.8	39.7	0.875	0.885	0.768	9333
160.0	180.0	7.1	46.8	0.866	0.883	0.761	5862
180.0	200.0	6.5	53.3	0.858	0.880	0.757	3806
200.0	224.0	7.0	60.3	0.852	0.879	0.758	2933
224.0	250.0	6.8	67.1	0.846	0.879	0.755	2079
250.0	280.0	7.1	74.2	0.840	0.878	0.751	1556
280.0	315.0	7.2	81.4	0.837	0.879	0.750	1088
315.0	355.0	8.2	89.6	0.832	0.879	0.754	916
355.0	400.0	6.8	96.4	0.843	0.885	0.777	564
400.0	450.0	3.2	99.6	0.842	0.884	0.806	191
450.0	500.0	0.4	100.0	0.824	0.867	0.787	13
500.0	560.0	0.0	100.0				0
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

CAMSIZER X2**TOZ SORBITOL**

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 5 .rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

9/3/2022, 16:07, duration 0 min 17 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 279407 , CCD-Z = 112499

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.ftv

Fitting:

no

Material:

Size class	[μ m]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	11.6	11.6	0.781	0.899	0.752	203578493
56.0	63.0	0.5	12.1	0.589	0.830	0.765	20856
63.0	71.0	0.6	12.7	0.702	0.892	0.779	20569
71.0	80.0	0.3	13.0	0.913	0.885	0.819	1859
80.0	90.0	0.4	13.4	0.909	0.887	0.802	1650
90.0	100.0	1.0	14.4	0.801	0.848	0.826	5407
100.0	112.0	1.6	16.0	0.891	0.887	0.769	3924
112.0	125.0	2.7	18.7	0.884	0.887	0.759	5015
125.0	140.0	4.7	23.4	0.880	0.886	0.772	6396
140.0	160.0	7.5	30.9	0.878	0.887	0.777	7345
160.0	180.0	7.3	38.2	0.864	0.882	0.768	4774
180.0	200.0	7.0	45.2	0.854	0.879	0.762	3339
200.0	224.0	8.0	53.2	0.844	0.878	0.758	2633
224.0	250.0	7.8	61.0	0.836	0.875	0.754	1909
250.0	280.0	8.2	69.2	0.828	0.875	0.752	1424
280.0	315.0	8.4	77.6	0.822	0.876	0.753	1021
315.0	355.0	9.8	87.4	0.816	0.877	0.754	847
355.0	400.0	8.5	95.9	0.823	0.880	0.769	545
400.0	450.0	3.6	99.5	0.820	0.877	0.790	170
450.0	500.0	0.4	99.9	0.779	0.877	0.797	14
500.0	560.0	0.1	100.0	0.646	0.798	0.793	3
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

CAMSIZER X2



TOZ SORBITOL

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 6.rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

10/30/2022, 21:37, duration 0 min 38 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 938289 , CCD-Z = 304265

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.ftv

Fitting:

no

Material:

Size class	[µm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/I3	PDN
	< 56.0	8.7	8.7	0.763	0.908	0.748	138615206
56.0	63.0	1.3	10.0	0.703	0.903	0.740	51141
63.0	71.0	1.7	11.7	0.715	0.893	0.703	43030
71.0	80.0	1.6	13.3	0.853	0.909	0.769	20286
80.0	90.0	2.0	15.3	0.845	0.883	0.761	20553
90.0	100.0	1.7	17.0	0.838	0.898	0.777	12166
100.0	112.0	3.1	20.1	0.912	0.896	0.796	15208
112.0	125.0	3.8	23.9	0.906	0.896	0.791	12319
125.0	140.0	5.0	28.9	0.897	0.894	0.781	11315
140.0	160.0	7.0	35.9	0.894	0.894	0.784	11492
160.0	180.0	7.2	43.1	0.887	0.893	0.780	8039
180.0	200.0	7.0	50.1	0.882	0.892	0.776	5571
200.0	224.0	7.9	58.0	0.879	0.892	0.775	4508
224.0	250.0	7.9	65.9	0.870	0.890	0.766	3221
250.0	280.0	8.5	74.4	0.870	0.893	0.770	2471
280.0	315.0	8.8	83.2	0.868	0.893	0.767	1833
315.0	355.0	8.5	91.7	0.874	0.897	0.780	1273
355.0	400.0	6.0	97.7	0.882	0.900	0.805	670
400.0	450.0	1.8	99.5	0.868	0.887	0.819	149
450.0	500.0	0.2	99.7	0.881	0.917	0.878	5
500.0	560.0	0.0	99.7	0.938	0.902	0.913	2
560.0	630.0	0.0	99.7	0.838	0.883	0.841	1
630.0	710.0	0.0	99.7				0
710.0	800.0	0.0	99.7				0
800.0	900.0	0.0	99.7				0
900.0	1000.0	0.0	99.7				0
> 1000.0		0.3	100.0	0.718	0.895	0.809	1

CAMSIZER X2**TOZ SORBITOL**

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 7.rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

7/28/2022, 17:10, duration 0 min 23 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 370735 , CCD-Z = 118862

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.ftv

Fitting:

no

Material:

Size class	[μm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	5.2	5.2	0.784	0.904	0.757	53645205
56.0	63.0	0.6	5.8	0.680	0.885	0.738	8269
63.0	71.0	1.2	7.0	0.750	0.874	0.652	16501
71.0	80.0	0.9	7.9	0.789	0.881	0.778	6587
80.0	90.0	1.4	9.3	0.838	0.885	0.813	8235
90.0	100.0	1.8	11.1	0.813	0.892	0.739	6915
100.0	112.0	2.6	13.7	0.905	0.892	0.791	7355
112.0	125.0	3.6	17.3	0.899	0.892	0.785	6899
125.0	140.0	5.5	22.8	0.889	0.891	0.778	7676
140.0	160.0	8.5	31.3	0.887	0.891	0.784	8366
160.0	180.0	8.5	39.8	0.875	0.887	0.776	5794
180.0	200.0	8.2	48.0	0.866	0.884	0.769	3984
200.0	224.0	9.1	57.1	0.859	0.882	0.770	3124
224.0	250.0	8.4	65.5	0.850	0.880	0.767	2091
250.0	280.0	9.1	74.6	0.838	0.878	0.764	1597
280.0	315.0	9.4	84.0	0.836	0.880	0.765	1225
315.0	355.0	8.3	92.3	0.830	0.879	0.772	746
355.0	400.0	5.9	98.2	0.828	0.878	0.785	398
400.0	450.0	1.7	99.9	0.817	0.869	0.804	83
450.0	500.0	0.1	100.0	0.855	0.915	0.864	1
500.0	560.0	0.0	100.0				0
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

CAMSIZER X2**TOZ SORBITOL**

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 21.rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

10/12/2022, 0:51, duration 0 min 13 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 699620 , CCD-Z = 218108

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.ftv

Fitting:

no

Material:

Size class	[μm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	16.9	16.9	0.778	0.905	0.745	368150547
56.0	63.0	1.6	18.5	0.773	0.904	0.729	107931
63.0	71.0	0.9	19.4	0.748	0.859	0.683	27127
71.0	80.0	0.7	20.1	0.878	0.898	0.833	8641
80.0	90.0	0.8	20.9	0.857	0.870	0.759	7435
90.0	100.0	1.0	21.9	0.730	0.902	0.766	3406
100.0	112.0	1.6	23.5	0.900	0.893	0.769	5621
112.0	125.0	2.1	25.6	0.891	0.893	0.754	4749
125.0	140.0	2.9	28.5	0.886	0.891	0.752	4999
140.0	160.0	4.5	33.0	0.888	0.893	0.765	5524
160.0	180.0	4.6	37.6	0.879	0.890	0.759	3862
180.0	200.0	4.6	42.2	0.874	0.889	0.751	2665
200.0	224.0	5.6	47.8	0.871	0.889	0.753	2328
224.0	250.0	6.1	53.9	0.864	0.888	0.748	1905
250.0	280.0	6.8	60.7	0.858	0.886	0.746	1438
280.0	315.0	8.4	69.1	0.852	0.885	0.742	1278
315.0	355.0	9.8	78.9	0.852	0.885	0.742	1065
355.0	400.0	11.7	90.6	0.861	0.891	0.770	949
400.0	450.0	7.8	98.4	0.869	0.893	0.797	466
450.0	500.0	1.2	99.6	0.827	0.866	0.802	51
500.0	560.0	0.1	99.7	0.722	0.772	0.799	3
560.0	630.0	0.0	99.7	0.840	0.888	0.806	1
630.0	710.0	0.0	99.7				0
710.0	800.0	0.0	99.7				0
800.0	900.0	0.0	99.7				0
900.0	1000.0	0.3	100.0	0.613	0.810	0.520	1
> 1000.0		0.0	100.0				0

CAMSIZER X2**TOZ SORBITOL**

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 22.rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

10/20/2022, 4:45, duration 0 min 34 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 592812 , CCD-Z = 242925

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.ftv

Fitting:

no

Material:

Size class	[μm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	9.3	9.3	0.763	0.907	0.761	120825196
56.0	63.0	1.0	10.3	0.738	0.908	0.684	21725
63.0	71.0	1.4	11.7	0.728	0.893	0.692	24449
71.0	80.0	1.2	12.9	0.786	0.899	0.769	12213
80.0	90.0	1.0	13.9	0.824	0.888	0.749	6368
90.0	100.0	1.7	15.6	0.817	0.890	0.701	6754
100.0	112.0	2.3	17.9	0.902	0.894	0.775	7759
112.0	125.0	3.1	21.0	0.896	0.895	0.765	6798
125.0	140.0	4.2	25.2	0.889	0.894	0.760	6565
140.0	160.0	6.1	31.3	0.888	0.893	0.768	7025
160.0	180.0	6.0	37.3	0.882	0.892	0.764	4574
180.0	200.0	6.0	43.3	0.872	0.888	0.753	3326
200.0	224.0	7.0	50.3	0.868	0.888	0.753	2734
224.0	250.0	7.1	57.4	0.859	0.885	0.748	2008
250.0	280.0	7.8	65.2	0.858	0.887	0.747	1554
280.0	315.0	8.0	73.2	0.851	0.885	0.744	1147
315.0	355.0	9.5	82.7	0.851	0.885	0.755	971
355.0	400.0	9.5	92.2	0.855	0.889	0.769	719
400.0	450.0	5.9	98.1	0.858	0.888	0.790	324
450.0	500.0	1.4	99.5	0.826	0.866	0.788	52
500.0	560.0	0.2	99.7	0.789	0.853	0.853	4
560.0	630.0	0.0	99.7	0.770	0.805	0.727	1
630.0	710.0	0.0	99.7				0
710.0	800.0	0.0	99.7				0
800.0	900.0	0.0	99.7				0
900.0	1000.0	0.0	99.7				0
> 1000.0		0.3	100.0	0.828	0.948	0.895	1

CAMSIZE X2**TOZ SORBITOL**

Company:

SUNAR MISIR

User:

BB

Result file:

C:\Particle_X-Plorer\CAMDAT\SUNAR RAW DATA\SAKIZ SET 24.rdf

Task file:

C:\CamsizerX2\CAMSYS\tozsorbitolarge.afg

Time:

9/29/2022, 16:28, duration 0 min 16 s at 0.2 % covered area , image rate 1:1 , with X-Jet, gap width = 4.0 mm, dispersion pressure = 50.0 kPa

Size definition:

xc_min

No. of particles:

CCD-B = 262782 , CCD-Z = 98499

Velocity adaption:

sunartozsorbitol.ftv

Fitting:

no

Material:

Size class	[μm]	p3 [%]	Q3 [%]	SPHT3	Symm3	b/l3	PDN
	< 56.0	3.2	3.2	0.802	0.909	0.791	27257344
56.0	63.0	0.3	3.5	0.735	0.846	0.708	3248
63.0	71.0	0.3	3.8	0.718	0.931	0.736	2170
71.0	80.0	0.2	4.0	0.906	0.879	0.807	1654
80.0	90.0	0.8	4.8	0.736	0.880	0.703	3192
90.0	100.0	1.2	6.0	0.751	0.874	0.669	2864
100.0	112.0	1.4	7.4	0.881	0.882	0.758	3378
112.0	125.0	2.3	9.7	0.872	0.880	0.750	3779
125.0	140.0	4.0	13.7	0.869	0.881	0.758	5230
140.0	160.0	6.6	20.3	0.861	0.878	0.762	6119
160.0	180.0	7.3	27.6	0.849	0.876	0.756	4468
180.0	200.0	7.4	35.0	0.841	0.874	0.750	3220
200.0	224.0	9.0	44.0	0.834	0.874	0.750	2807
224.0	250.0	9.6	53.6	0.825	0.872	0.748	2279
250.0	280.0	10.5	64.1	0.819	0.872	0.745	1667
280.0	315.0	11.3	75.4	0.813	0.872	0.752	1334
315.0	355.0	11.2	86.6	0.806	0.870	0.751	939
355.0	400.0	8.8	95.4	0.810	0.876	0.769	536
400.0	450.0	4.0	99.4	0.824	0.878	0.794	179
450.0	500.0	0.6	100.0	0.837	0.879	0.852	19
500.0	560.0	0.0	100.0				0
560.0	630.0	0.0	100.0				0
630.0	710.0	0.0	100.0				0
710.0	800.0	0.0	100.0				0
800.0	900.0	0.0	100.0				0
900.0	1000.0	0.0	100.0				0
> 1000.0		0.0	100.0				0

Ek İ

Constraints

Name	Goal	Lower Limit	Upper Limit	Lower Weight	Upper Weight	Importance
A:D10	is in range	30	120	1	1	3
B:D50	is in range	150	250	1	1	3
C:Bulk density	is in range	0,45	0,55	1	1	3
Tekstür	is in range	8,03	15,8	1	1	3

Ek İ (devamı)

Solutions

100 Solutions found

Number	D10	D50	Bulk density	Tekstür	Desirability	Selected
1	119,583	183,222	0,458	11,882	1,000	Selected
2	120,000	150,000	0,450	14,779	1,000	
3	30,000	150,000	0,450	10,197	1,000	
4	30,000	250,000	0,450	12,584	1,000	
5	120,000	150,000	0,550	15,692	1,000	
6	120,000	200,000	0,500	11,560	1,000	
7	30,000	250,000	0,550	12,967	1,000	
8	75,000	200,000	0,500	9,936	1,000	
9	75,000	150,000	0,500	12,838	1,000	
10	117,000	242,222	0,542	8,408	1,000	
11	75,000	250,000	0,500	10,130	1,000	
12	75,000	200,000	0,550	9,028	1,000	
13	30,000	200,000	0,500	11,808	1,000	
14	120,000	250,000	0,450	9,141	1,000	
15	75,000	200,000	0,450	8,380	1,000	
16	80,391	225,175	0,538	8,836	1,000	
17	97,805	182,245	0,550	10,452	1,000	
18	34,632	227,205	0,467	11,342	1,000	
19	41,400	164,316	0,491	11,477	1,000	
20	57,545	155,131	0,455	10,155	1,000	
21	74,500	217,491	0,513	9,611	1,000	
22	85,941	249,881	0,538	8,758	1,000	
23	85,468	240,654	0,507	9,493	1,000	
24	83,742	176,110	0,475	10,617	1,000	
25	64,456	200,096	0,541	9,562	1,000	
26	61,592	177,965	0,483	10,389	1,000	
27	86,544	158,319	0,481	12,233	1,000	
28	43,278	198,282	0,488	10,666	1,000	
29	35,823	188,544	0,520	11,485	1,000	
30	95,886	239,753	0,539	8,451	1,000	
31	70,715	176,323	0,506	10,919	1,000	
32	74,924	152,455	0,513	12,754	1,000	
33	102,464	165,719	0,468	12,227	1,000	
34	75,326	221,264	0,494	9,604	1,000	
35	78,401	153,572	0,522	12,781	1,000	
36	93,518	197,429	0,496	10,273	1,000	
37	59,383	174,418	0,467	9,906	1,000	
38	111,150	177,230	0,549	11,698	1,000	
39	71,690	181,342	0,527	10,555	1,000	
40	53,174	233,683	0,481	10,624	1,000	
41	35,695	249,460	0,477	12,960	1,000	
42	52,547	197,009	0,487	10,239	1,000	
43	33,862	229,239	0,489	12,171	1,000	
44	49,785	246,069	0,484	11,509	1,000	
45	94,635	157,571	0,518	13,281	1,000	
46	84,177	180,597	0,458	9,646	1,000	
47	74,021	163,846	0,546	11,318	1,000	
48	85,267	245,011	0,471	9,365	1,000	
49	49,378	176,841	0,503	11,046	1,000	
50	48,262	212,381	0,451	9,076	1,000	

Ek İ (devamı)

51	89,695	241,583	0,512	9,342	1,000
52	61,823	179,519	0,536	10,546	1,000
53	71,629	182,309	0,471	9,840	1,000
54	61,827	155,617	0,546	11,818	1,000
55	93,800	224,411	0,540	8,617	1,000
56	38,000	226,758	0,497	11,797	1,000
57	73,380	194,079	0,500	10,116	1,000
58	57,469	230,455	0,529	10,145	1,000
59	39,554	168,717	0,529	11,741	1,000
60	69,050	223,299	0,488	9,704	1,000
61	113,611	181,991	0,451	11,055	1,000
62	117,369	248,070	0,451	9,055	1,000
63	55,869	202,551	0,545	9,694	1,000
64	55,913	196,469	0,549	9,703	1,000
65	68,375	196,137	0,488	9,905	1,000
66	106,778	213,740	0,498	10,078	1,000
67	82,674	237,517	0,535	8,850	1,000
68	101,592	207,924	0,493	10,084	1,000
69	67,391	161,906	0,529	11,728	1,000
70	58,551	168,655	0,510	11,328	1,000
71	55,106	202,129	0,459	9,092	1,000
72	36,581	199,689	0,534	11,207	1,000
73	40,199	213,175	0,477	10,738	1,000
74	107,933	157,707	0,530	14,131	1,000
75	107,223	199,453	0,486	10,670	1,000
76	35,596	238,896	0,534	12,240	1,000
77	33,980	223,263	0,483	11,754	1,000
78	83,458	206,117	0,544	8,987	1,000
79	112,842	179,891	0,502	12,548	1,000
80	52,986	214,406	0,471	9,818	1,000
81	86,359	231,321	0,511	9,378	1,000
82	67,103	210,119	0,513	9,866	1,000
83	52,414	180,191	0,480	10,322	1,000
84	59,264	244,652	0,467	10,314	1,000
85	35,232	159,087	0,471	11,034	1,000
86	92,639	240,826	0,511	9,325	1,000
87	60,199	161,783	0,468	10,536	1,000
88	64,788	209,197	0,546	9,175	1,000
89	69,440	212,594	0,490	9,707	1,000
90	90,820	245,591	0,513	9,361	1,000
91	56,506	216,949	0,543	9,640	1,000
92	44,360	191,150	0,484	10,536	1,000
93	59,829	216,307	0,540	9,563	1,000
94	111,883	245,421	0,502	9,541	1,000
95	117,314	158,298	0,480	14,803	1,000
96	68,438	218,762	0,518	9,723	1,000
97	110,884	197,780	0,497	11,078	1,000
98	78,297	211,993	0,527	9,394	1,000
99	71,437	213,924	0,466	9,047	1,000
100	117,359	207,773	0,451	9,842	1,000

Ek İ (devamı)

Starting Points

Number of Starting Points: 115

D10	D50	Bulk density
30	150	0,55
120	150	0,45
30	150	0,45
30	250	0,45
120	150	0,55
120	200	0,5
30	250	0,55
75	200	0,5
75	150	0,5
120	250	0,55
75	250	0,5
75	200	0,55
30	200	0,5
120	250	0,45
75	200	0,45
80,3911	225,175	0,537737
97,8045	182,245	0,549626
34,6324	227,205	0,466646
41,3998	164,316	0,491373
57,5453	155,131	0,455222
74,5003	217,491	0,513307
85,9407	249,881	0,538063
85,468	240,654	0,506796
83,7422	176,11	0,475354
64,4555	200,096	0,541371
61,5921	177,965	0,48306
86,5441	158,319	0,481429
43,278	198,282	0,487852
35,8226	188,544	0,51979
95,8858	239,753	0,538666
70,7147	176,323	0,506223
74,9243	152,455	0,512826
102,464	165,719	0,468252
75,3257	221,264	0,493976
78,4013	153,572	0,522005
93,5181	197,429	0,495793
59,3827	174,418	0,467038
111,15	177,23	0,548814
71,6904	181,342	0,527381
53,1742	233,683	0,481398
35,695	249,46	0,477081
52,5467	197,009	0,487355
33,8624	229,239	0,488728
49,785	246,069	0,483791
94,6352	157,571	0,517658
84,1768	180,597	0,457866
74,0211	163,846	0,546039
85,2673	245,011	0,471374
49,3785	176,841	0,50293
48,2623	212,381	0,451039

Ek İ (devamı)

89,6946	241,583	0,512366
61,8233	179,519	0,535539
71,6287	182,309	0,470913
61,8274	155,617	0,546412
93,8001	224,411	0,539851
37,9999	226,758	0,49727
73,3798	194,079	0,500007
57,4685	230,455	0,529194
39,554	168,717	0,52871
69,0499	223,299	0,487557
113,611	181,991	0,450594
117,369	248,07	0,450652
55,8695	202,551	0,545383
55,9132	196,469	0,548587
68,3751	196,137	0,487746
106,778	213,74	0,498009
82,6736	237,517	0,535104
101,592	207,924	0,492694
67,3907	161,906	0,529276
58,5513	168,655	0,510484
55,1059	202,129	0,459014
36,581	199,689	0,533853
40,1986	213,175	0,476718
107,933	157,707	0,529532
107,223	199,453	0,486211
35,5961	238,896	0,534075
33,9804	223,263	0,482618
83,4576	206,117	0,544085
112,842	179,891	0,502323
52,9859	214,406	0,471293
86,3594	231,321	0,510566
67,1029	210,119	0,512629
52,4142	180,191	0,479922
59,264	244,652	0,46684
35,2322	159,087	0,470972
92,6385	240,826	0,510642
60,1994	161,783	0,467974
64,7876	209,197	0,546387
69,4397	212,594	0,490425
90,8195	245,591	0,512578
56,506	216,949	0,542839
44,3599	191,15	0,484288
59,8291	216,307	0,539892
111,883	245,421	0,501922
117,314	158,298	0,480454
68,4384	218,762	0,517507
110,884	197,78	0,497486
78,2969	211,993	0,527018
71,4365	213,924	0,466349
117,359	207,773	0,450621
86,1332	154,131	0,542545
91,3739	243,708	0,493837
49,7358	240,869	0,505059

Ek İ (devamı)

93,3205	192,325	0,492649
39,6247	152,698	0,477448
45,3891	167,648	0,504129
66,5861	150,157	0,49219
96,909	210,062	0,53366
116,617	228,326	0,453546
63,6993	166,243	0,511308
31,1876	200,493	0,53146
49,1969	236,161	0,543213
69,2393	236,155	0,493635
93,4465	172,742	0,507601
119,583	183,222	0,458286