

**Ultrasonik Nozul (Titreşim) Başlıklı Püskürtmeli Kurutma
Tekniğı İle Mavi Yemiş Tozu ve Mikrokapsülü Üretimi**

Program Kodu: 1001

Proje No: 1120828

Proje Yürütücüsü:
Doç. Dr. Talip KAHYAOĞLU

Araştırmacı:
Doç. Dr. Muhammet DERViŞOĞLU

Bursiyerler:
Alime CENGİZ
Dilara SANDIKÇI

KASIM 2014
İSTANBUL

ÖNSÖZ

Üzümsü meyveler yüksek su içeriklerinden dolayı uzun süre taşıma ve depolamaya uygun değildir. Bu sebeple gıda sanayinde farklı işlemlerden geçirilerek dayanımları arttırılmaktadır. Bunlardan biri kurutma işlemi olup, üzümsü meyvelerin içerdiği bileşenlerin sıcaklığa hassas olması kurutma işleminin önündeki en büyük engeldir. Gıda sanayinde ucuz ve yaygın olan kurutma yöntemlerinden birisi de püskürtmeli kurutma işlemidir. Ancak bu işlemde de yüksek sıcaklıktan dolayı bazı olumsuzluklar görülebilir. Püskürtmeli kurutma işleminin modifiye edilmesi için çeşitli çalışmalar mevcuttur. Bunlardan biri de püskürtme kurutucu için kullanılan nozul'un farklılaştırılmasıdır. Diğer bir yöntem ise püskürtmeli kurutucuda enkapsülasyon işleminin yapılmasıyla mikrokapsül üretimidir. Mikroenkapsülasyon işlemi, gıda bileşenlerinin fiziksel ve kimyasal dayanımlarını arttıran, aynı zamanda vitamin ve mineral zenginleştirilmesinden, tat ve aroma geliştirilmesine kadar bir çok farklı amaç için kullanılabilen, hızla gelişen bir teknolojidir. Her iki işlem sonucunda da elde edilecek ürün partikül (toz) formda olmaktadır.

Bu projede, gıda teknolojisinde yeni bir teknoloji olan ultrasonik nozul (titreşim) başlığı kullanılarak mavi yemiş meyve tozu ve mikrokapsülleri üretimi araştırılmıştır. Ayrıca mavi yemiş klasik nozul ile püskürtmeli kurutma ve dondurarak kurutma ile toz ve mikrokapsül haline getirilmiştir. Ultrasonik nozul ve klasik nozul ile püskürtmeli kurutucunun çalışma şartları yanıt yüzey yöntemi optimize edilmiştir. Optimize edilen şartlarda toz ve mikrokapsül üretilmiş ve bu ürünlerin fizikokimyasal özelliklerine bakılmıştır. Meyve tozu ve mikrokapsül üretim teknolojinin geliştirilmesi ile elde edilebilecek ekonomik değeri yüksek ürünler, model olarak dondurma ve kek içerisinde değerlendirilmiştir.

Proje sonuçları ile ultrasonik nozul teknolojisinden faydalanılarak düşük basınç altında besinsel öğelerin korunması sağlanmış ve daha verimli ürün elde edilme çalışmaları yapılmıştır. Yüksek düzeyde antioksidan aktivitesine ve renk özelliklerine sahip bu mavi yemiş dayanıklı hale getirilerek, yetiştirme mevsimine bağlı kalmaksızın yıl boyunca pek çok gıdada kullanımı sağlanarak içeriğindeki besinsel bileşenlerden yararlanılmış olacaktır. Meyvelerin biyoaktif bileşenlerinin mikroenkapsüle edilmesi ile teknolojik işlemlere karşı dayanıklılığının arttırılarak gıda sistemlerinde çeşitli şekillerde kullanılabileceği belirlenmiştir.

Projeyi destekleyerek gerçekleşmesini sağlayan Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu, TÜBİTAK'a, projeye ek destek sağlayan Ondokuz Mayıs Üniversitesi, OMÜ'ye, çalışmaların yürütüldüğü OMÜ ve Yıldız Teknik Üniversitesi, YTÜ Gıda Mühendisliği Bölümlerine, Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi, UNAM'a; Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi, KİTAM'a; projenin çalışmalarına önemli katkılar sağlayan, Feyza Tatar, Alime Cengiz ve Dilara Sandıkcı'ya teşekkür ederiz.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	i
İÇİNDEKİLER.....	ii
TABLO VE ŞEKİL LİSTELERİ	iv
ÖZET	ix
ABSTRACT	x
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ.....	3
2.1 Mavi yemiş.....	3
2.2. Mikroenkapsülasyon	3
2.2.1. Püskürtmeli kurutma yöntemi.....	6
2.2.2. Ultrasonik (Titreşimli) nozul	6
2.2.3. Dondurarak kurutma yöntemi.....	8
3. GEREÇ VE YÖNTEM.....	10
3.1 Mavi yemiş meyvesi ve pulpu fizikokimyasal analizleri	10
3.1.1 Kuru madde ve su aktivitesi.....	10
3.1.2 Renk	10
3.1.3 Toplam ve yüzey fenol analizi	10
3.1.4 Antioksidan aktivite analizi.....	10
3.1.5 Antosiyanin analizi	10
3.1.6 pH ve Titrasyon asitliği tayini	10
3.2 Mavi yemiş tozu üretimi	11
3.2.1 Mavi yemişten pulp elde etme	11
3.2.2 Toz üretimi	11
3.3 Mavi yemiş mikrokapsülü üretimi.....	11
3.3.1 Mavi yemişden ekstrakt elde etme	11
3.3.2 Mikrokapsül üretimi	11
3.4 Toz ve mikrokapsül analizleri	12
3.4.1 Kuru madde ve su aktivitesi.....	12
3.4.2 Yığın yoğunluğu	12
3.4.3 Renk	12
3.4.4 Çözünürlük.....	12
3.4.5 Spektrofotometrik analizler	12
3.4.6 Toplam ve yüzey fenol analizi	12
3.4.7 Antioksidan aktivite analizi.....	13
3.4.8 Antosiyanin analizi	13
3.4.9 Depolama stabilitesi	13

3.4.10	Toz ve mikrokapsül morfolojisi (SEM).....	13
3.4.11	Meyve tozu ve mikrokapsüllerin partikül boyut ve partikül boyut dağılımı	13
3.5	Deneysel tasarım	14
3.6	Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülünden üretilen dondurma ve kek ürünleri üzerinde yapılan analizler	16
4.	BULGULAR VE TARTIŞMA	18
4.1	Püskürtmeli kurutucuda klasik nozul ile mavi yemiş tozu üretimi	18
4.1.1	Mavi yemiş meyve ve pulpu fizikokimyasal analizleri	18
4.1.2	Mavi yemiş Toz Üretimi	19
4.1.3	Optimizasyon.....	21
4.1.4	Optimum noktanın belirlenmesi	28
4.1.5	Renk değerleri	30
4.2	Püskürtmeli kurutucuda klasik nozul ile mikrokapsül üretimi	32
4.2.1	Mavi yemiş ekstraktı analizleri	32
4.2.2	Mavi yemiş mikrokapsül Üretimi	32
4.2.3	Optimizasyon.....	34
4.2.4	Optimum noktanın belirlenmesi.....	39
4.2.5	Renk değerleri	43
4.3	Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerinin depolama stabilitesi	45
4.4	Ultrasonik nozul ile toz üretimi.....	52
4.4.1	Optimizasyon.....	52
4.4.2	Optimum noktanın belirlenmesi	60
4.4.3	Renk değerleri	60
4.5	Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretimi	61
4.5.1	Optimizasyon.....	61
4.5.2	Optimum noktanın belirlenmesi	67
4.5.3	Renk değerleri	71
4.6	Optimum noktada elde edilen mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin karşılaştırılması	72
4.7.	Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin model gıda sistemleri (dondurma ve kek) üzerine etkisi	80
4.7.1	Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin dondurma üzerine etkisi	80
4.7.2	Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin kek üzerine etkisi	84
5.	SONUÇ	88
6.	KAYNAKLAR.....	89

TABLO LİSTESİ

Tablo 1. Çeşitli fenolik maddelerin enkapsülasyonu çalışmalarına örnekler	5
Tablo 2. Plackett-Burman (PB) tasarımı için bağımsız değişkenlerin kodlu ve gerçek değerleri	14
Tablo 3. Klasik nozul başlığı ile toz üretiminin optimizasyon işleminde merkezi katman deneme planı için değişkenler ve seviyeleri.....	15
Tablo 4. Klasik nozul başlığı ile mikrokapsül üretiminin optimizasyon işleminde merkezi katman deneme planı için değişkenler ve seviyeleri	15
Tablo 5. Ultrasonik nozul başlığı ile toz ve mikrokapsül üretiminin optimizasyon işleminde Box Behnken deneme planı için değişkenler ve seviyeleri	15
Tablo 6. Mavi yemiş türlerinin kimyasal kompozisyonu.....	18
Tablo 7. Mavi yemiş pulplarının fizikokimyasal özellikleri.....	18
Tablo 8. Klasik nozul ile toz üretimi için Plackett-Burman (PB) deneme planı.....	20
Tablo 9. Klasik nozul ile toz üretiminde antosiyanin içeriği için ANOVA tablosu.....	20
Tablo 10. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon deneme planı ve elde edilen deneysel sonuçlar (ortalama)	21
Tablo 11. Klasik nozul ile toz üretiminde istenilirlik değerleri her bir yanıt üzerine lineer, kuadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu	24
Tablo 12. Klasik nozul ile toz üretiminde istenilirlik değerleri	28
Tablo 13. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının fizikokimyasal analiz sonuçları	29
Tablo 14. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının renk parametreleri.....	30
Tablo 15. Mavi yemiş ekstraktları fizikokimyasal analizleri.....	32
Tablo 16. Klasik nozul ile mikrokapsül üretimi için Plackett-Burman (PB) deneme planı.....	32
Tablo 17. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde enkapsülasyon verimliliği için ANOVA tablosu	33
Tablo 18. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde her bir yanıt üzerine lineer, kuadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu	36
Tablo 19. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde istenilirlik değerleri	39
Tablo 20. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin fizikokimyasal analiz sonuçları	41
Tablo 21. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin renk parametreleri.....	43

Tablo 22. Mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin renk parametrelerinin depolama bařında ve sonundaki deęiřimleri	46
Tablo 23. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerde antosiyanin parçalanmasının kinetik parametreleri	51
Tablo 24. Ultrasonik nozul ile toz üretimi için optimizasyon deneme planı	53
Tablo 25. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu	57
Tablo 26. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde istenilirlik deęerleri	58
Tablo 27. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiř tozlarının fizikokimyasal analiz sonuçları	59
Tablo 28. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi temiř tozlarının renk parametreleri	60
Tablo 29. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretimi için optimizasyon deneme planı	62
Tablo 30. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu	68
Tablo 31. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde istenilirlik deęerleri	69
Tablo 32. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiř mikrokapsüllerinin fizikokimyasal analiz sonuçları	70
Tablo 33. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi temiř mikrokapsüllerinin renk parametreleri	71
Tablo 34. Optimum noktada elde edilen mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin fizikokimyasal analiz sonuçları	76
Tablo 35. Optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin renk parametreleri	77
Tablo 36. Mavi temiř toz ve mikrokapsül katılan dondurmaların renk parametreleri	81
Tablo 37. Mavi yemiř toz ve mikrokapsül ilave edilen dondurmaların fizikokimyasal analiz sonuçları	82
Tablo 38. Mavi yemiř toz ve mikrokapsül ilave edilen keklerin fizikokimyasal analiz sonuçları	82
Tablo 39. Mavi yemiř toz ve mikrokapsül içeren dondurmaların duysal analiz sonuçları ...	83
Tablo 39. Mavi temiř toz ve mikrokapsül katılan keklerin renk parametreleri	85
Tablo 40. Farklı yöntemlerle toz ve mikrokapsül ilaveli keklerin tekstürel özellikleri	85
Tablo 41. Mavi yemiř toz ve mikrokapsül içeren kek örneklerinin duysal analiz sonuçları ..	87

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1. (a) Titreşimli nozul olmadan partiküllerin püskürtülmesi, (b) Titreşimli nozul ile partiküllerin püskürtülmesi	5
Şekil 2. Projede kullanılan mavi yemiş türlerinin (Duke ve Darrow) fotoğrafları.....	14
Şekil 3. Püskürtmeli kurutucuda mavi yemiş tozu üretimi.....	19
Şekil 4. Klasik nozul ile toz üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	22
Şekil 5. Klasik nozul ile toz üretiminde toplam fenol içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	23
Şekil 6. Klasik nozul ile toz üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	25
Şekil 7. Klasik nozul ile toz üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	26
Şekil 8. Klasik nozul ile toz üretiminde toz verimi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	27
Şekil 9. Klasik nozul ile toz üretiminde istenilirlik için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	20
Şekil 10. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon çalışması sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının fotoğrafları	22
Şekil 11. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	35
Şekil 12. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde toplam fenol için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	35
Şekil 13. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	37
Şekil 14. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde enkapsülasyon verimliliği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	38
Şekil 15. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	39
Şekil 16. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde istenilirlik değeri için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	40
Şekil 17. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon çalışması sonucunda elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin fotoğrafları.....	44
Şekil 18. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin toplam fenol değişim grafiği.....	47

Şekil 19. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin antosiyanin değişim grafiği	47
Şekil 20. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin antioksidant aktivite değişim grafiği	48
Şekil 21. Farklı sıcaklıklarda (22 ve 35 °C) depolama sonunda mavi yemiş toz (T-22 ve T-35) ve mikrokapsüllerin (M-22 ve M-35) görünümü.....	48
Şekil 22. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin renk değişimleri	49
Şekil 23. Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin antosiyanin parçalanma kinetiği.....	51
Şekil 24. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	52
Şekil 25. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde toplam fenol için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	54
Şekil 26. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	55
Şekil 27. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	55
Şekil 28. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde toz verimi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	56
Şekil 29. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	61
Şekil 30. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde toplam fenol için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	63
Şekil 31. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafikleri ve eşyükselti eğrileri	65
Şekil 32. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi.....	66
Şekil 33. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde enkapsülasyon verimliliği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi	67
Şekil 34. Farklı yöntemler ile elde edilen mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin partikül boyut dağılımı	74
Şekil 35. Optimum noktada elde edilen püskürterek (klasik nozul, ultrasonik nozul ile) ve dondurarak kurutulan toz ve mikrokapsüllerin görüntüleri.....	77
Şekil 36. Mavi yemiş toz ve mikrokapsül örneklerin taramalı elektron mikroskobu ile görüntüleri	79
Şekil 37. Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülü ilaveli dondurmaların görüntüleri	81

Şekil 38. Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülü ilaveli keklerin görünümleri86

ÖZET

Bu projede gıda teknolojisinde yeni bir teknoloji olan ultrasonik (titreşimli) nozul kullanılarak meyve tozu ve mikrokapsülleri üretilmesi hedeflenmiştir. Aynı zamanda klasik nozul kullanılarak nozul farklılığının etkisi ortaya konulmaya çalışılmış ve dondurarak kurutma işlemi ile de karşılaştırma yapılmıştır. Meyve olarak Karadeniz bölgesinde yetişen fenolik içeriği yüksek, üzüksülden olan mavi yemiş (highbush blueberry, *Vaccinium corymbosum* L.) kullanılmıştır.

Projenin ilk kısmında klasik nozul kullanılarak püskürtmeli kurutucuda kurutucu şartlarını etkileyen önemli faktörleri belirlemek için Plackett-Burman (PB) faktöriyel tasarımı kullanılmıştır. Kurutucu havanın giriş sıcaklığı, maltodekstrin/kaplayıcı konsantrasyonu faktöriyel tasarım sonucu önemli bağımsız değişkenler olarak belirlenmiş ve optimizasyonda bu değişkenler kullanılmıştır. Ultrasonik nozul için toz ve mikrokapsül üretimi için kurutma şartları optimize edilmiş, hava giriş sıcaklığı (125-165 °C), ultrasonik nozul gücü (5-10 Watt) ve besleme hızı (%5-8) olarak 3 farklı bağımsız değişkenin etkisine bakılmıştır. Sonuçlar ultrasonik gücün artması ile daha yüksek fenolik içeriğine, antioksidant aktivitesine ve antosiyanin içeriğine sahip toz ve mikrokapsül elde edildiğini göstermiştir.

Projenin ikinci kısmında ise, püskürtmeli kurutucuda optimum noktada elde edilen toz ve mikrokapsüller (klasik nozul ve ultrasonik nozul) ile dondurarak kurutulan toz ve mikrokapsüllerin özellikleri karşılaştırılmıştır. Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsüllerin toplam fenol içeriği ve antioksidant aktivite açısından dondurarak kurutmadan farklı bulunmazken ($p>0.05$), klasik nozula göre daha yüksek değerlere sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca ultrasonik nozul ile en küçük partikül boyutuna sahip mikrokapsüller elde edilmiş ve diğer yöntemlere göre daha homojen partikül boyut dağılımına sahip olduğu bulunmuştur. Toz ve mikrokapsüllerin morfolojik özellikleri incelendiğinde ultrasonik nozul ile daha düzgün, yuvarlak şekillerde partiküller elde edildiği görülmüştür.

Projenin son kısmında ise, toz ve mikrokapsüller gıda model sistemleri (dondurma ve kek) içerisine ilave edilerek özellikleri incelenmiştir. Ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller dondurma içerisinde yüksek stabiliteye sahip bulunmuş, kek içerisinde ise ısı işlem etkisi ile tozların daha düşük stabiliteye sahip olduğu belirlenmiştir.

Yapılan bu çalışma sonucunda ultrasonik nozul'un klasik nozula göre üstünlükleri olduğu ve meyvenin içerisindeki biyoaktif bileşenleri daha fazla koruyarak kurutma ve mikroenkapsüle etme işlemini sağladığı görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Ultrasonik Nozul, Mavi yemiş, Meyve tozu, Mikroenkapsülasyon, Püskürtmeli kurutma.

ABSTRACT

In this project, production of fruit powder and microcapsules using an ultrasonic nozzle as a new technology was investigated. At the same time, in this study the effect of nozzle type using classic nozzle was examined and freeze drying method was compared with spray drying nozzles. Blueberry (Highbush blueberry, *Vaccinium corymbosum* L.) grown in Black Sea region that contain high amount of phenolic compounds was used

In first part of the project, the Plackett-Burman (PB) factorial design was used to screen for significant factors affecting the process conditions of spray dryer by classic nozzle. Inlet air temperature and maltodextrin/coating material concentration were selected independent variables according to factorial design results and they were further optimized using response surface methodology (RSM). On the other hand, the process conditions of spray dryer were optimized for the production powder and microcapsules by ultrasonic nozzle and the inlet air temperature (125-165°C), ultrasonic nozzle power (5-10 Watt) and feed pump rate (5-8%) were chosen as the independent variables. The results showed that increased ultrasonic nozzle power increased the total phenolic content, antioxidant activity and anthocyanin content.

In the second part of project, at the optimum spray drying conditions, physical and chemical properties of spray dried (classic and ultrasonic nozzle) powders and microcapsules were compared to powder and microcapsules produced by freeze drying. There was no significantly difference ($p>0.05$) in the total phenolic content and antioxidant activity of microcapsules produced by ultrasonic nozzle and freeze drying. On the other hand, the ultrasonic nozzle microcapsules showed significantly higher values than classic nozzle microcapsules. Moreover, with regard to uniformity of size and shape, microcapsules produced by ultrasonic nozzle were observed to be smaller, uniform in size and shape.

In the last part of project, the blueberry powders and microcapsules were evaluated for enrichment of the functional properties of ice cream and cake used as model food in our studies. The powders and microcapsules produced by ultrasonic nozzle had the high stability in ice cream but the powders showed lower thermal stability than microcapsules in cakes.

This study demonstrated that ultrasonic nozzle was more advantage than classic nozzle and the fruit bioactive compounds were more protected with ultrasonic nozzle while drying and microencapsulation.

Key words: Ultrasonic nozzle, Blueberry, Fruit powder, Microencapsulation, Spray drying.

1. GİRİŞ

Meyve ve sebzeler hücre oksidasyonuna karşı koruyucu etkisi olan ve gıdalarda oksidatif bozulmayı önleyen ya da geciktiren bileşikler olan fenolik bileşenlerce zengindir. Bu doğal maddeler serbest radikalleri toplayarak antioksidan özellik göstermekte ve insan sağlığı üzerine yararlı etkilerde bulunmaktadır. Karadeniz Bölgesinde iklim ve toprak şartlarının uygunluğu (özellikle toprak pH'sı 4.5-5.5), üzüksü meyvelerin yüksek kalitede ve verimli olmasını sağlamaktadır. İçerdikleri polifenolik maddeler oldukça yüksek oranda bulunduğundan potansiyel bir doğal antioksidan kaynağıdır. Üzüksü meyveler grubuna giren mavi yemiş (blueberry) "Amerika Kanseri Topluluğu" tarafından tüketimi önerilen meyvelerin başında gelmektedir.

Üzüksü meyveler yüksek su içeriklerinden dolayı taşıma ve depolamaya uzun süre dayanamazlar ve taze olarak tüketimleri her zaman mümkün değildir. Gıda sanayinde işlenmesi ile bu meyvelerde bulunan sağlığa faydalı olan bazı bileşenlerin miktarlarında kayıplar söz konusu olabilmektedir (Pehlivan ve Gülerüz, 2004). Bu tür problemlere kurutma işlemi çözüm olarak öngörülebilir fakat üzüksü meyvelerin içerdiği bileşenlerin sıcaklığa hassas olması kurutma işleminin önündeki en büyük engeldir. Dondurarak kurutma işlemi bu meyvelere uygulanmakla beraber pahalı bir işlemdir. Burada problem hem ucuz hem de bileşenlere zarar vermeyecek bir yöntemin geliştirilmesidir. Gıda sanayinde ucuz ve yaygın olan kurutma yöntemlerinden birisi de püskürtmeli kurutma işlemidir. Ancak bu işlemde de yüksek sıcaklıktan dolayı bazı olumsuzluklar görülebilir. Püskürtmeli kurutma işleminin modifiye edilmesi için çeşitli çalışmalar mevcuttur. Bunlardan biri de püskürtme kurutucu için kullanılan nozulun farklılaştırılmasıdır. Ultrasonik nozul (titreşim) teknolojisi yeni yaygınlaşan bir teknoloji olup, sıvıları damlacıklar haline getirmek için sadece düşük ses dalgalarına ihtiyaç duyar. Klasik nozuldan farklı olarak, yüksek basınç ve hıza ihtiyaç duymadan ultrasonik titreşim enerjisi ile sıvıları damlacıklar halinde püskürtür (Dalmoro vd., 2012).

Diğer bir yöntem ise püskürtmeli kurutucuda enkapsülasyon işleminin yapılmasıyla mikrokapsül üretimidir. Mikroenkapsülasyon işlemi, oluşturduğu koruyucu yapı ile değerli öz maddelerde istenmeyen reaksiyonları, uçucu bileşen ve besin kaybını önleyen aynı zamanda istenmeyen tat ve aromanın maskelenmesini sağlayan gelişen bir teknolojidir (Hogan vd., 2001; Kolanowski vd., 2006). Mikroenkapsülasyon ile ayrıca gıda sistemlerinde farklı kullanım olanakları oluşturulabilmektedir. Günümüzde çeşitli tekniklerle aroma maddeleri, koruyucu maddeler, kabartma ajanları, vitaminler ve mineraller gibi bileşenler mikrokapsüle edilmektedir.

Bu alıřmada mavi yemiř meyvesi  farklı yntemle (titreřimli nozul teknolojisi, pskrtmeli kurutma ve dondurarak kurutma) toz ve mikrokapsl haline getirilmiřtir. Gıda teknolojisi iin yenilik olarak pskrtmeli kurutucuda titreřimli nozul toz retimi iin kullanılarak etkisi belirlenmiřtir. Pskrtmeli kurutucu ve liyofilizatr kullanılarak bilimsel olarak yntemlerin karřılařtırılması yapılarak ve pskrtmeli kurutucuda klasik ve ultrasonik nozul bařlıkları iin proses kořulları optimize edilmiřtir.

Toz ve mikrokapsl mavi yemiř rneklere zerinde toz verimlilięi, znrlk, higroskopiklik, antioksidan aktivitesi, fenolik bileřikler, grnt analizleri, partikl boyut lmleri, yıęın yoęunluęu incelenmiřtir. Meyve tozu ve mikrokapsl retim teknolojinin geliřtirilmesi ile elde edilebilecek ekonomik deęeri yksek rnler, model olarak dondurma ve kek ierisinde denenmiřtir. Ayrıca elde edilen toz ve mikrokapsller depolanarak depolama stabilitesine bakılmıřtır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1 Mavi yemiř

Üzümsü meyvelerde bulunan flavonoidler ve diđer fenolik maddelerin kanser ve kalp hastalıklarına karşı koruyucu etkilerde buldukları birçok yapılan çalışmada tespit edilmiştir. Üzümsü meyveler, vücutta biyoaktif madde olarak kullanılan polifenoller, aktosiyanipler, flavanoller ve tanenlerce zengin olup kansere karşı savařan ellagic asit içerikleri oldukça yüksektir (Çelik, 2006).

Mavi yemiř başta olmak üzere üzümsü meyveler ülkemizde Karadeniz Bölgesi'nde Trabzon, Artvin, Rize, Giresun, Ordu, Samsun gibi nemli, yüksek kesimlerde doğal olarak yetişmekte ve yöre halkı tarafından taze olarak, reçel veya pekmez yapılarak tüketilmektedir (Çelik, 2003). Ayrıca 2010 yılı itibariyle Giresun, Ordu, Artvin, Rize ve Trabzon illeri başta olmak üzere Samsun, Sinop, Kastamonu, Zonguldak, İstanbul, Adapazarı, Bursa ile Çanakkale illerinde sınırlı alanlarda mavi yemiř bahçeleri tesis edilmiştir (Çelik, 2011).

Kültüre alınmış mavi yemiřin üretim alanlarının %10'u Avrupa'da bulunmaktadır. Avrupa'daki toplam maviyemiř üretimi 10975 ton olup %95'i Avrupa'da taze olarak tüketime sunulmuřtur (Çelik, 2006). Henüz dünya istatistiklerine giremeyen Türkiye'nin mavi yemiř ekiliř alanları 106 da'a üretim ise 15 tona ulařmıştır. 2010 yılı itibariyle 1000 dekarın üzerinde ticari mavi yemiř bahçesi kurulmuřtur (Çelik, 2011). Üretilen mavi yemiřin büyük bir bölümü sanayide deđerlendirilerek reçele işlenmiştir. Bir kısmı ise çoğunlukla taze tüketime sunulmuş, pasta ve dondurmaya işlenmiştir.

Mavi yemiř, gerek taze gerekse dondurularak veya işlenerek satıldığında yüksek gelir getiren ve piyasada pahalı olan üzümsü meyvelerdendir. Meyve piyasasında en yüksek fiyatla alıcı bulması bu üzümsü meyvelerin pazarının halen boş olduğunu ve gün geçtikçe de büyümekte olduğunu göstermektedir. Avrupa ve Amerika'da özellikle mavi yemiř reçel, marmelat, pasta, pekmez, meyve suyu, meyveli yođurt, dondurma, meyveli çörek, řarap gibi pek çok gıda malzemesi yapımında kullanılmaktadır. Yapraklarından çay yapılırken, kökleri, meyveleri, çiçekleri ve yine yaprakları ilaç sanayisinde deđerlendirilebilmektedir. Kurutulan meyveleri öğütülerek řeker hastaları için tatlandırıcı olarak kullanılabilir. Sağlık açısından pek çok yararı olan meyveleri antioksidan madde içeriđi en yüksek olan bahçe bitkisidir (Çelik, 2005; Çelik, 2008).

2.2. Mikroenkapsülasyon

Günümüzde vitaminler, aromalar, karotenoidler ve besin deđerli yüksek yağlar öz madde olarak, kaplayıcı madde içerisine yerleřtirme yoluyla kullanılmaktadırlar. Bu yöntem enkapsülasyon olarak adlandırılmaktadır. Mikroenkapsülasyon ise, enkapsülasyon işleminin

mikro (10^{-6} m) boyutlarda gerçekleştirildiği işlemdir. Mikroenkapsülasyon teknolojisinin gıda endüstrisinde kullanım amaçları (Desai ve Jin Park, 2005);

1. Kaplanacak maddenin (öz madde) dış etkenlere karşı korunması (nem, sıcaklık, hava ve ışık)
2. Buharlaşarak önlenmesi
3. Fiziksel özelliklerinin daha iyi korunması
4. Maddenin taşınmasının kolaylaştırılması
5. Doğru yerde ve doğru zamanda çalışmasının sağlanması-Kontrollü salınım
6. Tat ve kokularının maskelenmesi şeklinde sıralanabilmektedir.

Mikroenkapsülasyon, fenolik ve diğer antioksidan aktivitesine sahip bileşenler için kaplayıcılık özelliği ile oksijen, su ve diğer çevre etkilerinden koruyarak, stabilitelerini artırır (Saenz vd., 2009). Günümüzde, püskürtmeli kurutma, püskürtmeli soğutma, ekstürüzyon, dondurarak kurutma, kristalizasyon, akışkan yatak kaplama gibi bazıları uzun yıllardan beri kullanılan bazıları ise laboratuvar ölçeğinde araştırma konusu olan oldukça farklı mikroenkapsülasyon teknikleri bulunmaktadır (Desai ve Jin Park, 2005; Gharsallaoui vd., 2007).

Literatürde yapılan enkapsülasyon çalışmaları genel olarak üç ana başlıkta toplanabilir (Taablo 1);

- Enkapsüle edilen fenolik bileşenlerin kapsül özelliklerinin belirlenmesi (enkapsülasyon verimliliği, morfolojik özellikleri, depolama stabilitesi, antioksidan özellikleri, renk ve kimyasal stabilitesi, salınım kinetiği vb.)
- Enkapsüle edilen fenolik bileşenlerin gıda sistemi içerisinde kapsül özelliklerinin belirlenmesi (antioksidan aktivite, renk, pişirme kalitesine etkisi vb.)
- *in vitro/in vivo* testlerle kontrollü salınımın ve biyoyararlılığın belirlenmesi

Tablo 1. Çeşitli fenolik maddelerin enkapsülasyonu çalışmalarına örnekler

Amaç	Öz madde	Enkapsülasyon tekniği	Kaynak
Antioksidan etkisini belirlemek	Ayçiçeği yağı, Fenolik bileşenler (α -tokoferol, trolox, gallik asit ve propil galat)	Dondurarak kurutma	Velasco vd.2009
Biyoaktif maddenin oranını ve mikrokapsül stabilitesini belirlemek	Kaktüs armut meyvesi	Püskürtmeli kurutma	Saenz vd.2009
Kontrollü salınım ve biyoyararlılığı <i>in vivo/in vitro</i> testlerle belirleme	Kateşin ve kurkumin	Koaservasyon, s/y/s çoklu emülsiyon	Jiang , 2009
Depolama stabilitesini belirleme	Mangosteen tropikal meyve	Püskürtmeli kurutma	Nayak ve Rastogi, 2010
<i>in vitro</i> ortamda salınımı belirleme	Kurkumin	Maya enkapsülasyon İçine hapsedme Püskürtmeli kurutma	Paramera vd.2011
Renk ve kimyasal stabilite belirleme	Mavi yemiş	Püskürtmeli kurutma	Jiménez-Aguilar vd. 2011
Gerçek bir gıda sisteminde antioksidan aktivitesini belirleme	Garcinia cowa meyvesi	Püskürtmeli kurutma	Pillai vd.2012
Serbest ve mikrokapsül formunda fenolik bileşenin ekmek üzerine etkisini belirleme	Kurkumin (Zerdeçal sarısı)	Akışkan yatak kaplama	Vitaglione vd.2012
Fındık ezmesi örneğinde çözünürlüğü ve antioksidan etkinliğini arttırma	Üzüm posası ekstraktı	Püskürtmeli kurutma, nanoemülsiyon	Spigno vd.2013
<i>in vitro</i> salınımı sırasında toplam fenol ve antioksidan kapasitelerinin belirlenmesi	Mavi yemiş	Püskürtmeli kurutma	Flores vd.2014

2.2.1. Püskürtmeli kurutma yöntemi

Günümüzde gıdaların mikroenkapsülasyonunda püskürtmeli kurutma sistemi en çok tercih edilen ve en ucuz olan yöntemdir (Desai ve Jin Park, 2005). Kurutma işlemi sırasında taşıyıcı gaz olarak genellikle hava veya nadiren de olsa inert gaz olan azot kullanılmaktadır (Gharsallaoui vd., 2007).

İşlem basamakları temel olarak aşağıda belirtilen aşamalardan oluşmaktadır.

1. Emülsiyon/Süspansiyon hazırlama
2. Emülsiyon/Süspansiyonun homojenizasyonu
3. Beslenen emülsiyon/süspansiyonun atomizasyonu ve kurutulması.

Emülsiyon/süspansiyon hazırlama aşamasında; kaplayıcı madde su içinde çözündürülerek, kapsüllenecek olan öz madde bu solüsyona ilave edilir. Bu karışım farklı cihazlar kullanılarak homojenize edilirler. Emülsiyonun homojenize edilmesinde tane boyutunun düşürülerek enkapsülasyon verimi artırılması sağlanabilmektedir

Kaplayıcı materyal olarak yenilebilir hidrokolloidler kullanılır. Örneğin; modifiye nişasta, maltodekstrin, gamlar gibi. Kaplayıcı materyal;

1. İyi emülsifiye edici özellikte
2. İyi bir film oluşturma özelliğinde
3. Düşük viskozitede
4. İyi bir koruma özelliğine sahip olmalıdır.

Homojenize edilen emülsiyon püskürtmeli kurutucuya verilerek püskürtme başlığından küçük parçacıklar halinde sıcak hava ile (100- 160°C) suyu buharlaştırılır ve kurutucunun alt kısmından toz halinde partiküller elde edilir.

2.2.2. Ultrasonik (Titreşimli) nozul

Püskürtmeli kurutucuda gıdalarda kullanımı yeni yaygınlaşan bir teknik olan titreşimli nozul ses dalgaları vererek emülsiyonu püskürtür. Klasik püskürtmeli kurutucu başlıklarının aksine basınç ve yüksek hızın etkisi ile küçük damlalar halinde sıvıların ilerlemesini sağlar. Sıvıların damlacıklar haline getirmek için sadece düşük ses dalgalarına ihtiyaç duyar. Klasik püskürtmeli başlıklara göre ağız kısmı daha geniş olup, partikül boyutu ses dalgalarının frekansına bağlıdır. Örneğin; 70 kHz frekansta 40 mikron, 85 kHz frekansta 30 mikron boyutunda partikül elde edilebilmektedir (Anonim, 2011). Kurutmada düşük basınç altında, daha az enerji harcayarak, daha fazla verim elde edilmesini sağlar (Freitas vd., 2004). Güvenli püskürtme yapabilmek için emisyonu azaltır. Kaplama materyali atık oluşumunu azaltır. Çok daha küçük parçacıklar ile homojen ürün elde etmeyi sağlar. Şekil 1'de titreşimli

nozul olmadan ve titreşimli nozul ile partiküllerin püskürtülmesi arasındaki farkı gösteren fotoğraf gösterilmiştir.

Özellikleri;

- Numune verimini artırır.
- Atık miktarını azaltır.
- Kontrolü kolaydır.
- Düşük akış hızına sahiptir (2 µl/sec).
- Enerji sarfiyatı düşüktür.
- Daha küçük ve homojen partikül elde edilebilir.



Şekil 1. (a) Titreşimli nozul olmadan partiküllerin püskürtülmesi, (b) Titreşimli nozul ile partiküllerin püskürtülmesi (Anonim, 2011)

Ultrasonik atomizasyon bir çok anlamda yapılmaktadır; sıvı içerisine yüksek frekansta ultrasonik enerji verilerek (0.4-10.0 MHz), ultrasonik ile sıvının yüzeyini vibrasyon oluşturmak (19-100 kHz) veya sıvıyı hafif titreşen bir bölgeye besleyerek (8-30 kHz) uygulama yapılır. Ultrasonik ses dalgası ile titreşim sağlanarak küçük bir boşluk içinden kontrollü hız ile beslenen sıvı ile homojen boyutta küçük damlalar oluşturulabilmektedir. Vibrasyon enerjisi sıvıları önce ince iplik haline daha sonra damlacık formuna dönüştürür. Birçok kaynaktan sıvıların ultrasonik atomizasyonu ile ayrılma mekanizması açıklanmıştır (Dalmoro vd., 2012). Kaviteasyon ve kapiler dalga mekanizmaları iki farklı teoriler olarak geliştirilmiştir. Kaviteasyon olgusu, ultrasonik dalga ile üretilip sıvı ortama doğru geçen hem yüksek enerji yoğunluğu hem de frekansı olarak ortaya çıkmaktadır. Herhangi bir seste, dalgalar bir seri sıkıştırılmış ve yoğunluğu azaltılarak sıvıya iletilir ve böylece kabarcıklar yani kaviteasyon oluşur. Daha sonra bu kabarcıklar stabil kalmayarak boyutları büyür ve şiddetli bir şekilde patlayarak enerjilerini sıvı faza iletirler.

Kapiler dalga hipotezi aynı zamanda diğer adı ile tabir edilen Taylor kararsızlığına dayanmaktadır. Sıvı yığından ayrılan kapiler dalgaların yüzeyindeki pikler salınım ile parçalandığında atomizasyon gerçekleşmektedir. Damlacıklar piklerden oluştuğundan boyutları dalga boyu ile orantılı olmaktadır.

Ultrasound'un endüstriyel proseste kullanımı için iki temel gereksinim bulunmaktadır; sıvı ortam (bazı uygulamalarda bile örneğin gıdalarda belki sadece %5 sıvı faz olabilir) ve yüksek enerjili titreşim kaynağı yani ultrasound'dur. Ultrasonik sıvı prosesi etkileyen proses parametreleri enerji ve yoğunluk (intensity) (enerji uygulanan birim hacim başına düşen enerji olarak tanımlanırken, yoğunluk prop'un birim yüzey alanındaki gerçek çıkan güç olarak belirtilmektedir), basınç, sıcaklık ve viskozitedir. Ultrasonik proses ticari ölçekte bir çok etki ile ürün kalitesinde yararlı gelişmeler sağlayabilir, prosesi geliştirebilir ve maliyeti düşürebilir, bunlar;

- Geniş ticari işlemler için yüksek genlik/güç ünitelerine sahip olması
- Ultrasonik dönüşümde iç ısınmayı azaltarak (pahalı soğutma sistemi yoktur) yüksek verimliliğe sahiptir (ortalama %85)
- Sistemi kurma ve/veya güçlendirme kolaylığı vardır
- Rekabetçi enerji maliyeti vardır
- Hareketli parçalara sahip olmadığından düşük bakım maliyetine sahiptir (sadece değişebilir parçası sıvı ile temasta olan prop kısmıdır)

Ultrasonik atomizasyon, klasik atomizerlerde görülen bazı problemleri ortadan kaldırmaktadır. Klasik atomizer nozullarda sıvılardan küçük damlalar elde etmek için basınç ve yüksek hız gerekirken, ultrasonik nozulda sadece düşük ultrasonik titreşim enerjisi gerekmektedir. Klasik nozullarda, partikül boyutunu kontrol etmek zordur, geniş partikül boyut dağılımı olmaktadır ve özellikle süspansiyon halindeki gıdaların kurutulması sırasında tıkanmalar yaşanabilmektedir. Bu sorunların üstesinden ultrasonik enerji ile çalışılarak gelinebilmektedir. Ayrıca enkapsülasyon çalışmalarında yuvarlak şekilli mikrokapsüller üretilebilir ve daha iyi enkapsülasyon verimliliğinde ve boyut dağılımında partiküller elde edilebilmektedir. Bu yüzden ultrasonik atomizasyon, sağlam ve yenilikçi bir teknik olup, başarılı bir şekilde mikrokapsüller elde edilebilmektedir.

2.2.3. Dondurarak kurutma yöntemi

Liyofilizasyon olarak da bilinen dondurarak kurutma yöntemi, sıcaklığa duyarlı bütün ürünlerde kullanılabilir. Dondurarak kurutmanın temeli; ürünün dondurulması ve buz kristallerinin süblimasyon ile üründen uzaklaştırılmasına dayanır. Püskürtmeli kurutma işlemine göre çok masraflı ve suyun uzaklaştırılması da daha uzun süre gerektirmektedir (Augustin ve Hemar, 2009). Dondurarak kurutma yönteminin avantajları; aroma kaybının çok düşük olması, elde edilen ürünün özelliklerinin çok iyi olması, kayıpların minimum olması şeklinde sıralanabilir (Koç vd., 2010). Yukarıda da belirtildiği gibi üretim maliyetinin düşük olmasından dolayı püskürtmeli kurutma yöntemi genel olarak kullanılmaktadır, ancak

sıcaklığa duyarlı ürünler için (aroma maddeleri, balık yağı, fenolik maddeler) alternatif bir yöntem olabilmektedir.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

3.1 Mavi yemiş meyvesi ve pulpu fizikokimyasal analizleri

3.1.1 Kuru madde ve su aktivitesi

Kuru madde için 70°C'de vakumlu etüvde 24 saat sonunda tartım yapılmıştır. Su aktivitesi ise 25 °C'de su aktivitesi cihazında ölçülmüştür.

3.1.2 Renk

Hunter kolorimetre cihazında L^* , a^* ve b^* değerleri ile H° (Hue açısı) ve C^* (Croma) değerleri de belirlenmiştir.

L , 0-100 arasında aydınlık ve karanlığın bir ölçüsüdür, 0 siyaha, 100 beyaza karşılık gelmektedir. Renk ölçüm sisteminde a değerinin pozitif (+) değerleri kırmızılığı, negatif (-) değerleri ise yeşilliği ifade etmektedir. b değerinin pozitif (+) değerleri sarılığı, negatif (-) değerleri ise maviliği ifade etmektedir.

$$H^\circ = \tan^{-1} (b^* / a^*) \quad (1)$$

$$C^* = (a^2 + b^2)^{1/2} \quad (2)$$

3.1.3 Toplam ve yüzey fenol analizi

20 µL süspansiyon içerisine 1580 µL saf su ilave edilmiştir. Üzerine 100µL folin-ciocalteu ayırıcı ilave edilmiş 5 dakika bekletilmiştir. Daha sonra üzerine 300 µL doymuş sodyum karbonat eklenmiş ve karıştırılarak 2 saat karanlıkta bekletilmiştir. Süre sonunda 760 nm dalga boyunda spektrofotometrede okuma yapılmıştır. Şahit olarak çözücü örnek yerine koyulmuştur (Koca vd., 2008).

3.1.4 Antioksidan aktivite analizi

Antioksidan aktivite hesaplanması için Frap metodu kullanılmıştır. Bu metoda göre 50µL süspansiyon içine 950 µL çözelti (asetat tamponu:Fe3klorid:TPTZ, 10:1:1) ilave edilmiş ve 5 dakika karanlıkta bekletilerek 593 nm absorbansda okuma yapılmıştır. (Koca vd., 2008).

3.1.5 Antosiyanin analizi

Süspansiyon haldeki örnekten 2 mL alınarak 25 mL balon jodelere ilave edilmiş, 0.025 M potasyum klorür tampon çözeltisi (pH 1) ile 0.4 M sodyum asetat tampon çözeltisi (pH 4.5) ile çizgisine tamamlanmıştır. Yarım saat ve 1 saat arasında 515 ve 700 nm de absorbansları ölçülmüştür.

3.1.6 pH ve Titrasyon asitliği tayini

Meyve pulplarının pH değerlerine pH metre cihazı ile oda sıcaklığında bakılmıştır. Titrasyon asitliği için 10 mL meyve pulpu içerisine 100 mL saf su ilave edilmiştir. İndikatör olarak 2-3

damla fenolfitaleyn ilave edilerek 0.1 N NaOH ile titrasyon yapılmıştır (pH 8.2'ye kadar). Titrasyonda harcanan değer % sitrik asit üzerinden hesaplanmıştır.

3.2 Mavi yemiş tozu üretimi

3.2.1 Mavi yemiştten pulp elde etme

Mavi yemiş, meyve parçalayıcısında parçalanarak santrifüje verilmiş (1000 rpm, 5 dak) sıvı ile katı kısım ayrılmış ve daha sonra filtre edilerek katı kısım ortamdaki uzaklaştırılmıştır. Elde edilen pulpun briksi (Duke türü için 8.5, Darrow türü için ise 10 °Briks) ölçülmüştür. Elde edilen mavi yemiş pulpları için kül, yağ, protein, titrasyon asitliği, pH, toplam fenol, antioksidan aktivite ve antosiyanin analizleri yapılmıştır. Pulpların çözünür kuru maddeleri çok yüksek olmadığından su katma ihtiyacı olmamıştır.

3.2.2 Toz üretimi

Pulpların kuru maddelerini arttırmak ve özellikle de kurutma sırasında kurutucu siklona yapışmalarını azaltmak için maltodekstrin (DE 6-15) %10-30 konsantrasyon aralığında katılmıştır. Karışım 10000 rpm'de 5 dakika Ultra Turraks (IKA T25 digital, Almanya)'da homojenize edilmiştir.

Hazırlanan süspansiyonlar püskürtmeli kurutucuya (Buchi Mini Spray Dryer B-290, İsviçre) verilerek mavi yemiş tozu elde edilmiştir. Kurutma şartları 120-180°C hava giriş sıcaklığı, %20-40 besleme pompa hızı, 35 m³/h aspiratör hızı, 601 L/h hava akış hızı olarak çalışılmıştır.

3.3 Mavi yemiş mikrokapsülü üretimi

3.3.1 Mavi yemiştten ekstrakt elde etme

Mavi yemiş, meyve parçalayıcısında parçalanarak içerisine 200 mL %97'lik etanol ilave edilmiştir. Karışım 10000 rpm hızda 30 dakika süre ile Ultra Turraks da homojenize edilerek içerisindeki biyoaktif bileşenler çözünür hale getirilmiştir. Daha sonra vakum filtrasyonda filtre edilmiş, çözücünün uçurulması ve istenen briks ayarlanması için rotary evaporatöre verilmiştir. Evaporatörde 45°C±2'de su banyosunda 2 saat süre ile çözücü uçurularak briks ölçülmüştür. Buradan ortalama 80 gram ekstrakt elde edilmiştir.

3.3.2 Mikrokapsül üretimi

Kaplayıcı olarak seçilen maltodekstrin (DE 6-15) ve gam arabik 4:1 oranında karıştırılarak %10-40 konsantrasyon aralığında çözeltileri hazırlanmıştır. Karışım 10000 rpm de 5 dakika Ultraturraks da homojenize edilmiştir. Daha sonra mavi yemiş ekstraktı bu karışıma yavaş şekilde ilave edilerek 10000 rpm de 5 dakika homojenize edilmiştir. Elde edilen süspansiyonun farklı konsantrasyonlardaki kaplayıcı maddeler için briksleri ölçülmüştür.

Hazırlanan süspansiyonlar püskürtmeli kurutucuya verilerek mavi yemiş mikrokapsülleri elde edilmiştir. Kurutma şartları deneysel tasarım kısmında anlatılmıştır.

3.4 Toz ve mikrokapsül analizleri

3.4.1 Kuru madde ve su aktivitesi

Kuru madde için 70°C'de vakumlu etüvde 24 saat sonunda tartım yapılmıştır. Su aktivitesi ise 25 °C'de su aktivitesi cihazında ölçülmüştür.

3.4.2 Yığın yoğunluğu

Toz ya da mikrokapsülden 2 gram tartılmış 25 mL lik mezüre koyulmuştur. Tozun kütlesi kapladığı hacme bölünerek yığın yoğunluğu hesaplanmıştır (Goula ve Adamopoulos, 2010).

3.4.3 Renk

Hunter colorimetre cihazında L*, a* ve b* değerleri ile H° (Hue açısı) ve C* (Croma) değerleri de belirlenmiştir. Referans değerleri olarak püskürtmeli kurutucuya verilecek olan süspansiyon kullanılmıştır.

3.4.4 Çözünürlük

Çözünürlük analizi için 2 g toz ya da mikrokapsül tartılmış ve 50 mL su içeren behere ilave edilmiştir. Manyetik karıştırıcıda (1000 rpm hızda) karıştırılarak çözünmesi için gereken süre kaydedilmiştir (Goula ve Adamopoulos, 2010).

3.4.5 Spektrofotometrik analizler

Toz ve mikrokapsüllerin çözdürülmesi için, Robert vd. (2010) kullandıkları yöntem modifiye edilerek uygulanmıştır. 1 g mikrokapsül tartılmış üzerine 10 mL etanol-asetik asit-su (50:8:42) ilave edilerek vorteks de 1 dakika karıştırılmıştır. Daha sonra santrifüj edilerek (1000 rpm, 5 dakika) 0.45 µm gözenekli fitle kağıdından fitle edilmiştir. Süzüntüden alınarak toplam fenol, antioksidan aktivite (frap) ve antosiyanin analizlerinde kullanılmıştır. Yüzey fenolik ve antosiyanin miktarının hesaplanması için 1 g mikrokapsül etanol:metanol (1:1) karışımından 10 mL ilave edilerek aynı işlemlerden geçirilmiştir (Robert vd., 2010).

3.4.6 Toplam ve yüzey fenol analizi

20 µL süspansiyon içerisine 1580 µL saf su ilave edilmiştir. Üzerine 100µL folin-ciocalteu ayırıcı ilave edilmiş 5 dakika bekletilmiştir. Daha sonra üzerine 300 µL doymuş sodyum karbonat eklenmiş ve karıştırılarak 2 saat karanlıkta bekletilmiştir. Süre sonunda 760 nm dalga boyunda spektrofotometrede okuma yapılmıştır. Şahit olarak çözücü örnek yerine koyulmuştur.

3.4.7 Antioksidan aktivite analizi

Antioksidan aktivite hesaplanması için Frap metodu kullanılmıştır. Bu metoda göre 50µL süspansiyon içine 950 µL çözelti (asetat tamponu:Fe3klorid:TPTZ, 10:1:1) ilave edilmiş ve 5 dakika karanlıkta bekletilerek 593 nm absorbandsda okuma yapılmıştır. Şahit olarak çözücü olarak kullanılan etanol:asetik asit:su karışımı kullanılmıştır.

3.4.8 Antosiyanin analizi

Süspansiyon haldeki örnekten 2 mL alınarak 25 mL balon jodelere ilave edilmiş, 0.025 M potasyum klorür tampon çözeltisi (pH 1) ile 0.4 M sodyum asetat tampon çözeltisi (pH 4.5) ile çizgisine tamamlanmıştır. Yarım saat ve 1 saat arasında 515 ve 700 nm'de absorbandsları ölçülmüştür (Cemeroğlu vd., 2011).

3.4.9 Depolama stabilitesi

Hazırlanan doymuş magnezyum klorit tuzu çözeltisi içerisinde (0.328 a_w) yerleştirilerek toz ve mikrokapsüller 3 ay boyunca depolanmış ve depolama boyunca renk, toplam fenol içeriği, antioksidant aktivite ve antosiyanin içeriklerine bakılmıştır. Ayrıca antosiyanin kaybı üzerinden depolama kinetiği çalışılmıştır. Burada antosiyaninin reaksiyon hız sabiti (k), yarı ömrü (t^{1/2}) ve Q₁₀ değeri belirlenmiştir (Ferrari vd., 2013).

3.4.10 Toz ve mikrokapsül morfolojisi (SEM)

Toz ve mikrokapsüllerin dış görünüşlerinin fotoğrafları, Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. SEM çalışmaları OMÜ, *Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (KİTAM)* gerçekleştirilmiştir. Örneklerden daha net görüntü elde edilebilmesi için 10 nm kalınlığında Altın-Paladyum kaplama yapılarak JSM-6400 elektron mikroskobu (Jeol Ltd., Tokyo, Japan) kullanılarak yapılmıştır.. Yüksek vakum altında, 3 kV voltajda görüntüler elde edilmiştir. Örnekler 300, 1,5000 kat büyütme uygulanmıştır.

3.4.11 Meyve tozu ve mikrokapsüllerin partikül boyut ve partikül boyut dağılımı

Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülü için boyut ve boyut dağılımı 25 °C'de Zetasizer cihazı (Malvern Zetasizer Version 6.01, İngiltere) ile ölçülmüştür. Tozların yeniden çözündürülmesiyle elde edilen dispersiyonda partikül boyutlarına bakılmıştır. Tozların saf su ile %1'lik çözeltisi hazırlanıp oda sıcaklığında karıştırılarak ölçüm yapılmıştır. Sırasıyla meyve suyunun ve suyun refraktif indeksi 1.4 ve 1.3 olarak kabul edilmiştir. Meyve suyunun absorbands değeri 0.1 olarak alınmıştır. Partikül boyut ve dağılımı hacimsel ortalama çapı olarak (D_(4,3)) verilmiştir (Eşitlik 3).

$$D_{(4,3)} = \sum n_i d_i^4 / d_i^3 \quad (3)$$

Bu eşitlikte, d_i, damlacıklarının çapı ve n_i, damlaların sayısıdır.

3.5 Deneysel tasarım

Çalışmanın başında klasik nozul başlığı ile çalışırken Plackett-Burman (PB) faktöriyel tasarımı, çalışılan faktörlerin önemli olup olmadığını anlamak için kullanılmıştır. Burada kullanılan faktörler (bağımsız değişkenler) hava giriş sıcaklığı, besleme hızı, maltodekstrin (MD) (toz üretimi için) ve maltodekstrin-gam arabik (MD-GA) konsantrasyonu (mikrokapsül için), maltodekstrin dekstroz eşdeğeri (DE), mavi yemiş türüdür. Bu faktörler yüksek (+) ve düşük (-) seviyeler için değerleri Tablo 2'de verilmiştir. Antosiyanin içeriği toz üretiminde, enkapsülasyon verimliliği mikrokapsül üretiminde faktöriyel tasarımda bağımlı değişken olarak değerlendirilmiştir.

Tablo 2. Plackett-Burman (PB) tasarımı için bağımsız değişkenlerin kodlu ve gerçek değerleri

Bağımsız değişkenler	Seviyeler	
	-1	1
X ₁ , hava giriş sıcaklığı (°C)	120	180
X ₂ , besleme hızı (mL/dak)	20	40
X ₃ , Maltodekstrin konsantrasyonu (%)	10	40
X ₄ , MD dekstroz eşdeğeri	6	15
X ₅ , Mavi yemiş türü	Duke	Darrow

Plackett-Burman (PB) tasarımı birçok faktörle çalışırken az sayıda deneme planı çıkararak faktörlerin önemsiz olanlarını elemeyi kolaylaştırmaktadır. Bu sebeple bu faktöriyel tasarım optimizasyon öncesinde çalışılmıştır. Böylece optimizasyonda sadece önemli faktörlerle çalışılarak daha fazla bağımlı değişken üzerinde optimum toz ve mikrokapsül üretim değerleri elde edilmiştir.

Optimizasyon çalışmasında ise, klasik nozul başlığı ile çalışırken iki faktörlü beş seviyeli merkezi katman tasarımında önemli olan bağımsız değişkenler (Hava giriş sıcaklığı, X₁; maltodekstrin veya kaplayıcı konsantrasyonu, X₂) seçilerek toplamda 12 deneysel tasarım kombinasyonu oluşturulmuştur (Tablo 3 ve 4). Mikrokapsül üretiminde maltodekstrin:gam arabik literatür araştırması sonucu 4:1 olarak kullanılmıştır. Dispersiyonların kurutulması işlemi püskürtmeli kurutucu (Buchi Mini Spray Dryer B-290, İsviçre) ile yapılmıştır. Tüm ölçümlerde sabit tutulan parametre olan besleme hızı %25, hava akışı hızı 601 L/saat (%50), aspiratör debisi ise %100 olarak ayarlanmıştır.

Tablo 3. Klasik nozul başlığı ile toz üretiminin optimizasyon işleminde merkezi katman deneme planı için değişkenler ve seviyeleri

Bağımsız değişken	Kodlanmış seviyeler				
	$-\alpha$	-1	0	+1	α
X_1 , hava giriş sıcaklığı (°C)	108	120	150	180	192
X_2 , maltodekstrin konsantrasyonu (%)	5.8	10	20	30	34

Tablo 4. Klasik nozul başlığı ile mikrokapsül üretiminin optimizasyon işleminde merkezi katman deneme planı için değişkenler ve seviyeleri

Bağımsız değişken	Kodlanmış seviyeler				
	$-\alpha$	-1	0	+1	α
X_1 , hava giriş sıcaklığı (°C)	108	120	150	180	192
X_2 , kaplayıcı madde konsantrasyonu (%)	3.8	10	25	40	46

Ultrasonik nozul başlığı (Buchi Ultrasonic Controller, İsviçre) ile çalışırken her faktör için 3 seviye olduğundan Box Behnken deneme planı hazırlanmıştır (Tablo 5). Box Behnken, 2^3 faktöriyel bir tasarımda merkez noktada 3 adet tekrarla birlikte toplamda 15 adet deneme planını içermektedir. Merkez noktası tüm değişkenlerin orta değerlerinin alındığı noktadır. Dispersiyonların hazırlanmasında klasik nozul optimizasyonu sonucu elde edilen maltodekstrin/kaplayıcı madde konsantrasyonu kullanılmıştır.

Tablo 5. Ultrasonik nozul başlığı ile toz ve mikrokapsül üretiminin optimizasyon işleminde Box Behnken deneme planı için değişkenler ve seviyeleri

Bağımsız değişken	Kodlanmış seviyeler		
	-1	0	+1
X_1 , hava giriş sıcaklığı (°C)	125	145	165
X_2 , ultrasonik güç (Watt)	5	7.5	10
X_3 , besleme hızı (%)	5	6.5	8

Dondurarak kurutma işlemi için püskürtmeli kurutucuda kullanılan optimum noktada elde edilen dispersiyonlar hazırlanarak plastik tabak içerisine konulmuştur. Kurutmadan bir gün önce -40°C 'de bekletilerek dondurulmuştur. Daha sonra liyofilizatörde (Lyph-Lock 6 (Labconco, USA)) kurutma 0.100 mbar basınç altında, -80°C 'de 24 saat sürede yapılmıştır.

3.6 Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülünden üretilen dondurma ve kek ürünleri üzerinde yapılan analizler

Kek üretimi: Kek hamuru içerisine %19.72 şeker, %10.59 yumurta, %16.44 yağ, %22 süt, %30.12 un ve %1.09 kabartma tozu ilave edilmiştir. Kek hamurunu hazırlamak için öncelikle şeker ve yumurta 2 dakika yüksek ayarda karıştırılmıştır. Daha sonra içerisine süt, yağ birer dakika ara ile ilave edilerek karıştırılmışlardır. Un karışım içerisine ilave edilerek 4 dakika boyunca karıştırılarak homojen hale gelen hamur ikiye bölünmüş her bir hamur parçasına %2 toz veya mikrokapsül ilave edilerek homojen hale gelinceye kadar karıştırılmıştır. Hamur karışımı önceden ısıtılmış ev tipi fırın (Arçelik 9411 FT; Arçelik, İstanbul, Türkiye) ile 180 C'de 30 dakika pişirilmiştir. Pişme sonrasında kek örnekleri kalıplarından çıkarılmış ve oda sıcaklığında 1 saat soğutulmuştur.

Dondurma üretimi: Dondurma model karışımları sadece şeker, süt ve salep içeren geleneksel dondurma karışımı baz alınarak hazırlanmıştır (Kaya ve Tekin, 2001; Kuş vd., 2005). Şeker konsantrasyonu % 22 (w/w), salep konsantrasyonu % 0.5 olarak ayarlanmıştır. Son karışımda topaklanmayı önlemek amacıyla salep, toplam şekerin % 3.2' si ile karıştırılarak ana karışıma ilave edilmek üzere hazırlanmıştır. Şekerin geri kalanı toplam sütün %60'ı içinde çözündürülüp 50 °C'ye ısıtılarak salep ana karışıma eklenmiştir. Geri kalan sütün eklenmesiyle karışım hazırlandıktan sonra devamlı şiddetli karışım altında 85 C°'de 1 dk'da karışımın pastörizasyonu yapılmıştır. En son olarak %2 oranında toz/mikrokapsül ilave edilerek karıştırılmıştır. Karışımlar hızlıca 4C°'ye soğutulularak 24 saat buzdolabında muhafaza edilmiştir. Olgunlaşan karışımlar dondurma makinasında (Delonghi II Gelataio ICK5000) verilerek sürekli karışım ve soğutma altında 45dk'da dondurma üretilmiştir. Dondurmalar -18 °C'de analizler yapılmaya kadar depolanmıştır.

1. *Tekstür analizi:* Keklerin tekstürel özellikleri Texture Analyzer TA.XPplus (Stable micro systems, Godalming, UK) ile ölçülmüştür. Bu amaçla *Tekstür Profil Analizi (TPA)* özelliklerine bakılmıştır.
2. *Duyusal analizler:* Aroma, yapı ve tekstür, görünüm ve renkte duysal analizler Gıda Mühendisliği Bölümünde görevli öğretim elemanlarından oluşturulacak panelist grup tarafından gerçekleştirilmiştir. 20 panelist ile bir kontrol örneği (mavi yemiş tozu ve kapsülü içeren kek ve dondurma) ve diğer toz ve mikrokapsül içeren (Klasik ve ultrasonik nozul ile püskürtmeli kurutucuda elde edilen ve dondurarak kurutucuda elde edilenler) kek ve dondurma örnekleri arasında karşılaştırma yaptırılmıştır. Değerlendirme 1-5 puan aralığında yapılarak beğenilirliklerine bakılmıştır.
3. *Kek pişirme stabilitesi:* Kek içerisinden fenolik bileşenleri ekstrakte etmek amacı ile kek içinden 10 g alınarak üzerine 20 mL etanol:asetik asit:su (50:8:42) karışımından ilave

edilmiştir. ubuk yardımı ile ezilerek, ultraturraks ile 10000 rpm'de 2 dakika paralanmıřtır. Daha sonra santrifüj edilerek (10000 rpm, 2 dakika) sıvı kısım katıdan filtre edilerek alınmıřtır. Piřirme sırasında toplam fenol, antioksidant aktivite ve antosiyanin ieriklerinde kayıp oranı belirlenmiřtir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Püskürtmeli kurutucuda klasik nozul ile mavi yemiş tozu üretimi

4.1.1 Mavi yemiş meyve ve pulpu fizikokimyasal analizleri

Mavi yemiş meyve türlerinin (duke ve darrow) kimyasal kompozisyonu Tablo 6'da verilmiştir ve fotoğrafları Şekil 2'de gösterilmiştir.

Tablo 6. Mavi yemiş türlerinin kimyasal kompozisyonu

Analizler	Duke	Darrow
Kuru madde	12.76±0.51	13.38±0.28
Yağ	0.13±0.01	0.13±0.00
Kül	0.54±0.00	0.83±0.12
Protein	0.59±0.01	0.63±0.06



Şekil 2. Projede kullanılan mavi yemiş türlerinin (Duke ve Darrow) fotoğrafları

Mavi yemişin blenderde parçalanarak santrifüj edilip filtreden geçirildikten sonra elde edilen mavi yemiş pulpları için yapılan fizikokimyasal analiz sonuçları Tablo 7'de verilmiştir.

Tablo 7. Mavi yemiş pulplarının fizikokimyasal özellikleri

Analizler	Duke pulpu	Darrow pulpu
Kuru madde	10.90±0.20	11.57±0.17
Yağ	0.17±0.01	0.26±0.22
Kül	0.07±0.00	0.11±0.01
Protein	0.31±0.04	0.18±0.03

pH	3.11±0.02	3.04±0.01
Toplam çözümler madde (°Briks)	8.50±0.25	10.00±0.50
Asitlik (% sitrik asit)	0.44±0.01	0.53±0.01
Toplam Fenol (mg GAE/100g db pulp)	682.5±14.89	856.6±14.18
Antioksidan aktivite (µmol /100g db pulp)	9576±4.67	8465±3.21
Antosiyanin (mg siyanidin-3-glukozit/100g db pulp)	2220±11.75	1552±15.23

4.1.2 Mavi yemiş Toz Üretimi

Mavi yemiş tozu üretimi sırasında çekilen fotoğraf şekil 2'de gösterilmiştir ve elde edilen faktöriyel deneme planı Tablo 8'de verilmiştir. Burada antosiyanin değeri mavi yemiş tozu için en önemli parametre olduğundan faktörlere etkisine bakılmıştır. Deneme 4 püskürtmeli kurutucuda üretilmemiştir. Antosiyanin içeriği kuru madde üzerinden 201 ile 858 mg siyanidin-3-glukozit/100g arasında sonuçlar değişmiştir.



Şekil 3. Püskürtmeli kurutucuda mavi yemiş tozu üretimi

Faktöriyel tasarım sonucunda elde edilen faktörlerin antosiyanin üzerine etkilerinin önem dereceleri ANOVA testi yapılarak verilmiştir (Tablo 9). Burada model önemli bulunmuştur ve hava giriş sıcaklığı (Tg, °C) 0.01 önem derecesinde ve maltodekstrin oranı (K, %) 0.001 önem derecesinde antosiyanin içeriğini etkilediği belirlenmiştir. Ürünü besleme hızı (F, %), Maltodekstrin dekstroz eşdeğerliği (DE) ve mavi yemiş türü (Duke ve Darrow) modelde önemsiz bulunmuştur. Bu nedenle optimizasyon çalışmasında önemli çıkan faktörler ile çalışılacak, ve daha fazla bağımlı değişken ile optimum çalışma sonuçları bulunacaktır. Önemsiz çıkan faktörler ise optimizasyon çalışması için, besleme hızı optimum seviyede, maltodekstrin dekstroz eşdeğerliği 6 DE ve mavi yemiş türlerinden duke ile çalışılacaktır.

Tablo 8. Plackett-Burman (PB) deneme planı

Deney no	Hava giriş sıcaklığı (°C)	Besleme hızı (%)	Maltodekstrin konsantrasyonu (%)	Maltodekstrin DE	Mavi yemiş türü	Antosiyanin içeriği (mg/100g)
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	
1	120	20	10	6	duke	852.51
2	180	20	10	15	darrow	551.46
3	180	40	30	6	darrow	201.07
4	120	40	10	15	darrow	-
5	180	20	30	15	darrow	469.57
6	180	40	10	15	duke	641.58
7	120	40	30	15	duke	515.51
8	120	20	10	6	darrow	857.49
9	120	20	30	15	duke	310.33
10	120	40	30	6	darrow	378.29
11	180	40	10	6	duke	567.74
12	180	20	30	6	duke	350.39

Hava giriş sıcaklığı arttıkça sıcaklığa duyarlılığından dolayı antosiyanin içeriği azalmıştır. Benzer sonuçları Tonon vd.,(2008) açai meyve tozu için bulmuşlardır. Maltodekstrin püskürtmeli kurutucuda mavi yemiş suyunun yapışmasını azaltmak amacı ile katılmıştır. Ancak faktöriyel tasarım sonucunda oran olarak daha fazla arttıkça antosiyanin içeriğini azalttığı görülmüştür bu durum renk üzerine de etki etmiştir.

Tablo 9. Antosiyanin içeriği için ANOVA tablosu

Bağımsız değişkenler	Antosiyanin içeriği		
	Kareler toplamı	F değeri	p-değeri
Model	415571,5	11,55	0.0166
X ₁ , T _g	100699,8	16,79	0.0149
X ₂ , F	9768,601	1,62	0.2708
X ₃ , K	314818,5	52,51	0.0019
X ₄ , DE	18176,41	3,03	0.1566
X ₅ , M	8413,17	1,62	0.2926

Mavi yemiř tozları için toplam fenol 474 ile 880 mg GAE/100g toz arasında, antioksidan aktivite 436 ile 852 μ mol Trolox/100g toz arasında bulunmuřtur.

Elde edilen mavi yemiř tozlarının renk parametrelerine bakacak olursak, maltodekstrin oranı arttıřça renk daha fazla aılmıř ve L deęerleri artmıřtır.

4.1.3 Optimizasyon

Püskürtmeli kurutucu ile maltodekstrin ilaveli mavi yemiř tozları üretimi için optimum nokta belirlenmesinde yanıt yüzey yöntemi kullanılmıřtır. Plackett-Burman faktöriyel tasarımı ile üretim üzerine etki eden önemli parametreler optimizasyonda bağımsız deęiřkenler olarak seilmiřtir. Hava giriř sıcaklıęını (120-180°C) ve maltodekstrin konsantrasyonu (% 10-30) iki farklı bağımsız deęiřken olup; elde edilen mavi yemiř tozlarında antioksidan aktivite, toplam fenol, antosiyanin ierięi, çözünlülük ve toz verimi üzerine etkisine bakılmıřtır (Tablo 10).

Tablo 10. Optimizasyon deneme planı ve elde edilen deneysel sonuçlar (ortalama)

Deney No	T _g (°C)	K (%)	Antioksidan aktivite	Toplam fenol	Antosiyanin ierięi (mg/100g)	Çözünlülük (s)	Toz verimi (%)
1	150	20	6212	390	635	48	50.5
2	150	34	2467	310	519	55.5	32.5
3	192	20	5799	466	646	35	45.9
4	150	20	5388	422	628	40	48.36
5	180	10	8652	728	868	15	40.56
6	150	6	11646	768	1742	11	28.17
7	150	20	16861	713	789	30	45.7
8	180	30	2824	200	471	56	44.88
9	108	20	8850	589	1324	30	36.6
10	120	30	2377	239	1671	58	33.85
11	120	10	15303	957	1911	19	32.98
12	150	20	6411	448	1103	27.5	41.45

Optimizasyon çalıřmasında yer alan iřlem deęiřkenleri ile her bir yanıt arasındaki iliřkiyi ifade eden matematiksel modeller çoklu lineer regresyon analizi yapılarak oluřturulmuřtur. Bunun için modellere her bir deęiřkenin öncelikle lineer etki terimleri, daha sonra quadratik ve interaksiyon etki terimleri sırası ile toplu halde eklenmiř ve kareler toplamındaki artış ve model uygunsuzluęu testi (lack of fit) deęerleri analiz edilmiřtir. Her bir bağımsız deęiřkenin yanıtlar üzerindeki lineer, interaksiyon ve quadratik etkilerinin istatistiksel olarak önemlilięi de Tablo 11'da gösterilmiřtir.

Elde edilen deneysel sonuçlardan yararlanılarak deęiřkenlerin her bir yanıt üzerine etkisi varyans analizi (ANOVA) ile belirlenmiřtir. p deęeri 0.05'ten büyük olan etkiler önemsiz kabul

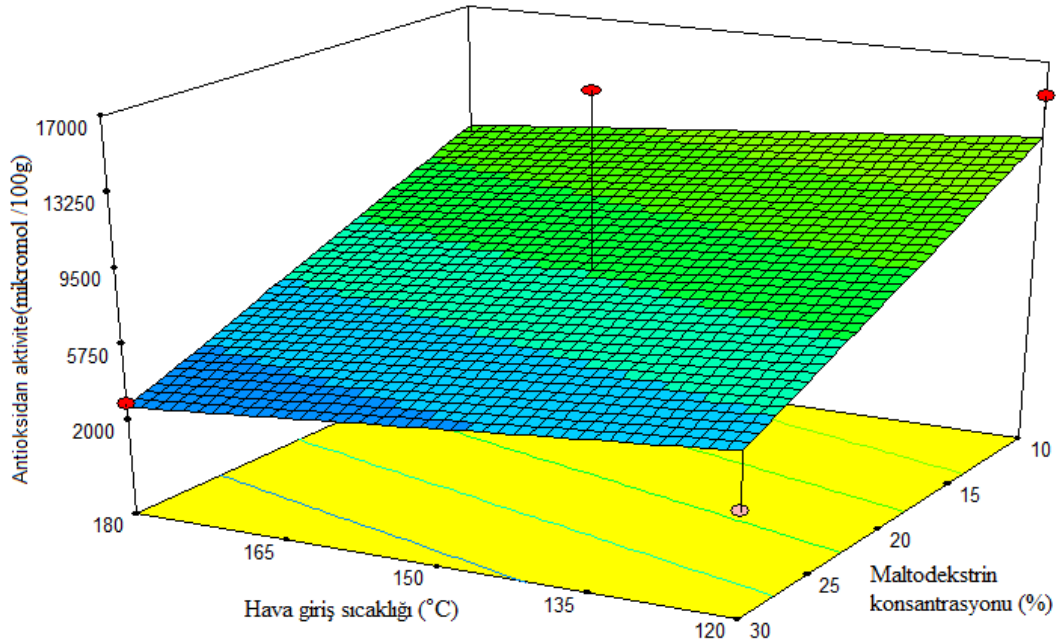
edilmiştir. ANOVA tablosu incelendiğinde bütün bağımlı değişkenlerde modelin önemsiz olduğu ve modelin uyumsuzluğu (lack of fit) önemsiz bulunduğu görülmektedir. Hava giriş sıcaklığı toz verimi açısından önemli bulunurken, maltodekstrin konsantrasyonu antioksidant aktivite, toplam fenol, antosiyanin içeriği ve çözünürlük açısından önemli bulunmuştur.

Antioksidant aktivite

Gıdalardaki antioksidantlar, insan sağlığı üzerine olumsuz etkisi olan serbest radikallere karşı oldukça etkilidirler. Yüksek miktarda fenolik madde içeren mavi yemiş meyvesinin yüksek antioksidant özellikleri vardır.

Antioksidant aktivite 2377.54 ile 16861.11 $\mu\text{mol} / 100\text{g}$ aralığında bulunmuştur. Optimum nokta için, hava giriş sıcaklığı ve maltodekstrin konsantrasyonu fonksiyonu olarak antioksidant aktivite değişimini veren yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrileri Şekil 4'de gösterilmiştir.

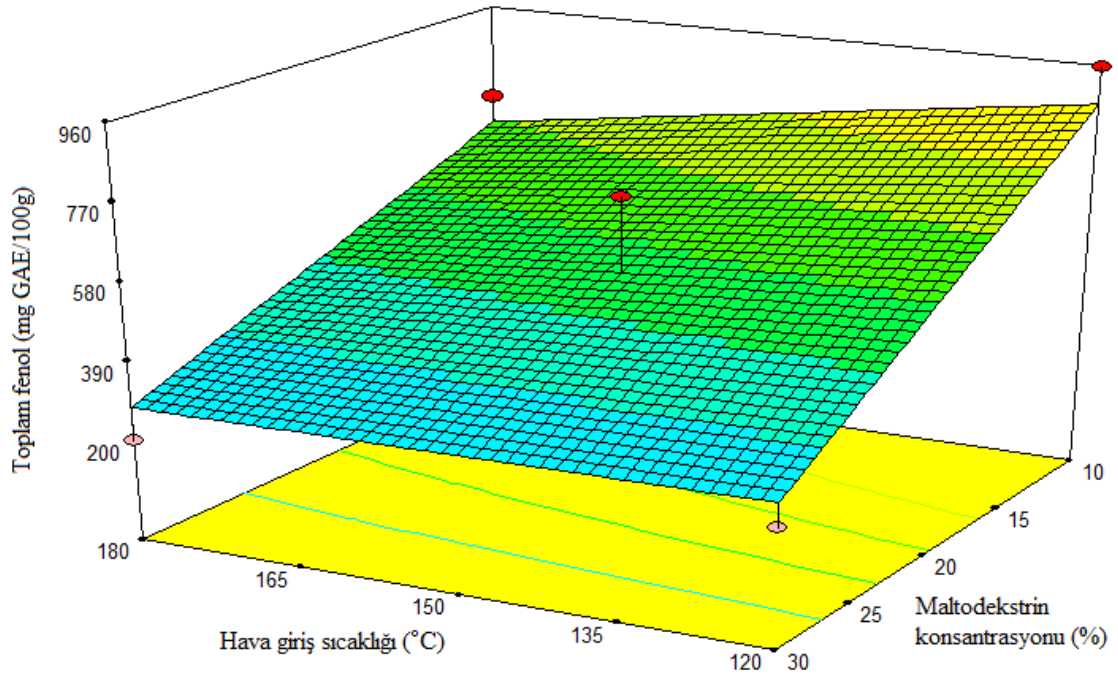
Antioksidant aktivite hava giriş sıcaklığının ve maltodekstrin konsantrasyonunun azalması ile arttığı görülmektedir. Maltodekstrin konsantrasyonunun artışı antioksidant aktiviteyi önemli derecede ($p < 0.05$) etkilemiştir. Maltodekstrin konsantrasyonu arttıkça pulp içerisindeki fenolik bileşenlerin oranının azalması ile yani maltodekstrinin dilüsyon etkisi ile antioksidant aktivitede azalma olmuştur. Benzer durum Silva vd.(2014) ve Souza vd.,(2014) çalıştığı Jabuticaba kabuğu ve kara üzüm artıklarında gözlenmiştir.



Şekil 4. Klasik nozul ile toz üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Toplam fenol içeriği

Örneklerin toplam fenol içeriği analiz sonuçları; 200.24-957.71 mg GAE/100g aralığında çıkmıştır. Maltodekstrin konsantrasyonu toplam fenol içeriği üzerinde hava giriş sıcaklığından istatistiksel olarak ($p < 0.05$) daha fazla etkiye sahiptir (Tablo 11). Bu durumun maltodekstrinin kurutma sırasında fenolik bileşenleri dış etkenlere karşı korumasından kaynaklanıyor olabileceği belirtilmektedir (Horuz vd., 2012). Antioksidant aktivite sonuçlarına benzer olarak maltodekstrin konsantrasyonunun artması dilüsyon etkisi ile toplam fenol içeriğinde azalma görülmüştür. Hava giriş sıcaklığının artması ile de toplam fenol içeriğinde azalma görülmektedir (Şekil 5).



Şekil 5. Klasik nozul ile toz üretiminde toplam fenol içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksele eğrisi

Tablo 11. Her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu

Varyasyon kaynağı	Antioksidan aktivite		Toplam fenol		Antosiyanin		Çözünürlük		Toz verimi	
	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri
Model	13207.37	0.0459	485869	0.0053	2345432	0.0377	2560.9	0.0106	508.57	0.0068
X ₁	1383.06	0.3920	24414	0.2443	1281469	0.0101	0.1433	0.9626	126.10	0.0120
X ₂	12588.93	0.0177	448267	0.0010	700089	0.0341	2553.7	0.0006	15.999	0.2521
X ₁ X ₂	1259.54	0.4124	9025	0.4650	6162,25	0.8063	1	0.9014	2.9756	0.6045
X ₁ ²	850.35	0.4957	1755,62	0.9418	127690	0.2877	5.2562	0.7771	27.093	0.1503
X ₂ ²	618.44	0.5281	3186.22	0.8709	293094	0.1276	1.8062	0.8679	361.44	0.0009
Kalıntı	11377.53		111934		563096		359.48		59.785	
Model uygunsuzluğu	3956.09	0.9580	45859	0.8720	414864	0.2102	91.800	0.7986	14.183	0.8184
Saf hata	7421.4		66074		148232		267.68		45.602	
Toplam	24584.90		597803		2908528		2920.4		568.35	
R ²	0.5683		0.8199		0.8063		0.8769		0.8948	

X₁: Hava giriş sıcaklığı; X₂: Maltodekstrin konsantrasyonu
p değeri<0.05 ise önemlidir ($\alpha=0.05$).

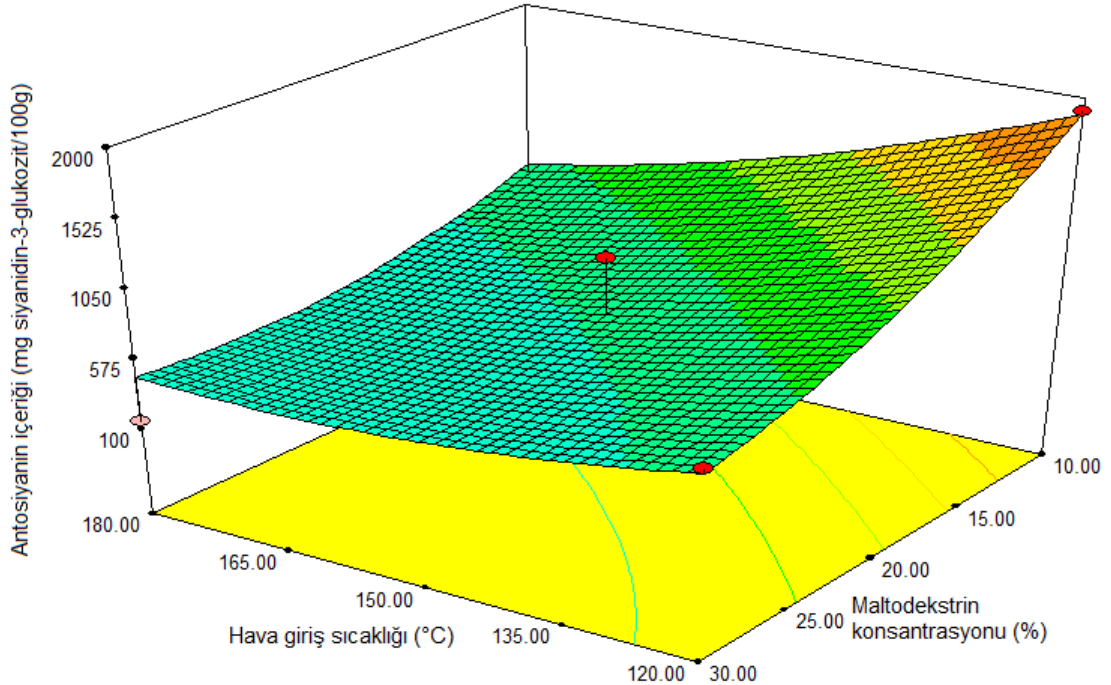
Antosiyanin içeriği

Antosiyaninler, meyve ve sebzelerin karakteristik renklerini vermektedirler. Stabil olmayan antosiyaninler ısınmadan olumsuz etkilenmekte ve sonuçta denatüre veya polimerize olarak (diğer fenolik bileşenlerle beraber) renk kaybı görülmektedir.

Her bir deney için elde edilen tozların antosiyanin içerikleri Tablo 10'da verilmektedir. Mavi yemiş tozlarının antosiyanin içeriği 471.54-1911.90 mg siyanidin-3-glukozit/100g arasında bulunmuştur. Antosiyanin içeriği üzerinde hava giriş sıcaklığının ve maltodekstrin konsantrasyonunun etkisi önemli bulunmuştur ($p < 0.05$) (Tablo 11).

Şekil 6'da görüldüğü gibi düşük maltodekstrin konsantrasyonunda hava giriş sıcaklığının artışı ile antosiyanin içeriğinde belirgin bir azalma olmuştur. Tonon vd.(2008) tropikal açai suyunun, Quek vd.(2007) kavunun, Cai ve Corke (2000) Amaranthus betasiyanin pigmentinin ve Ersus ve Yurdagel (2007) siyah havucun püskürterek kurutulmasında sıcaklık artışının ürünlerdeki antosiyanin içeriğini olumsuz etkilediğini belirtmişlerdir.

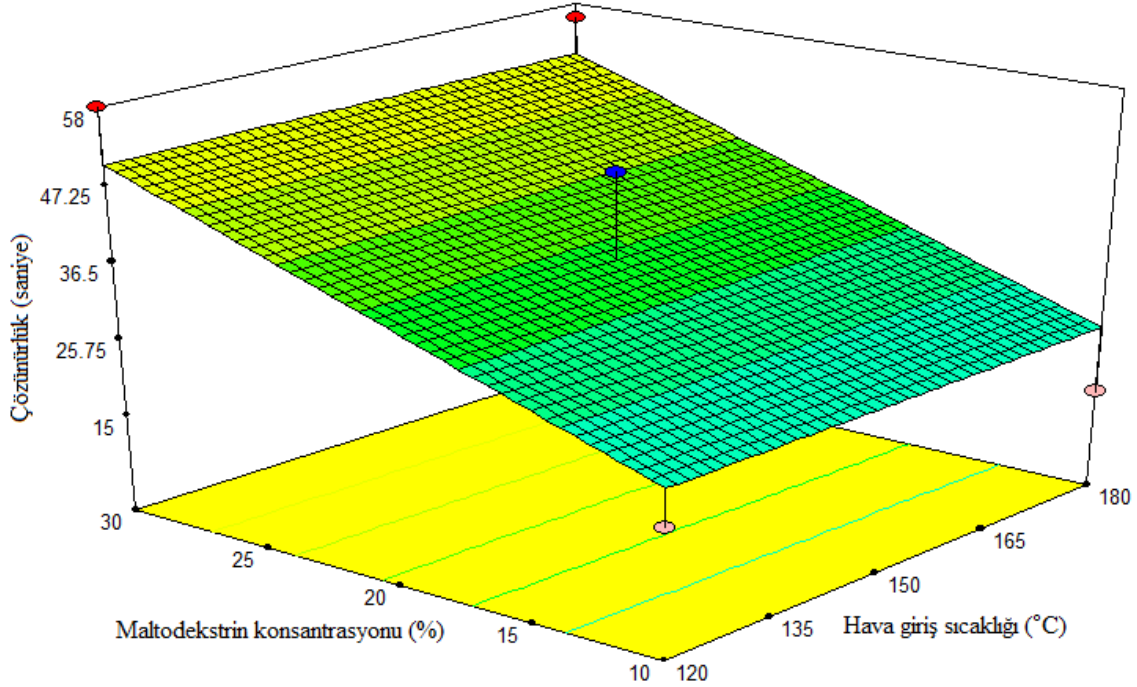
Mavi yemiş içerisindeki bileşenler arasındaki ilişkide, toplam fenol ve antosiyanin değerinin azalması ile antioksidant aktivitenin de azaldığı görülmüştür. Bununla ilgili daha önceden yapılan çalışmalarda benzer bulgulara rastlanmaktadır (Jiménez-Aguilar vd., 2011; Kalt vd., 1999; Lee ve Wrolstad, 2004; Smith vd., 2000).



Şekil 6. Klasik nozul ile toz üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksesti eğrisi

Çözünürlük

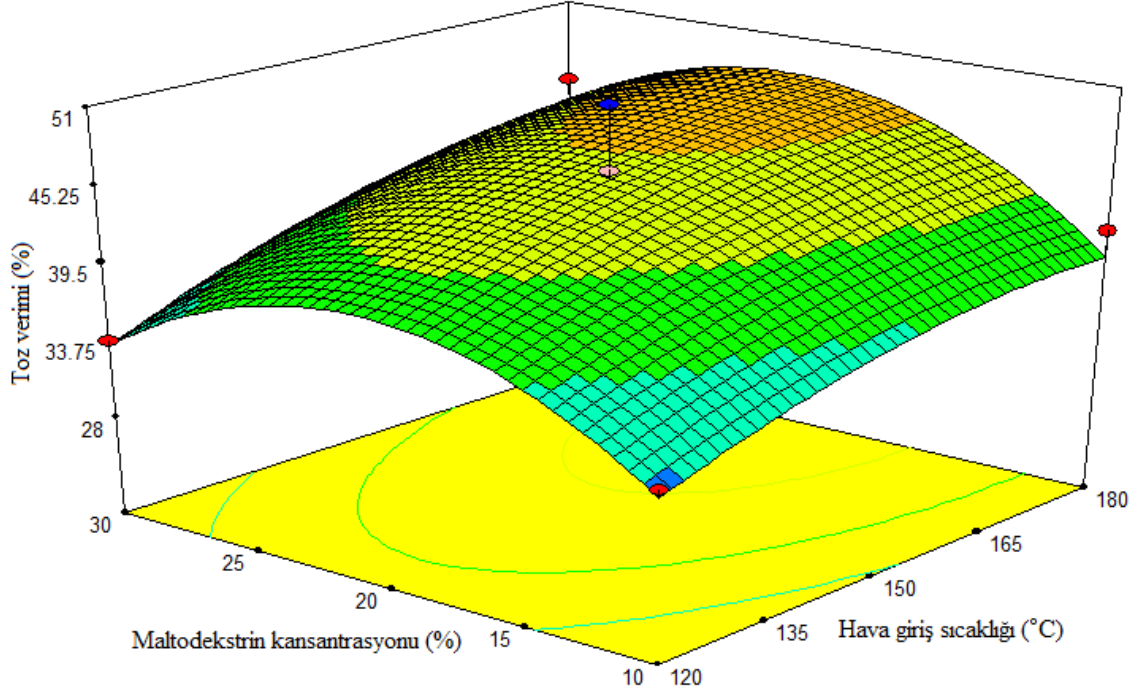
Mavi yemiş tozlarının su içerisinde çözünmesi sırasında ölçülen sürenin kısa olması, tozların yüksek çözünürlüğe sahip olması anlamına gelmektedir. Çözünürlük özelliği maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile azalmaktadır (Şekil 7). En yüksek çözünürlük süresi (çözünürlük özelliğinin en düşük olduğu) 58.50 s, en düşük çözünürlük süresi ise, 11.00 bulunmuştur. Maltodekstrin meyve tozu ile karşılaştırıldığında yüksek moleküler ağırlığından dolayı soğuk suda çözünürlüğünün düşük olduğu belirtilmiştir (Horuz vd., 2012). Maltodekstrinin yüksek olduğu tozlarda çözünürlüğün düşük olmasının sebebi bu şekilde açıklanabilir.



Şekil 7. Klasik nozul ile toz üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Toz verimi

Kurutma prosesinden sonra elde edilen kuru ürünün kütlece oranı ile ilişkilendirilmektedir. Maltodekstrin oranının artması ile genel olarak toz veriminde bir artış olmaktadır (Şekil 8). Hava giriş sıcaklığının artması ile ise çok az oranda toz verimi artmıştır. Papadakis vd.(2006) kuru üzüm suyunun püskürtülerek kurutulması üzerinde çalışmışlardır ve verimin maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile arttığını bulmuşlardır. Çalışmamızda bulunan sonuçlar ile benzerdir.



Şekil 8. Klasik nozul ile toz üretiminde toz verimi için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksekti eğrisi

Yığın yoğunluğu ve higroskopiklik

Yığın yoğunluğu birim hacim (mL) başına toz ağırlığı (g)'ni göstermektedir. Deneysel yığın yoğunluğu değerleri 0.24 ile 0.44 g/mL aralığında bulunmuştur. Yüksek maltodekstrin konsantrasyonlarında sıcaklığın artması ile yığın yoğunluğu artmıştır. Bu durum tozun nem değerleri ile ilişkilidir. Düşük sıcaklıklarda daha fazla nem içeren tozlar birbirine yapışır ve aralarında daha fazla boşluk oluşur ve bu yüzden yığın yoğunluğu azalır. Düşük kurutma sıcaklığında maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile yığın yoğunluğu artmıştır, bu durum maltodekstrin zayıf su bağlama özelliğinden kaynaklanmaktadır. Su içeriğinin azalması, partiküller arasında boşlukların azalması ve yığın yoğunluğunun artmasına neden olur. Goula ve Adamopoulos (2010) maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile yığın yoğunluğunun azalmasına neden olduğunu belirtmişlerdir.

Higroskopiklik üzerinde sıcaklığın ve maltodekstrin konsantrasyonunun etkisinin önemli olmadığı belirlenmiştir ve bu nedenle optimizasyona katılmamıştır. En düşük higroskopiklik değerleri (5.78 g/100g), en yüksek maltodekstrin konsantrasyonlarında bulunmuştur (Tablo 13). Bu durum maltodekstrinin düşük higroskopik yapıda olmasından ve tozlar üzerinde bunu etkilediği şeklinde açıklanabilmektedir (Tonon vd., 2008).

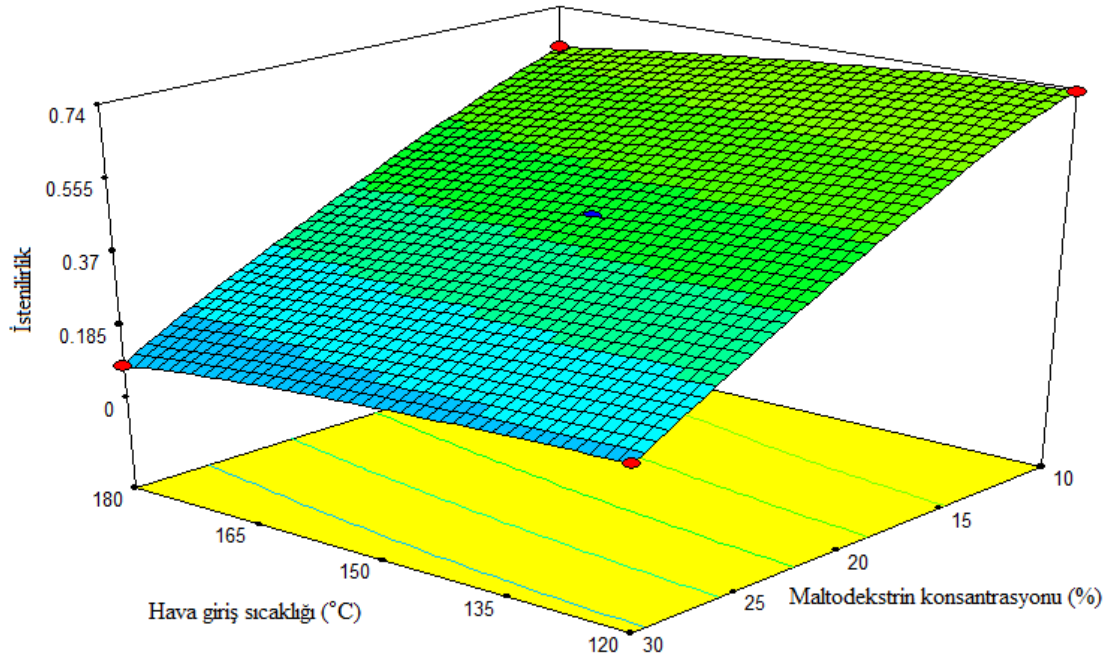
4.1.4 Optimum noktanın belirlenmesi

Püskürtmeli kurutucuda toz üretimi için maksimum antioksidant aktivite, toplam fenol, antosiyanin içeriği, toz verimi, minimum çözünürlük süresi seçilmiştir.

İstenilirlik (Desirability) fonksiyonu yaklaşımı uygulandığında 3 optimum nokta elde edilmiştir. Bu çözümler Tablo 12'de verilmiştir. Elde edilen noktaların maksimum istenilirlik değeri 0.7281 olarak bulunmuştur (Şekil 9).

Tablo 12. Klasik nozul ile toz üretiminde istenilirlik değerleri

No	Hava giriş sıcaklığı (°C)	Maltodekstrin konsantrasyonu (%)	Antioksidan aktivitesi	Toplam fenol	Antosiyanin değeri	Çözünürlük	Toz verimi	İstenilirlik
1	120	10.17	146909	865.98	1789.1	17.75	32.67	0.7281
2	120	10	14788	871.58	1800.8	17.43	32.40	0.7279
3	160,5	10	10618	718.34	1189.5	17.73	38.40	0.5873



Şekil 9. Klasik nozul ile toz üretiminde istenilirlik için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Tablo 13. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının fizikokimyasal analiz sonuçları

Deney no	Toplam Fenol (mg GAE/100g)	Antioksidant aktivite ($\mu\text{mol}/100\text{g}$ toz)	Antosiyanin içeriği (mg siyanidin-3-glukozit/100g)	Higroskopiklik (g/100g)	Yığın yoğunluğu (g/mL)	Çözünürlük (s)	Kuru madde (%)
1	390.44±18.3 ^{ef}	6212.18±68.1 ^{cde}	635.06±16.2 ^{cd}	6.43±0.04 ^{fg}	0.32±0.02 ^{cd}	48.00±4.24 ^{bc}	98.38±0.53 ^{ab}
2	310.81±47.3 ^{efg}	2467.63±61.7 ^{fg}	519.02±13.2 ^d	10.63±0.18 ^{bcd}	0.35±0.02 ^{bc}	55.50±0.70 ^{ab}	96.45±0.64 ^d
3	462.6±75.9 ^{de}	5799.53±12.3 ^{de}	646.60±17.8 ^{cd}	11.07±0.03 ^{bc}	0.32±0.02 ^{cd}	35.50±3.53 ^{de}	98.37±0.52 ^{ab}
4	422.98±30.8 ^{de}	5388.98±47.8 ^{ef}	628.77±12.1 ^{cd}	13.37±0.81 ^a	0.27±0.01 ^{de}	40.00±4.24 ^{cd}	97.24±0.34 ^{bcd}
5	728.99±36.9 ^{bc}	8652.80±85.6 ^{cd}	868.38±26.5 ^{bcd}	9.07±0.03 ^{cde}	0.24±0.01 ^e	15.00±0.0 ^g	97.13±0.19 ^{bcd}
6	768.26±7.8 ^b	11646.32±28.5 ^b	1742.63±0.4 ^{ab}	11.39±0.84 ^{ab}	0.44±0.00 ^a	11.00±2.82 ^g	98.26±0.36 ^{ab}
7	713.35±47.9 ^{bc}	16861.11±22.0 ^a	789.06±0.41 ^{cd}	11.88±0.68 ^{ab}	0.25±0.01 ^{bc}	30.50±0.70 ^{de}	95.82±0.24 ^d
8	200.24±47.3 ^g	2824.11±59.7 ^{fg}	471.54±43.8 ^d	12.31±0.16 ^{ab}	0.35±0.02 ^e	56.00±0.41 ^{ab}	96.73±0.38 ^{cd}
9	589.89±51.1 ^{cd}	8850.01±13.4 ^{bc}	1324.91±3.7 ^{abcd}	7.99±0.71 ^{ef}	0.27±0.01 ^{de}	30.00±2.82 ^{de}	97.11±0.16 ^{bcd}
10	239.59±31.1 ^{fg}	2377.54±32.6 ^g	1671.49±20.0 ^{ab}	5.78±0.72 ^g	0.32±0.02 ^{cd}	58.50±2.12 ^a	97.97±0.04 ^{abc}
11	957.71±66.9 ^a	15303.51±15.4 ^a	1911.90±18.5 ^a	8.95±0.35 ^{de}	0.40±0.00 ^{ab}	19.00±1.41 ^{fg}	98.78±0.31 ^a
12	448.99±13.8 ^{de}	6411.18±10.7 ^{cde}	1103.11±94.8 ^{abcd}	6.04±0.36 ^{fg}	0.29±0.02 ^{cde}	27.50±2.12 ^{ef}	98.97±0.04 ^a

^{a-h}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p>0.05$). n=3.

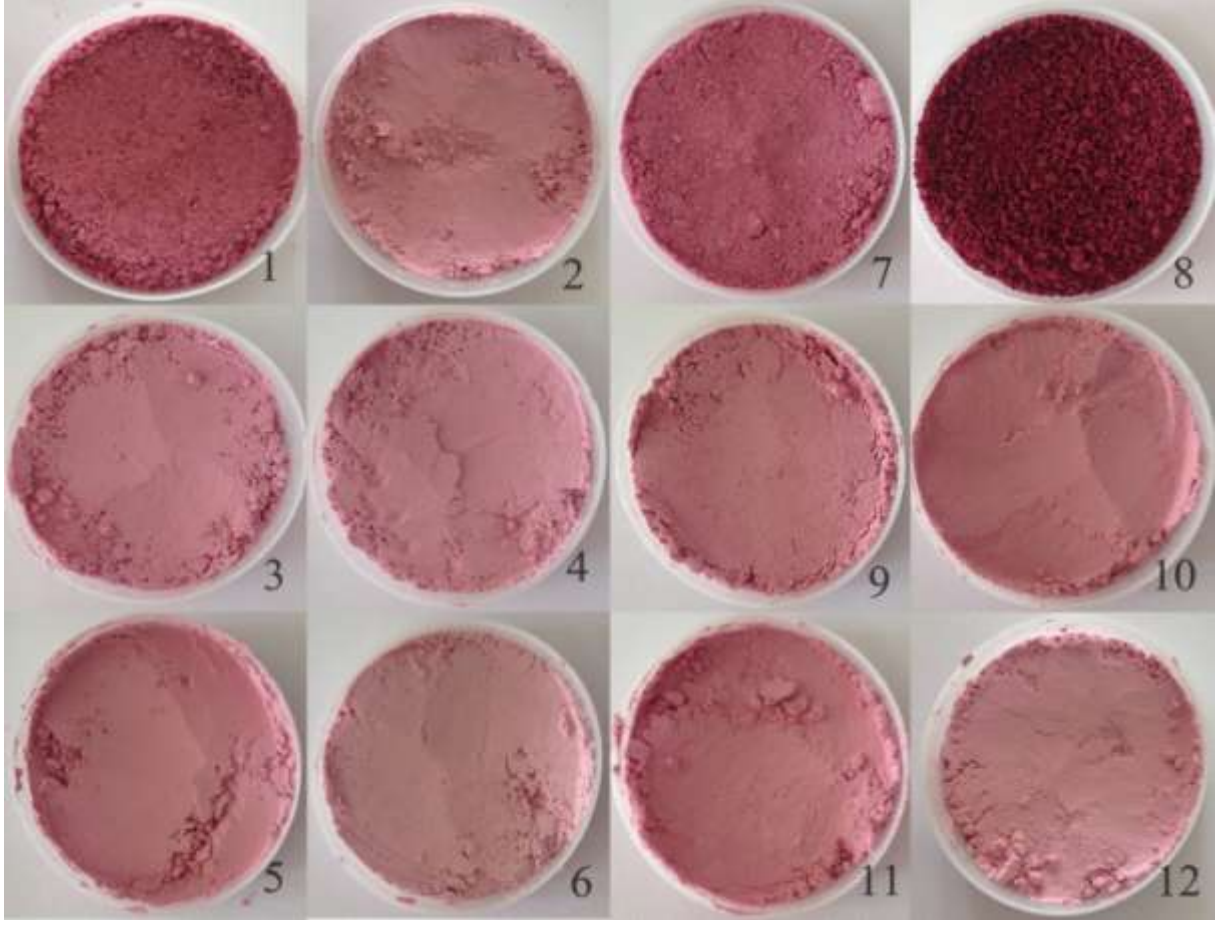
4.1.5 Renk deęerleri

Optimizasyon sonucu elde edilen tozların renk parametreleri Tablo 14'de verilmiştir ve tozların fotoęrafları Şekil 10'da gösterilmektedir. Elde edilen toz örneklerin L, a, ve b deęerleri arasında istatistiksel açıdan önemli farklılıklar bulunmuştur ($p < 0.05$). L deęerleri, 28.92 ile 76.76 arasında deęişmektedir. L deęeri maltodekstrin konsantrasyonunun azalması ile azalmaktadır. Toz örneklerinde antosiyanin içerięinin de önemli etkisi olan a^* renk parametresi yüksektir. Croma deęeri (C^*), renk gücünün oranıdır ve doygunluk derecesini göstermektedir. Maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile mavi yemiş tozları etkili renk deęerlerini kaybetmektedirler. Benzer sonuçlar Caliskan ve Dirim (2013)'in sumak ekstraktının püskürterek kurutulması çalışmasında bulunmuştur. Hue açısı (H°) deęeri algılanan renk deęeridir (Lee ve Rosenberg, 2000), ve Hue açısı bir renk dairesi olup kırmızı-mor renkler $0^\circ - 360^\circ$ arasındaki açı deęerini (McGuire vd., 2008). Hue açı deęerinin 0 ve altına inmesi kırmızı renk yoğunluęunun arttıęını göstermektedir (Rudell ve Fellman, 2005). Tozlarda elde edilen H° deęerleri $< 10^\circ$ olduęundan, örnekler kırmızı renkli olarak belirtilmektedirler (Jiménez-Aguilar vd., 2011).

Tablo 14. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının renk parametreleri

Deney no	L^*	a^*	b^*	C^*	H°
1	69.54±0.15 ^e	20.29±0.02 ^{de}	-1.47±0.02 ^{de}	20.34±0.01 ^{cd}	-4.15±0.03 ^e
2	73.05±0.08 ^c	19.47±0.15 ^e	-1.90±0.03 ^{fg}	19.56±0.15 ^d	-5.57±0.04 ^{gh}
3	70.19±0.03 ^e	20.15±0.07 ^{de}	-0.87±0.02 ^c	20.17±0.07 ^{cd}	-2.47±0.04 ^c
4	76.76±0.08 ^a	15.45±0.12 ^g	-0.12±0.01 ^b	15.52±0.02 ^f	-0.46±0.02 ^b
5	57.60±0.14 ^f	28.69±0.16 ^b	-2.17±0.03 ^g	28.78±0.16 ^a	-4.33±0.08 ^e
6	28.92±1.77 ^h	29.70±0.98 ^a	1.55±0.35 ^a	29.78±0.96 ^a	3.01±0.75 ^a
7	70.17±0.15 ^e	20.85±0.30 ^d	-2.03±0.04 ^g	20.75±0.64 ^c	-5.57±0.02 ^{gh}
8	70.91±0.16 ^{de}	21.07±0.10 ^d	-1.38±0.01 ^{de}	21.12±0.09 ^c	-3.75±0.08 ^{de}
9	70.58±0.05 ^e	20.96±0.12 ^d	-2.15±0.02 ^g	21.07±0.12 ^c	-5.85±0.75 ^h
10	74.91±0.03 ^b	18.19±0.12 ^f	-1.65±0.02 ^{ef}	18.26±0.12 ^e	-5.18±0.02 ^f
11	55.68±0.38 ^g	26.86±0.06 ^c	-1.53±0.03 ^{de}	26.91±0.06 ^b	-3.27±0.05 ^d
12	72.23±0.08 ^{cd}	19.65±0.15 ^e	-1.33±0.02 ^d	19.69±0.15 ^d	-3.88±0.08 ^{de}

^{a-h}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p > 0.05$). n=3.



Şekil 10. Klasik nozul ile toz üretiminde optimizasyon çalışması sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının fotoğrafları

4.2 Püskürtmeli kurutucuda klasik nozul ile mikrokapsül üretimi

4.2.1 Mavi yemiş ekstraktı analizleri

Mavi yemiş ekstraktı fizikokimyasal analizleri Tablo 15’de verilmiştir.

Tablo 15. Mavi yemiş ekstraktları fizikokimyasal analizleri

Analizler	Duke ekstraktı	Darrow ekstraktı
pH	3.26±0.02	2.97±0.01
Toplam çözünür madde (°Briks)	16±0.10	17.20±0.26
Asitlik (% sitrik asit)	0.46±0.01	1.07±0.01
Toplam Fenol (mg GAE/100g)	1104.1±7.22	1078.5±5.56
Antioksidan aktivite (µmol /100g)	31824±2.75	28020±6.18
Antosiyanin (mg siyanidin-3-glukozit/100g)	6509.4±4.87	4216.7±5.18

4.2.2 Mavi yemiş mikrokapsül Üretimi

Mavi yemiş mikrokapsülü faktöriyel deneme planı Tablo 16’da verilmiştir. Burada enkapsülasyon verimliliği mavi yemiş mikrokapsülü için en önemli parametre olduğundan faktörlere etkisine bakılmıştır. Deneme 5 püskürtmeli kurutucuda üretilmemiştir. Enkapsülasyon verimliliği fenolik içerik üzerinden %65 ile %92 arasında sonuçlar değişmiştir.

Tablo 16. Klasik nozul ile mikrokapsül üretimi için Plackett-Burman (PB) deneme planı

Deney No	Hava sıcaklığı (°C)	giriş hızı (%)	Besleme hızı (%)	Maltodekstrin konsantrasyonu (%)	DE	Meyve türü	Enkapsülasyon verimliliği
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅		
1	180	40	40	6	darrow	92	
2	180	20	10	15	darrow	65	
3	180	40	10	6	duke	94	
4	180	20	40	15	darrow	87	
5	120	40	10	15	darrow	-	
6	120	20	10	6	darrow	86	
7	180	40	10	15	duke	88	
8	120	20	10	6	duke	86	
9	120	40	40	15	duke	83	
10	120	40	40	6	darrow	72	
11	180	20	40	6	duke	79	
12	120	20	40	15	duke	90	

Faktöriyel tasarım sonucunda elde edilen faktörlerin enkapsülasyon verimliliği üzerine etkilerinin önem dereceleri ANOVA testi yapılarak verilmiştir (Tablo 17). Burada model önemli bulunmuştur ve hava giriş sıcaklığı (T_g , °C) 0.006 önem derecesinde ve kaplayıcı madde oranı (K, %) 0.006 önem derecesinde enkapsülasyon verimliliğini etkilediği belirlenmiştir. Ürünü besleme hızı (F, %), Maltodekstrin dekstroz eşdeğeri (DE) ve mavi yemiş türü (Duke ve Darrow) modelde önemsiz bulunmuştur. Bu nedenle optimizasyon çalışmasında önemli çıkan faktörler ile çalışılacak, ve daha fazla bağımlı değişken ile optimum çalışma sonuçları bulunacaktır. Önemsiz çıkan faktörler ise optimizasyon çalışması için, besleme hızı optimum seviyede, maltodekstrin dekstroz eşdeğeri 6 DE ve mavi yemiş türlerinden duke ile çalışılacaktır.

Tablo 17. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde enkapsülasyon verimliliği için ANOVA tablosu

Bağımsız değişkenler	Enkapsülasyon verimliliği (fenolik içerik üzerinden)		
	Kareler toplamı	F değeri	p-değeri
Model	754.74	36,36	0.006
X_1, T_g	132.71	44,76	0.006
X_2, F	30.90	10,42	0.112
X_3, K	143.28	48,33	0.006
X_4, DE	1.19	0.20	0.698
X_5, M	0.51	0.12	0.761

Mavi yemiş mikrokapsülleri için toplam fenol 369 ile 2031 mg GAE/100g toz arasında, antosiyanin içeriği 528 ile 5500 mg siyanidin-3-glukozi/100g arasında ve antioksidan aktivite 7200 ile 26500 μ mol Trolox/100g toz arasında bulunmuştur.

Hava giriş sıcaklığı arttıkça ve ürün besleme hızının artması ile enkapsülasyon verimliliği arttığı görülmüştür. Bu durum hem hızlı kurumayı sağlamakta ve hava çıkış sıcaklığının düşük olmasını (98°C civarında) yani mikrokapsülün sıcaklığının daha düşük olmasını sağlamaktadır. Kaplayıcı olarak maltodekstrin: gam arabik karışımı (4:1) kullanılmıştır. Mavi yemiş ekstraktlarına farklı oranlarda kaplayıcı çözelti ilave edilmesiyle yapılan mikroenkapsülasyon işlemi sonrası elde edilen enkapsülasyon verimliliğinde kaplayıcı oranının azaltılmasına ters orantılı olarak ciddi artışlar gözlenmiştir. En yüksek enkapsülasyon verimliliği %10 kaplayıcı madde konsantrasyonunda bulunmuştur.

Farklı oranlarda ilave edilen kaplayıcı madde ile mikroenkapsülasyon sonrası yüzey fenolik miktarlarına bakıldığında kaplama ajanı olan maltodekstrin ve gam arabiğin azalmasıyla yüzey fenolik madde miktarında artış görülmüştür. Bu artış fenoliklerin tamamen mikroenkapsüle olabilmeleri için %10 oranında kaplayıcı madde ilavesinin diğer oranlara göre yetersiz kaldığı anlamına gelir fakat bu artış kayda değer bir artış değildir.

Kaplayıcı oranı arttıkça renk daha fazla açılmış ve L^* değerleri artmıştır. a^* az olan kırmızılığın ve C^* renk yoğunluğunun da kaplayıcı madde oranı arttıkça azaldığı gözlenmiştir. b^* değeri ise kaplayıcı oranına bağımlı olmayıp diğer parametrelerden de etkilendiği ve birbirleri arasında istatistiksel açıdan önemli farklılık olduğu görülmüştür.

4.2.3 Optimizasyon

Püskürtmeli kurutucu ile maltodekstrin ilaveli mavi yemiş mikrokapsül üretimi için optimum nokta belirlenmesinde yanıt yüzey yöntemi kullanılmıştır. Plackett-Burman faktöriyel tasarımı ile üretim üzerine etki eden önemli parametreler optimizasyonda bağımsız değişkenler olarak seçilmiştir. Hava giriş sıcaklığını (120-180°C) ve maltodekstrin konsantrasyonu (% 10-40) iki farklı bağımsız değişken olup; elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinde antioksidant aktivite, toplam fenol, antosiyanin içeriği, çözünürlük ve enkapsülasyon verimliliği (antosiyanin veya toplam fenol tutulma oranı) üzerine etkisine bakılmıştır.

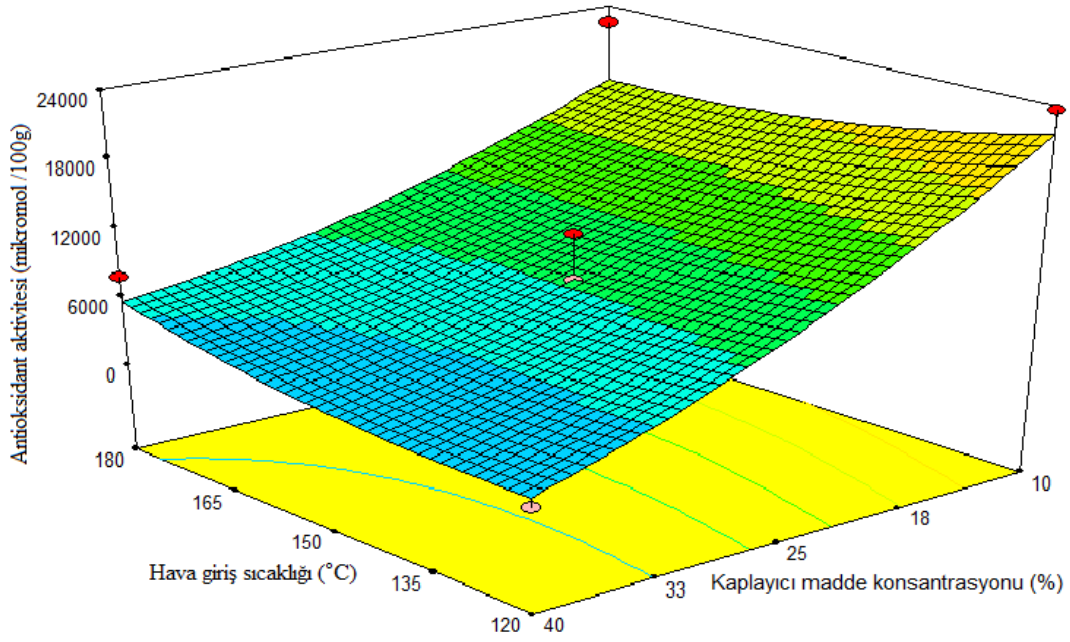
Her bir bağımsız değişkenin yanıtlar üzerindeki lineer, interaksiyon ve kuadratik etkilerinin istatistiksel olarak önemliliği de Tablo 18'de gösterilmiştir.

Elde edilen deneysel sonuçlardan yararlanılarak değişkenlerin her bir yanıt üzerine etkisi varyans analizi (ANOVA) ile belirlenmiştir. p değeri 0.05'ten büyük olan etkiler önemsiz kabul edilmiştir. ANOVA tablosu incelendiğinde toplam fenol için elde edilen modelin önemsiz olduğu, ancak modelin uyumsuzluğu (lack of fit) önemsiz bulunduğu görülmektedir.

Antioksidant aktivite

Antioksidant aktivite 996 ile 23662 $\mu\text{mol}/100\text{g}$ aralığında bulunmuştur. Optimum nokta için, hava giriş sıcaklığı ve kaplayıcı madde konsantrasyonu fonksiyonu olarak antioksidant aktivite değişimini veren yanıt yüzey grafiği ve eşyükseleli eğrileri Şekil 11'de gösterilmiştir.

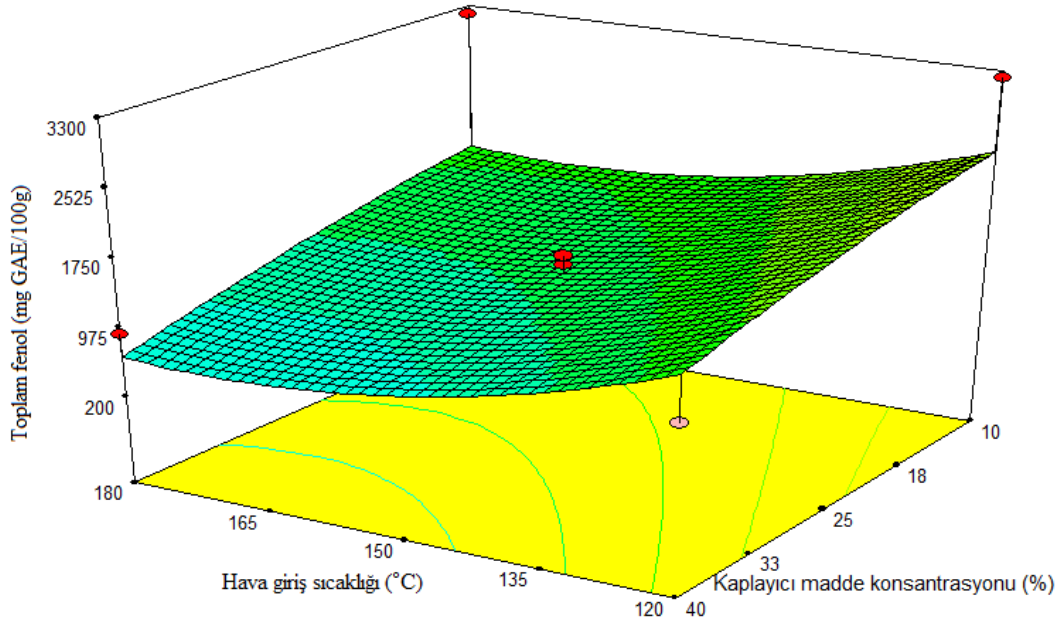
Antioksidant aktivite hava giriş sıcaklığının ve kaplayıcı madde konsantrasyonunun azalması ile arttığı görülmektedir. Kaplayıcı madde konsantrasyonunun artışı antioksidant aktiviteyi önemli derecede ($p<0.05$) etkilemiştir. Mavi yemiş tozunda elde edilen sonuçlarda olduğu gibi kaplayıcı madde konsantrasyonu arttıkça pulp içerisindeki fenolik bileşenlerin oranının azalması ile yani maltodekstrin ve gam arabiğin dilüsyon etkisi ile antioksidant aktivitede azalma olmuştur.



Şekil 11. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Toplam fenol içeriği

Örneklerin toplam fenol içeriği analiz sonuçları; 279-3230 mg GAE/100g aralığında çıkmıştır. Elde edilen en yüksek toplam fenol değerleri, Jiménez-Aguilar vd. (2011) farklı sıcaklıklarda püskürterek kuruttukları mavi yemiş mikrokapsüllerinden daha yüksek toplam fenol değerlerine sahiptir. Antioksidant aktivite sonuçlarına benzer olarak kaplayıcı maddenin artması dilüsyon etkisi ile toplam fenol içeriğinde azalma görülmüştür. Hava giriş sıcaklığının artması ile de toplam fenol içeriğinde azalma görülmektedir (Şekil 12).



Şekil 12. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde toplam fenol için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

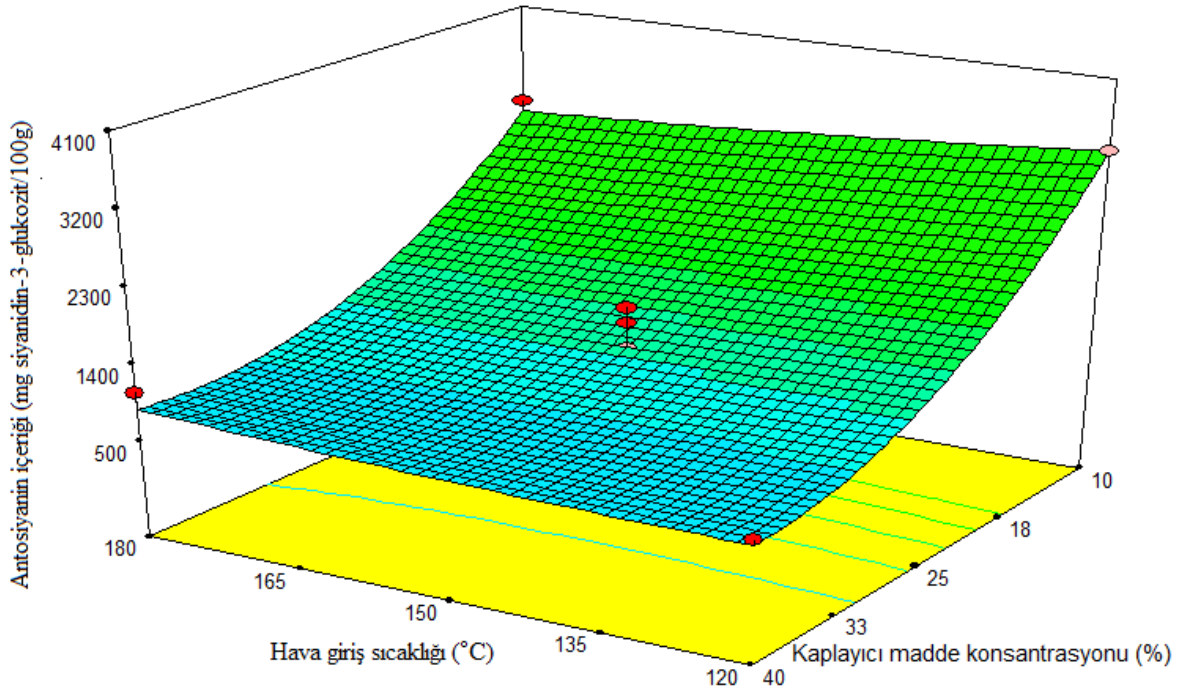
Tablo 18. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu

Varyasyon kaynağı	Antioksidan aktivite		Toplam fenol		Antosiyanin		Enkapsülasyon verimi		Çözünürlük	
	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri
Model	535162365	0.0370	2545636	0.8617	12580015	0.0072	479	0.0313	30565	0.0139
X ₁	37179	0.9657	907221	0.4642	24124	0.7416	7.913	0.6226	210,00	0.5941
X ₂	494416256	0.0034	1522453	0.3519	9991585	0.0009	199	0.0362	22805	0.0019
X ₁ X ₂	15784729	0.3942	5625	0.9527	109892	0.4903	272	0.0194	1722	0.1642
X ₁ ²	6191035	0.5848	451644	0.6003	5701	0.8721	19.59	0.4888	4190	0.0518
X ₂ ²	18761382	0.3563	30679	0.8899	2310115	0.0190	13.72	0.5595	94,10	0.7190
Kalıntı	90894917		7228496		992524		209.03		3244	
Model uygunsuzluğu	69567162	0.1137	7137007	0.0014	116012	0.8299	87.03	0.7243	1680	0.3349
Saf hata	21327755		91488,75		876512		122		1564	
Toplam	626057283		9774132		13572540		688.90		33810	
R ²		0.8548		0.2604		0.9268		0.6965		0.9040

X₁: Hava giriş sıcaklığı; X₂: Kaplayıcı madde konsantrasyonu
p değeri<0.05 ise önemlidir ($\alpha=0.05$).

Antosiyanin içeriği

Her bir deney için elde edilen mikrokapsüllerin antosiyanin içerikleri Tablo20'de verilmektedir. Mavi yemiş tozlarının antosiyanin içeriği 762.02-2920 mg siyanidin-3-glukozit/100g arasında bulunmuştur. Bu değerler Ma ve Dolan (2011)'in mavi yemiş meyvesinden farklı maltodekstrin konsantrasyonlarda elde edilen mikrokapsül değerleri (562-1756 µg siyanidin-3-glukozit/g) ile benzer sonuçlar göstermektedir. Antosiyanin içeriği üzerinde kaplayıcı maddenin etkisi önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Şekil 13'de görüldüğü gibi kaplayıcı madde artışı antioksidant aktivite ve toplam fenol içeriklerinde olduğu gibi antosiyanin içeriğinde de azalmaya neden olmaktadır.

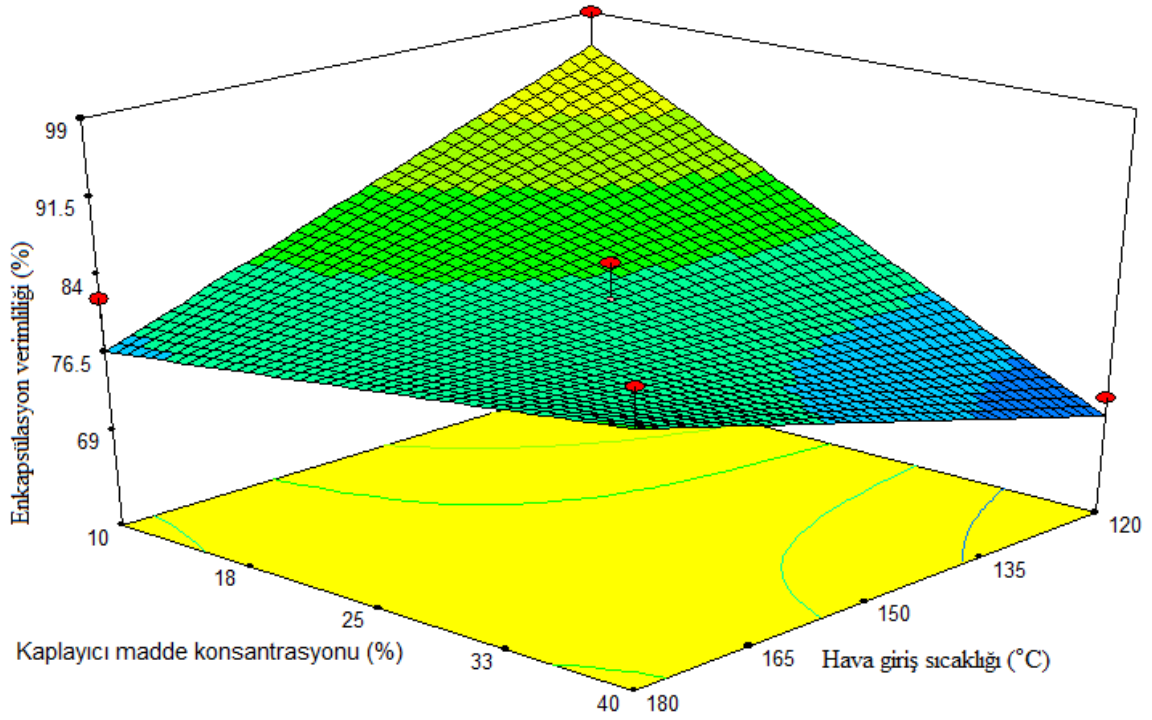


Şekil 13. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Enkapsülasyon verimliliği

Enkapsülasyon verimliliği mavi yemiş mikrokapsülleri için toplam antosiyanin içeriği ile yüzeyde içeren antosiyanin arasındaki farkın toplam antosiyanin değerine bölünmesi ile elde edilmiştir. Deneysel verilerde enkapsülasyon verimliliği % 70.18 ile 91.21 arasında değişmektedir. Çam vd. (2014) nar kabuklarından elde edilen fenolik ekstralarının enkapsülasyon verimliliği değerlerinden düşük bulunmuştur. Ancak Robert vd. (2010) yine nar biyoaktif bileşenlerinin enkapsülasyon verimliliğini %52.9–82.8 arasında bulmuştur.

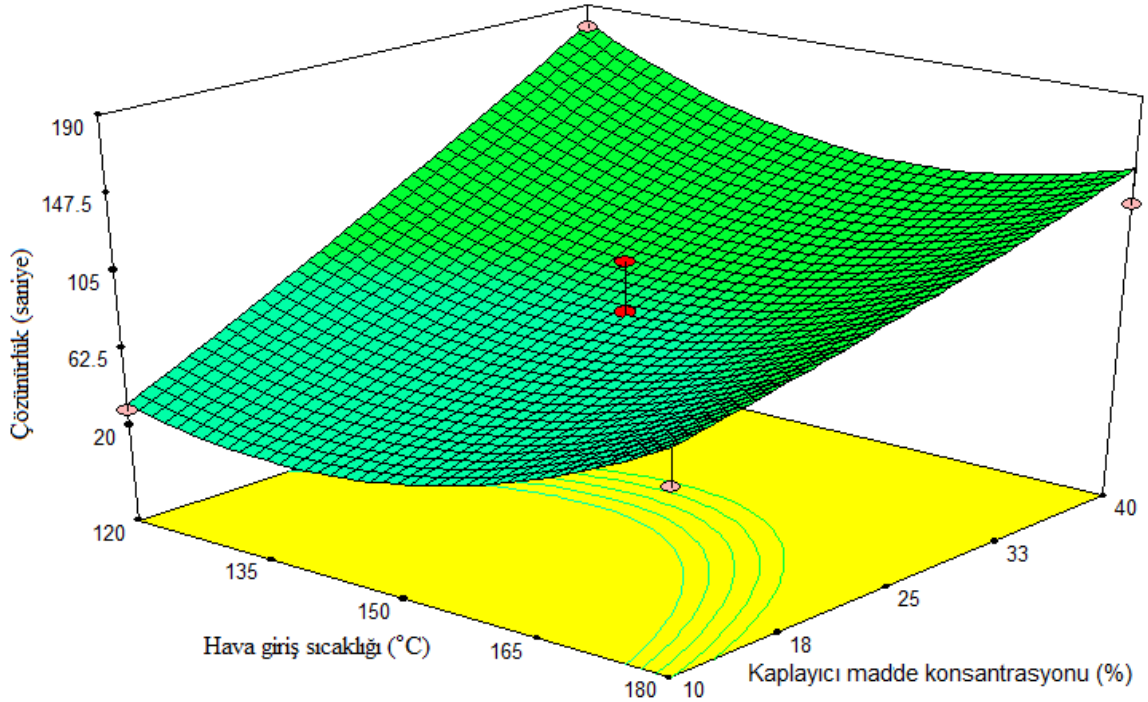
Enkapsülasyon verimliliği üzerinde kaplayıcı madde konsantrasyonunun önemli derecede etkili olduğu Tablo 18'de görülmektedir.



Şekil 14. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde enkapsülasyon verimliliği için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Çözünürlük

Mavi yemiş mikrokapsüllerin çözünürlük süreleri 21.00 ile 177.50 saniye arasında değişmektedir. Mikrokapsüllerin çözünürlük özellikleri tıpkı mavi yemiş tozlarında olduğu gibi ilave edilen kaplayıcı madde konsantrasyonu arttıkça azalmaktadır (Şekil 15). Benzer durum Horuz vd. (2012) yaptıkları çalışmada bulunmuştur. Hava giriş sıcaklığının azalması ile çözünürlük süresi artmaktadır ancak hava giriş sıcaklığı çözünürlük üzerinde önemli bir etkiye sahip bulunmamıştır ($p>0.05$).



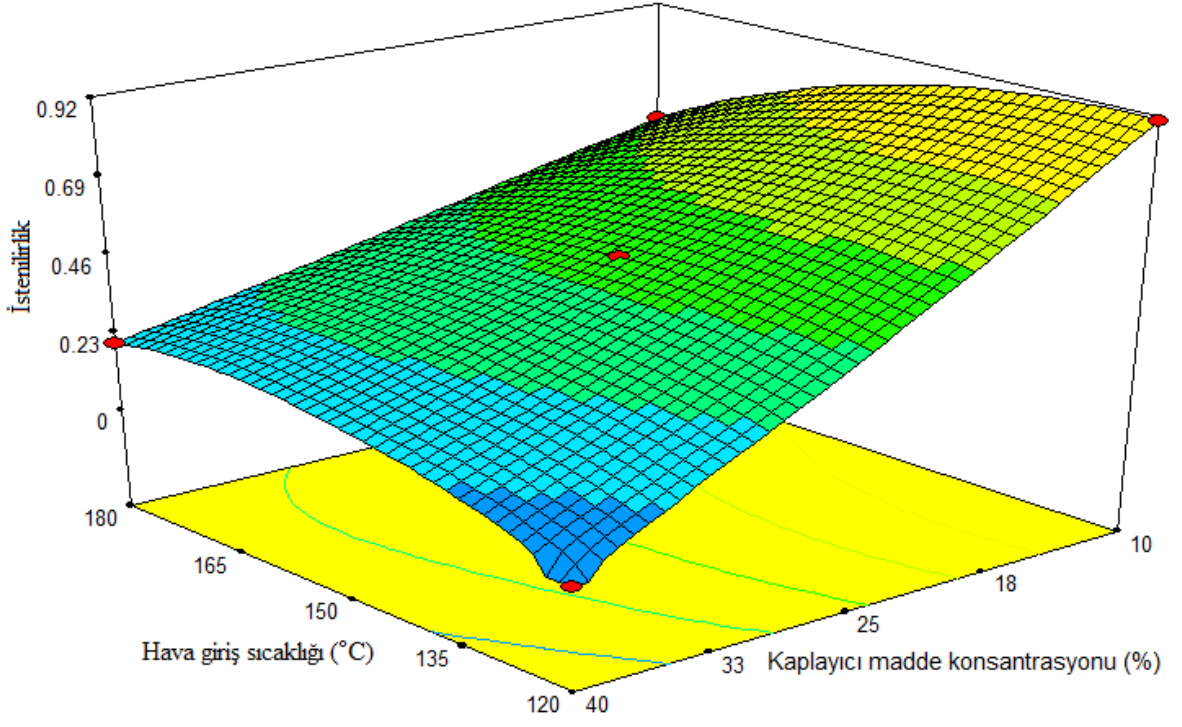
Şekil 15. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksele eğrisi

4.2.4 Optimum noktanın belirlenmesi

Mavi yemiş tozlarına benzer olarak maksimum antioksidant aktivite, antosiyanin değeri, enkapsülasyon verimliliği ve minimum çözünürlük süresi şartlarında optimum nokta belirlenmiştir. En yüksek istenilirlik değerinde elde edilen bağımsız değişken şartları 125°C hava giriş sıcaklığı ve %10 kaplayıcı madde konsantrasyonu olmuştur. Bu şartlarda elde edilen mikrokapsül özellikleri Tablo 19 ve Şekil 16'da verilmiştir.

Tablo 19. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde istenilirlik değerleri

No	Hava giriş sıcaklığı (°C)	Kaplayıcı madde konsantrasyonu (%)	Antioksidant aktivitesi	Antosiyanin değeri	Enkapsülasyon verimliliği	Çözünürlük	İstenilirlik
1	125	10	20902	3216	94.10	26.5	0.910
2	130	10	20238	3166	92.51	22.9	0.907



Şekil 16. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde istenilirlik değeri için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksekti eğrisi

Tablo 20. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin fizikokimyasal analiz sonuçları

Deney no	Toplam Fenol	Antioksidan aktivite	Antosiyanin içeriği	Enkapsülasyon verimliliği (%antosiyanin)	Enkapsülasyon verimliliği (%toplam fenol)
1	1150 ±15.5 ^b	6897 ±11.91 ^d	1731 ±14.38 ^{bc}	81.42±1.30 ^{bc}	92.45±0.57 ^c
2	927 ±12.1 ^{bc}	7898 ±39.46 ^d	1085 ±0.72 ^c	87.76±0.13 ^{ab}	91.97±0.73 ^c
3	1167 ±34.4 ^b	8479 ±16.71 ^d	1228 ±15.61 ^{bc}	70.18±2.21 ^d	93.47±1.01 ^{bc}
4	1503 ±97.3 ^b	6811 ±90.83 ^d	1552 ±19.65 ^{bc}	85.97±0.05 ^{ab}	94.37±0.87 ^{abc}
5	3230 ±40.7 ^a	23662 ±11.49 ^a	3260 ±3.32 ^{ab}	91.21±0.02 ^a	97.02±0.20 ^{ab}
6	1099 ±26.3 ^b	1119 ±92.42 ^e	762.02 ±85.57 ^c	71.31±0.07 ^d	80.09±2.54 ^{de}
7	942 ±49.1 ^{bc}	996 ±31.41 ^e	772.04 ±77.55 ^c	74.04±0.34 ^d	75.84±1.90 ^{fg}
8	3208 ±43.3 ^a	22495 ±10.01 ^a	2920 ±2.97 ^{abc}	82.72±0.02 ^b	97.64±0.06 ^a
9	290 ±54.5 ^c	19205 ±81.22 ^b	4030 ±4.11 ^a	86.54±0.03 ^{ab}	84.26±2.25 ^d
10	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
11	1401 ±33.9 ^b	12503 ±7.79 ^c	506 ±64.05 ^c	75.07±0.21 ^{cd}	79.26±2.89 ^{ef}
12	279 ±22.0 ^c	6819 ±12.86 ^d	1041 ±1.31 ^c	81.77±7.40 ^{bc}	72.43±3.64 ^g

Deney no	Higroskopiklik	Yığın yoğunluğu (g/mL)	Çözünürlük (s)	Kuru madde (%)	Su aktivitesi
1	15.73±0.64 ^{bc}	0.287±0.00 ^{ab}	106±12.72 ^{cd}	98.63±0.55 ^{ab}	0.113±0.01 ^g
2	15.15±0.22 ^d	0.243±0.01 ^c	132.50±10.6 ^{bc}	99.03±0.15 ^a	0.072±0.00 ^h
3	16.12±0.01 ^b	0.277±0.01 ^{abc}	78.00±11.3 ^{de}	97.55±0.50 ^{bc}	0.223±0.00 ^d
4	15.61±0.53 ^{bc}	0.242±0.01 ^c	51.00±1.41 ^{efg}	96.50±0.50 ^c	0.303±0.00 ^a
5	17.76±0.67 ^{ab}	0.260±0.01 ^{abc}	28.00±2.82 ^{fg}	97.53±0.50 ^{bc}	0.251±0.00 ^c
6	15.56±0.45 ^{cd}	0.296±0.02 ^a	177.50±17.67 ^a	96.95±0.13 ^c	0.209±0.00 ^d
7	14.65±0.56 ^d	0.299±0.02 ^a	171.50±2.12 ^{ab}	98.58±0.52 ^{ab}	0.145±0.00 ^f
8	18.65±0.56 ^{ab}	0.258±0.01 ^{abc}	66.00±0.00 ^{def}	98.49±0.28 ^{ab}	0.165±0.01 ^e
9	18.74±0.65 ^a	0.182±0.00 ^d	21.00±2.82 ^g	97.10±0.09 ^c	0.275±0.01 ^b
10	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
11	13.65±0.56 ^d	0.276±0.01 ^{abc}	175.00±18.38 ^{ab}	98.37±0.23 ^{ab}	0.110±0.01 ^g
12	16.54±0.50 ^{ab}	0.251±0.00 ^{bc}	174.00±14.14 ^{ab}	99.33±0.30 ^a	0.082±0.00 ^h

^{a-h}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

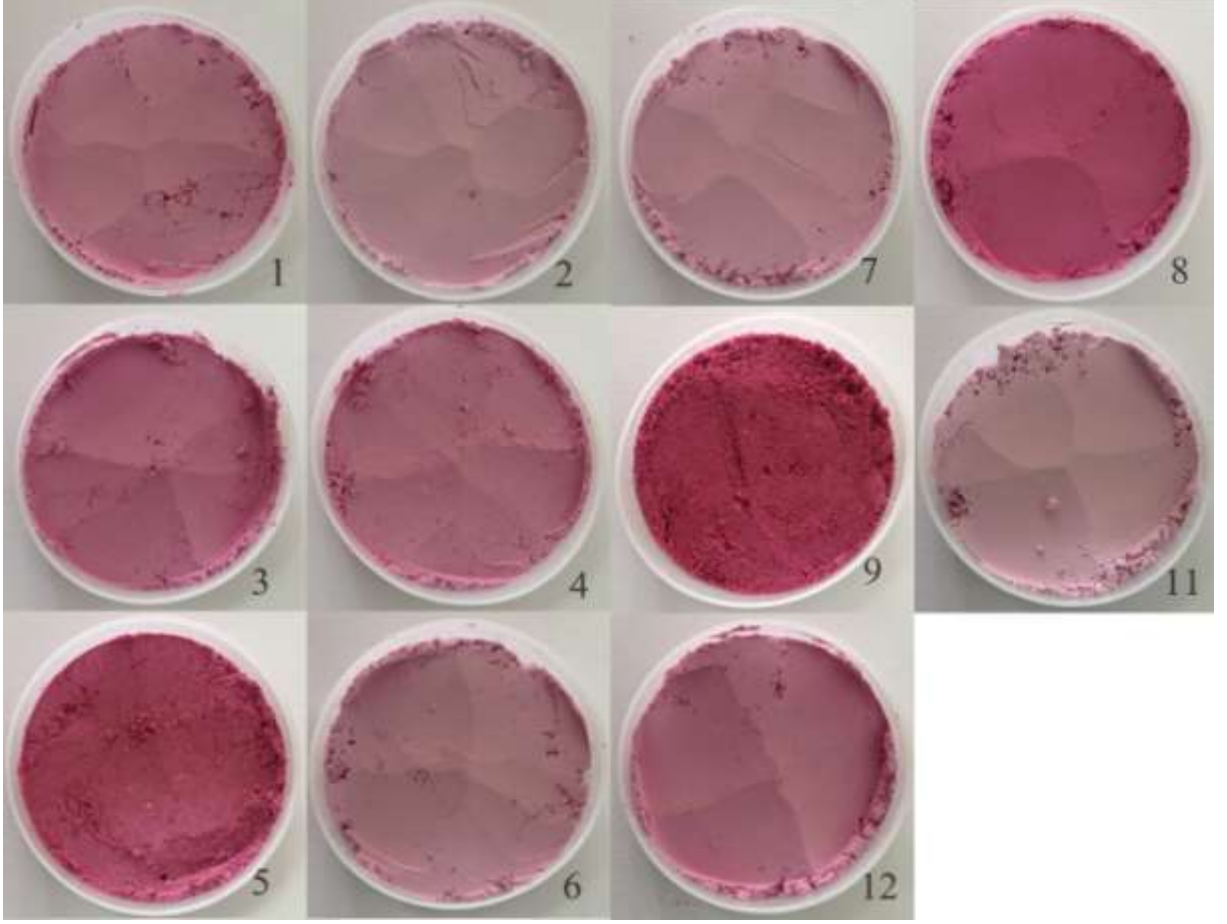
4.2.5 Renk deęerleri

Optimizasyon sonucu elde edilen mikrokapsüllerin renk parametreleri Tablo 21’de verilmiştir ve bu mikrokapsüllerin fotoęrafları Şekil 17’de gösterilmektedir. Elde edilen örneklerin L, a, ve b deęerleri arasında istatistiksel açıdan önemli farklılıklar bulunmuştur ($p < 0.05$). L deęerleri, 45.68 ile 77.57 arasında deęişmektedir. L deęeri kaplayıcı madde konsantrasyonunun azalması ile azalmaktadır. Toz örneklerinde antosiyanin içerięinin de önemli etkisi olan a^* renk parametresi yüksektir. C^* deęeri 13.46 ile 34.48 arasında deęişmektedir. Maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile mavi yemiş tozları etkili renk deęerlerini kaybetmektedirler. Mikrokapsüllerde elde edilen H° deęerleri $< 10^\circ$ olduęundan, örnekler kırmızı renkli olarak belirtilmektedirler (Jiménez-Aguilar vd., 2011).

Tablo 21. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin renk parametreleri

Deney no	L	a^*	b^*	C^*	H°
1	68.63±0.17 ^d	20.27±0.20 ^e	-5.98±0.07 ^f	21.13±0.21 ^f	-16.45±0.07 ^e
2	75.11±0.12 ^b	13.91±0.72 ^h	-5.19±0.02 ^d	14.87±0.61 ^h	-20.50±0.91 ^h
3	64.13±0.26 ^f	23.43±0.27 ^c	-6.48±0.06 ^h	24.31±0.27 ^d	-15.46±0.04 ^d
4	64.34±0.27 ^f	23.32±0.01 ^c	-6.19±0.10 ^g	24.10±0.04 ^d	-14.87±0.25 ^d
5	52.36±0.14 ^h	30.43±0.08 ^b	-3.95±0.01 ^b	30.58±0.18 ^c	-7.40±0.04 ^b
6	72.89±0.07 ^c	16.67±0.13 ^f	-5.25±0.04 ^{de}	17.45±0.15 ^g	-17.49±0.06 ^f
7	72.43±0.04 ^c	15.86±0.08 ^g	-5.36±0.04 ^e	16.74±0.09 ^g	-18.67±0.05 ^g
8	53.82±0.15 ^g	30.93±0.10 ^b	-6.25±0.02 ^g	31.56±0.09 ^b	-11.42±0.07 ^c
9	45.68±0.49 ⁱ	34.37±0.01 ^a	-2.76±0.07 ^a	34.48±0.01 ^a	-4.60±0.12 ^a
10	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
11	77.57±0.09 ^a	12.75±0.05 ⁱ	-4.34±0.01 ^c	13.46±0.05 ⁱ	-18.80±0.05 ^g
12	67.78±0.07 ^e	21.55±0.15 ^d	-6.85±0.04 ⁱ	22.70±0.07 ^e	-17.62±0.03 ^f

^{a-i}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p > 0.05$). n=3.



Şekil 17. Klasik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon çalışması sonucunda elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin fotoğrafları

4.3 Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerinin depolama stabilitesi

Optimum noktada üretilen mavi yemiş toz ve mikrokapsülleri 0.33 su aktivitesi değerinde 22 ve 35°C sıcaklıklarda 12 hafta boyunca depolanmıştır. Depolama boyunca örneklerin antosiyanin, toplam fenol, antioksidant aktivite ve renk değişimlerine bakılmıştır.

Fizikokimyasal değişim

Genel olarak depolama boyunca örneklerin fizikokimyasal özelliklerinde bir azalma görülmüştür. Sıcaklığın artması ile beraber de bu özelliklerdeki azalma hızı artmıştır. Toplam fenol değişimi de 22°C'de toz ve mikrokapsül için sırası ile, %45 ve %38 iken 35°C'de %56 ve %47 olarak değişim göstermiştir (Şekil 18). 22°C'de antosiyanin değerinde azalma hızı toz ve mikrokapsüller için sırası ile %33-69 ve 1.8-19.8 arasındadır (Şekil 19). 35°C de ise sırası ile %39-75 ve 1.6-38.8 arasında depolama boyunca azalmıştır. Bu verilerden de anlaşılacağı üzere sıcaklığın artması ile antosiyanin içeriğinde % azalma artmış, ayrıca tozların mikrokapsüllere göre azalma oranı daha yüksektir. Tozların sıcaklıkla beraber depolama süresince dayanımları mikrokapsüllere göre önemli derecede ($p<0.05$) düşük çıkmıştır. Meyve tozlarının oksijenle daha fazla temas halinde olmasından dolayı mikrokapsüllere göre daha yüksek parçalanma hızına sahip olduğunu Tonon vd. (2010) çalışmalarında belirtmişlerdir.

Sıcaklığın artması antosiyaninlerin sıcaklığa duyarlı olmasından dolayı parçalanmalarının hızlanmasına neden olmaktadır. Bu negatif etki birçok araştırmacı tarafından gözlenmiştir. Ersus ve Yurdagel (2007) kara havuç antosiyanin mikrokapsüllerinin depolama stabilitesini çalışmışlardır ve 64 gün sonunda 25°C'de %33 kayıp olurken, 4°C'de kayıp %11 e kadar düştüğünü belirtmişlerdir. Nayak ve Rastogi (2010) *Garcinia indica* meyve antosiyanin mikrokapsüllerinin 12 hafta depolama sonunda 4°C den 25°C ye çıktığından antosiyanin kaybının da %7'den %18'e çıktığını belirtmişlerdir.

Antosiyaninlerin yüksek sıcaklıkta daha hızlı parçalanmasının bir diğer nedeni meyvenin içinde bulunan şekerlerin proteinlerle etkileşime girerek Maillard reaksiyonu (enzimatik olmayan esmerleşme) gerçekleşmektedir. Maillard reaksiyonu sonucu antosiyaninler bir araya gelerek kahverengeli bileşenlerin ortaya çıkmasına neden olurlar. Bu reaksiyon daha çok sıcaklığa bağlı olup oksijenin etkisi ile hızlanmakta ve meyve sularında sıklıkla görülmektedir (Tonon vd., 2010). Depolama sonunda çekilen fotoğrafta (Şekil 21) tozların 35°C'de kahverengileşmeye gittiği ve koyu bir renk aldığı görülmüştür. Burada gerçekleşen fizikokimyasal reaksiyonlarla kekleşme yapısı görülmüştür. Benzer durum Fang ve Bhandari (2010) yaptıkları çalışmada mumağacı tozunda, 0.33 su aktivitesinde ve 35°C'de depolama sonunda kekleşme görüldüğünü bildirmişlerdir.

Antosiyanin değişimine benzer olarak antioksidant aktivitesinde de depolama boyunca bir azalma olduğu görülmüş bu durum antosiyanin içeriğinin ve antioksidant aktivitesinin gıda

içerisinde etkileşim içinde olduğunu göstermektedir. Antioksidant aktivite sıcaklık artışı ile daha fazla azalma göstermiştir (Şekil 20). Mavi yemiş mikrokapsülleri ile ilgili bir çalışmada (Jiménez-Aguilar vd., 2011) 25°C'de ışık altında depolamada 4°C'de karanlıkta depolamaya göre daha fazla toplam fenol, antosiyanin içeriği ve antioksidant aktivite kaybı göstermiştir. Ayrıca antosiyanin içeriğine benzer olarak mikrokapsüller depolanan her iki sıcaklıkta da daha yavaş değişim göstermiştir.

Renk değişimi

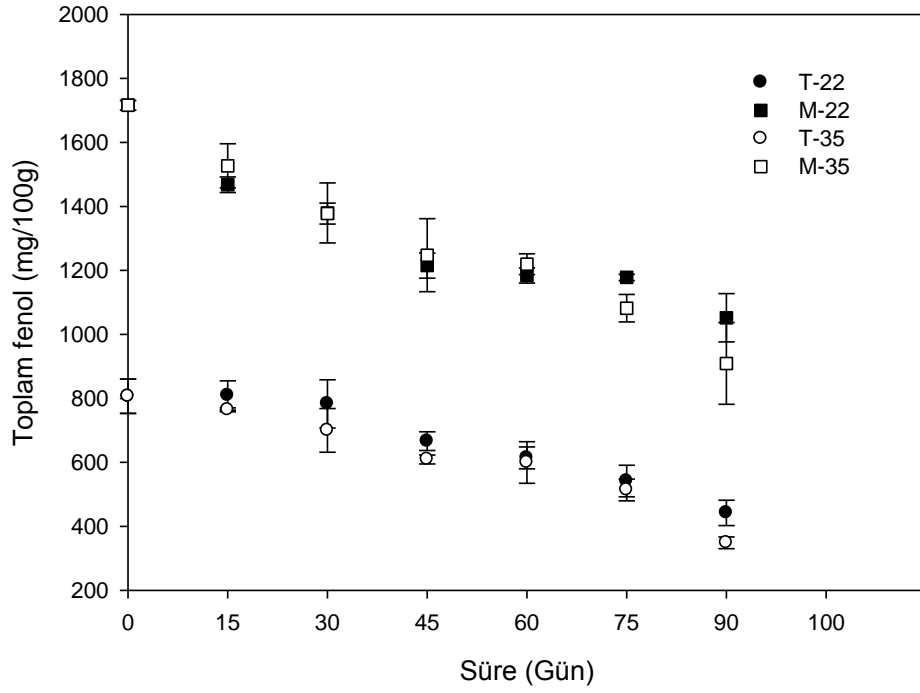
Depolama boyunca renk değerlerine bakılmış ve günlere göre değişimi grafik olarak Şekil 22'de gösterilmiştir. Başlangıçta mavi yemiş toz ve mikrokapsülleri açık ($L^*=53.31$ ve 52.23) kırmızı ($a^*=28.53$ ve 31.32) renge sahiptirler. Depolama boyunca L^* , a^* ve b^* değerleri azalmışlardır (Tablo 22). ΔE değerine bakıldığında ise tozlar için 22 ve 35°C depolama sonunda 42.73 ve 47.17, mikrokapsüller için 22 ve 35 °C depolama sonunda 9.24 ve 15.82'dir. Burada mikrokapsüle edilen mavi yemişlerinin daha stabil renk değerine sahip olduğunu anlamaktayız. Andes üzümü antosiyaninlerinin maltodekstrin ile dondurarak kurutulduğu bir çalışmada tozların 71 gün depolama sonunda karanlıkta ve ışık altında ΔE değerleri sırası ile 8.9 ve 19.0 olarak belirlenmiştir (Estupinan vd., 2011). Burada elde edilen sonuçlar mavi yemişin püskürtmeli kurutucu ile elde edilen mikrokapsül sonuçları ile benzerdir.

Tablo 22. Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin renk parametrelerinin depolama başında ve sonundaki değişimleri

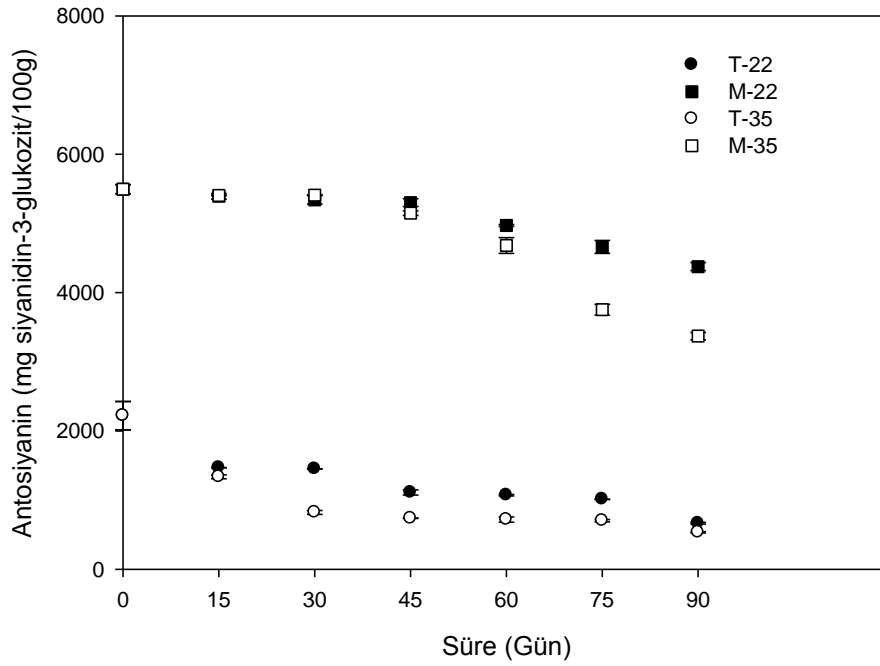
Örnekler	Günler	L^* (Aydınlık-Karanlık)	C^* (Kroma)	H^* (Hue açısı)	ΔE (Renk değişimi)
T-22	0	52.98±0.28 ^a	28.40±0.30 ^a	-2.50±0.99 ^b	42.73±0.76 ^b
	90	15.10±0.50 ^{bC}	8.89±0.58 ^{bB}	9.23±5.33 ^{aA}	
M-22	0	54.78±4.35 ^a	31.46±0.01 ^a	-5.72±0.48 ^b	9.24±1.79 ^d
	90	45.77±1.77 ^{aA}	29.89±0.46 ^{aA}	-3.10±0.09 ^{aB}	
T-35	0	52.98±0.28 ^a	28.40±0.31 ^a	-2.50±1.00 ^b	47.17±0.44 ^a
	90	10.33±0.49 ^{bD}	9.42±0.14 ^{bB}	21.43±0.46 ^{aA}	
M-35	0	54.78±4.35 ^a	31.46±0.00 ^a	-5.72±0.47 ^b	15.82±0.11 ^c
	90	39.17±0.18 ^{bB}	29.55±0.42 ^{aA}	-2.44±0.06 ^{aB}	

^{a-b}: Sütun içinde aynı örneklerde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p>0.05$). $n=3$.

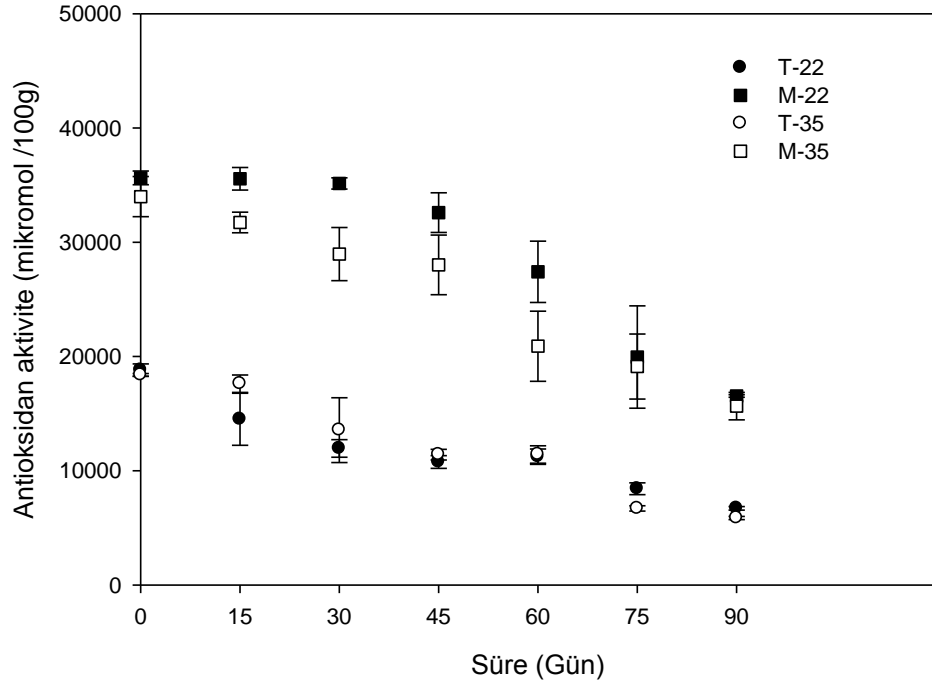
^{*A-B}: Sütun içinde farklı örneklerde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p>0.05$).



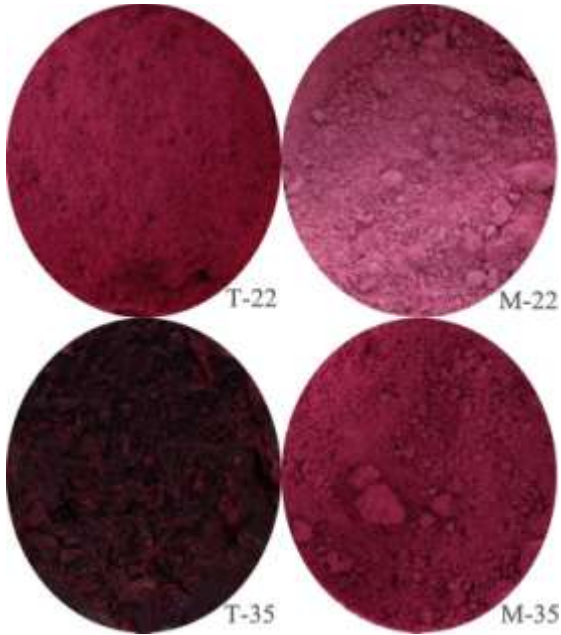
Şekil 18. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin toplam fenol değişim grafiği



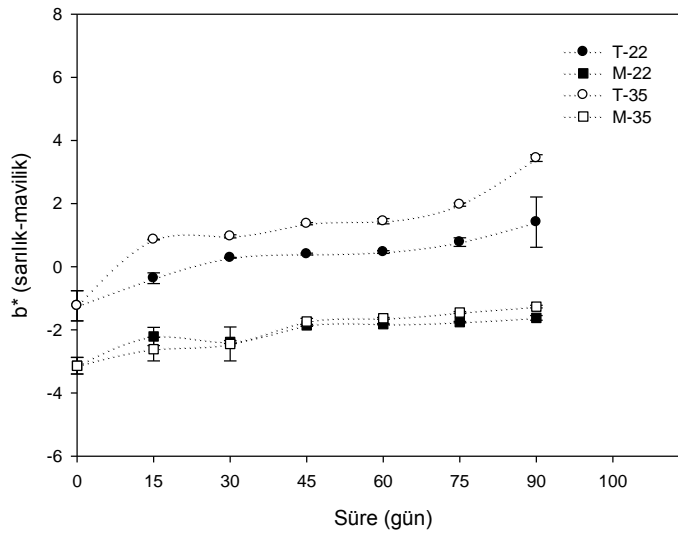
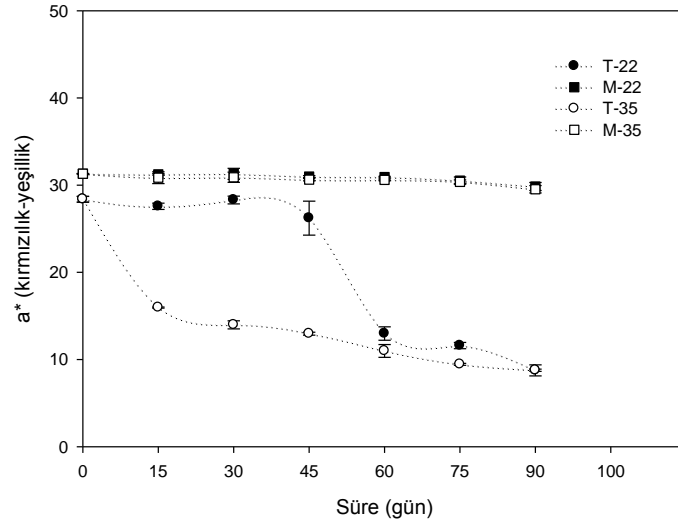
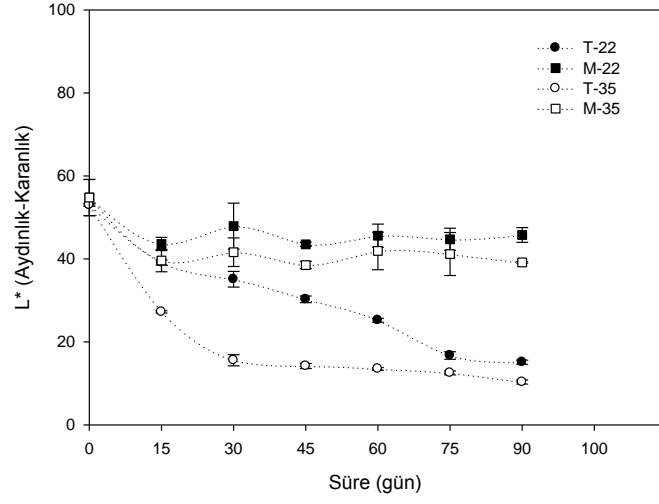
Şekil 19. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin antosiyanin değişim grafiği



Şekil 20. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin antioksidant aktivite değişim grafiği



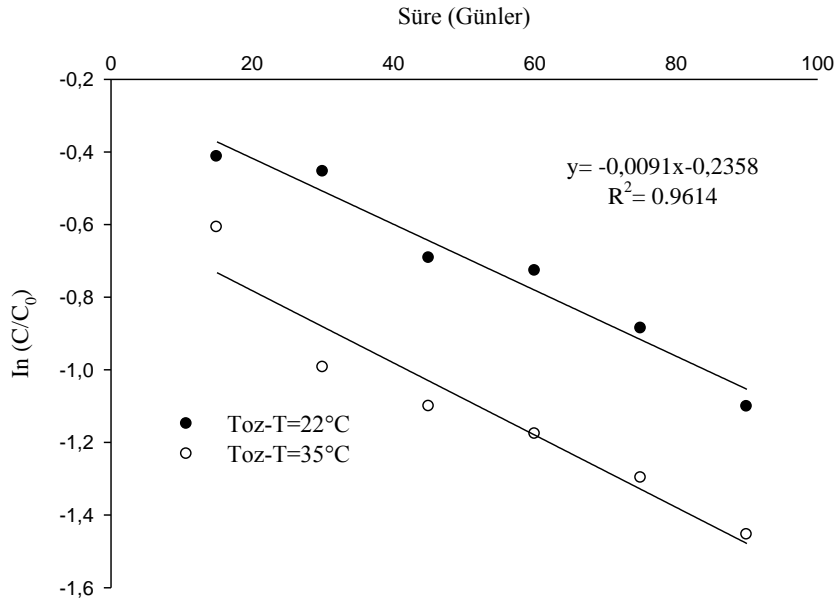
Şekil 21. Farklı sıcaklıklarda (22 ve 35 °C) depolama sonunda mavi yemiş toz (T-22 ve T-35) ve mikrokapsüllerin (M-22 ve M-35) görünümü

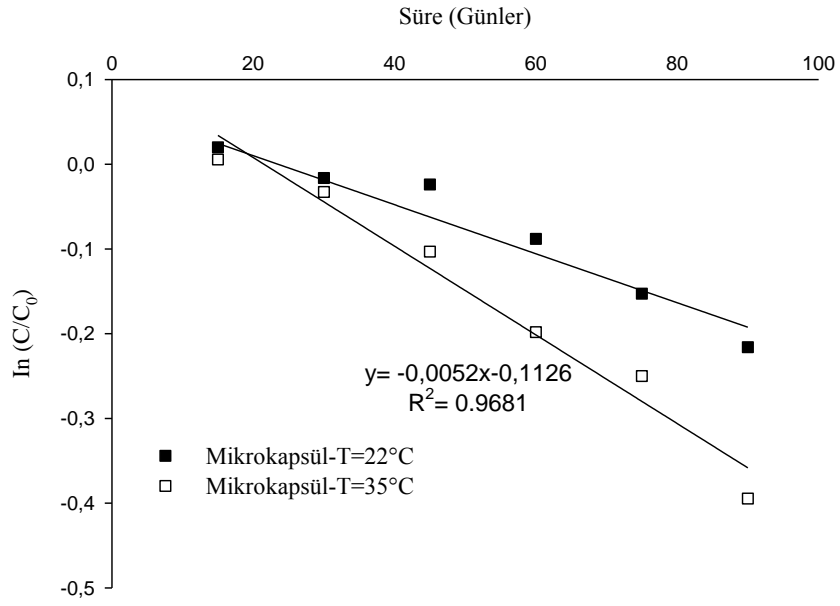


Şekil 22. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin renk değişimleri

Depolama kinetiği

Depolama boyunca mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerinin antosiyanin parçalanmasının birinci derecen kinetik modele uygun olduğu görülmüştür (Şekil 23). Burada antosiyanin parçalanmasının zamana bağlı olarak lineer bir değişim gösterdiği anlaşılmaktadır. Benzer durum böğürtlen tozu (2013), *Garcinia indica* meyve tozu (Nayak ve Rastogi, 2010) ve nar antosiyanin mikrokapsüllerinin (Robert vd., 2010) depolanması sırasında görülmüştür. Tablo 23'de mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerinde antosiyanin parçalanmasının kinetik parametreleri verilmiştir. Mavi yemiş mikrokapsüllerinin reaksiyon hız sabiti (k) 22 ve 35°C'lerde toz örneklerine göre daha düşük değerde bulunmuştur. Aynı zamanda mikrokapsüllerin yarı ömrü ($t_{1/2}$) tozlardan çok daha yüksektir. Bunun anlamı mikrokapsüle edilen mavi yemişlerin daha iyi bir stabilitede olduğu ve depolamada biyoaktif bileşenleri daha iyi koruduğu anlaşılmaktadır. Kırmızı üzüm antosiyaninlerinden 130°C'de kurutma sıcaklığı ile %10 maltodekstrin ile elde edilen mikrokapsüllerin 25°C'de 120 gün depolama sonundak değeri 0.0030, $t_{1/2}$ ise, 233.5 gün olarak bulunmuştur (de Souza vd., 2014). Çalışmada mavi yemiş mikrokapsülleri için elde edilen parametrelerle benzerdir. Mavi yemiş mikrokapsüllerinin 25°C'de aydınlıkta depolanmasında k değeri 0.0681, $t_{1/2}$ değeri 300 hafta karanlıkta depolanmasında ise 0.0415, $t_{1/2}$ değeri 510 hafta olarak bulunmuştur (Jiménez-Aguilar vd., 2011). Çalışmada 22°C'de depolanan mikrokapsüllerin k değerinden daha yüksek bulunmuştur ancak $t_{1/2}$ değeri benzer değerdedir. Q_{10} değerinin 1'den büyük olması, antosiyaninlerin sıcaklığa karşı duyarlı olmasından dolayı örneklerinde antosiyanin parçalanmasının sıcaklığa bağımlı olduğu anlamına gelmektedir (Ferrari vd., 2013).





Şekil 23. Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin antosiyanin parçalanma kinetiği

Tablo 23. Farklı sıcaklıklarda depolanan mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerde antosiyanin parçalanmasının kinetik parametreleri

Örnek	T (°C)	k (gün ⁻¹)	t _{1/2} (günler)	R ²	Q ₁₀
Mavi yemiş tozu	22	0.0091	76.15	0.9614	1.08
	35	0.0099	70.0	0.9185	
Maviyemiş mikrokapsülü	22	0.0029	238.96	0.9084	1.79
	35	0.0052	133.26	0.9681	

4.4 Ultrasonik nozul ile toz üretimi

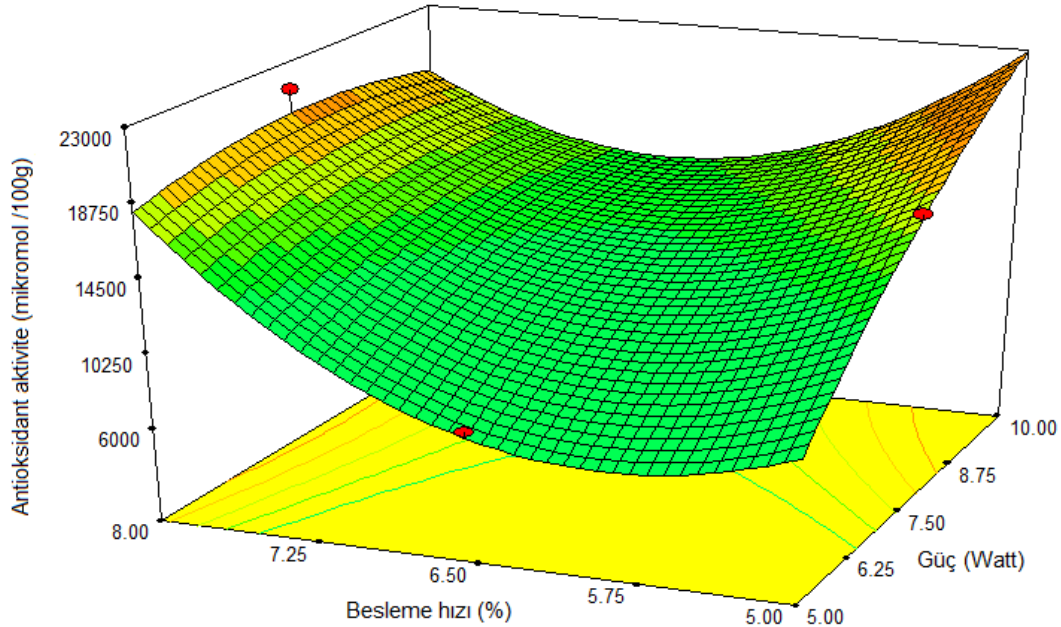
4.4.1 Optimizasyon

Ultrasonik toz ve mikrokapsül optimizasyon çalışmasında klasik nozul ile yapılan optimizasyon çalışmasından farklı olarak ultrasonik nozul çalışma parametreleri de bağımsız değişkenler olarak kullanılmıştır. Tablo 24'de gösterildiği üzere hava giriş sıcaklığı (125-165 °C), ultrasonik nozul gücü (5-10 Watt) ve besleme hızı (%5-8) olarak 3 farklı bağımsız değişkenin mavi yemiş tozu ve mikrokapsülü üzerine etkisine bakılmıştır. Klasik nozul ile yapılan optimizasyonlarda maltodekstrin ve/veya kaplayıcı konsantrasyonu %10 olarak belirlendiğinden ultrasonik nozulda bu konsantrasyonlarda toz ve mikrokapsül üretilmiştir.

Antioksidant aktivite

Antioksidant aktivite 8021 ile 21408 $\mu\text{mol}/100\text{g}$ aralığında bulunmuştur. Optimum nokta için, hava giriş sıcaklığı ve kaplayıcı madde konsantrasyonu fonksiyonu olarak antioksidant aktivite değişimini veren yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrileri Şekil 24'de gösterilmiştir.

Ultrasonik nozul ile çalışmada ultrasonik güç ve besleme hızının etkileşiminin antioksidant aktiviteyi önemli derecede ($p < 0.05$) etkilediği Tablo 25'de görülmektedir. Sabit maltodekstrin konsantrasyonunda besleme hızının azalması ve ultrasonik gücün artması ile antioksidant aktivite artmaktadır.



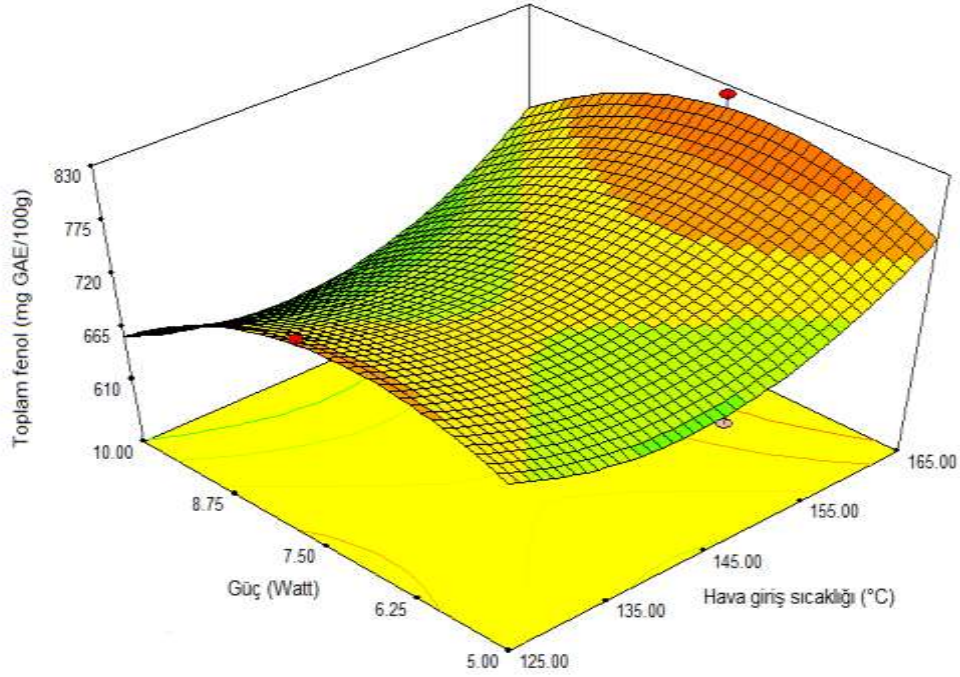
Şekil 24. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Tablo 24. . Ultrasonik nozul ile toz üretimi için optimizasyon deneme planı

Deney No	T _g (°C)	Güç (Watt)	Besleme hızı (%)	Antioksidan aktivite	Toplam fenol	Antosiyanin içeriği (mg/100g)	Çözünürlük (s)	Toz verimi (%)
1	145	10	5	20986	779	2205	97	27.19
2	165	7.5	8	21408	821	2042	46	18.69
3	165	5	6.5	8021	428	753	42	23.69
4	145	7.5	6.5	10133	595	1214	48	23.74
5	145	1	8	14239	618	1348	47	17.85
6	125	5	6.5	13857	511	1067	44	20
7	145	7.5	6.5	9418	500	846	55	14.28
8	145	5	5	9140	486	795	36	14.28
9	145	7.5	6.5	11942	498	1512	56	20
10	125	7.5	5	17189	826	1554	63	17.86
11	165	10	6.5	13092	564	1594	65	17.24
12	145	5	8	15898	677	2092	102	20.45
13	125	10	6,5	9671	623	1166	45	26
14	165	7,5	5	17479	650	1389	44	10
15	125	7,5	8	17617	758	1805	44	15

Toplam fenol içeriği

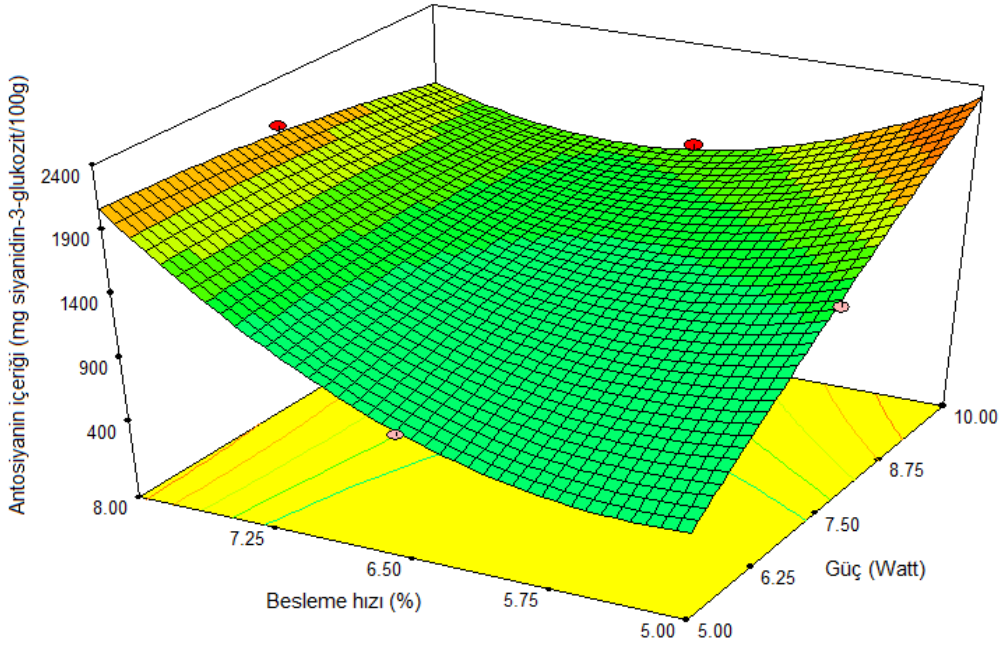
Ultrasonik nozul ile elde edilen tozların toplam fenol içeriği 428 ile 826 mg GAE/100 g arasında değişmektedir. Modelde ultrasonik gücün toplam fenol içeriği üzerine önemli etkisi ($p < 0.05$) olduğu görülmüştür. Toplam fenol içeriği, yüksek ve düşük sıcaklıklarda ultrasonik gücün 7.5 Watt olduğu değerlerde yüksek bulunmuştur (Şekil 25).



Şekil 25. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde toplam fenol için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Antosiyanin içeriği

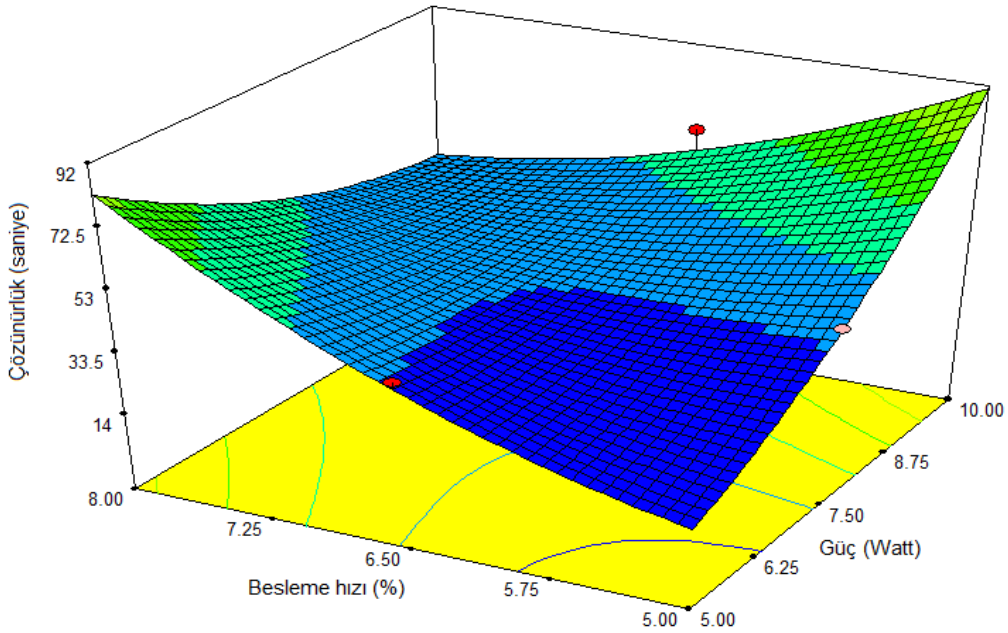
Antosiyanin içeriği 753 ile 2205 mg siyanidin-3-glukozit/100g arasında değişen tozlar elde edilmiştir. Elde edilen tozların antosiyanin değerleri klasik nozul ile elde edilen değerlerden daha yüksektir. Bu durumda ultrasonik nozul ile daha yüksek biyoaktif bileşene sahip toz üretilebildiği yani daha hassas bir kurutma sağlayabildiği anlamına gelmektedir. Antosiyanin içeriğinde ultrasonik güç ve besleme hızı etkileşimi önemli bulunmuştur. Şekil 26'da gösterildiği üzere güç değeri arttıkça ve besleme hızı azaldıkça antosiyanin içeriğinde bir artış olmuştur. Ultrasonik gücün yüksek olduğu durumda beslenen ürün hızı ne kadar düşükse ürün o kadar iyi kurutulmakta ve daha az zarar görmekte ve daha yüksek biyoaktif bileşene sahip olmaktadır.



Şekil 26. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde antosiyanin içeriği için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksekti eğrisi

Çözünürlük süresi

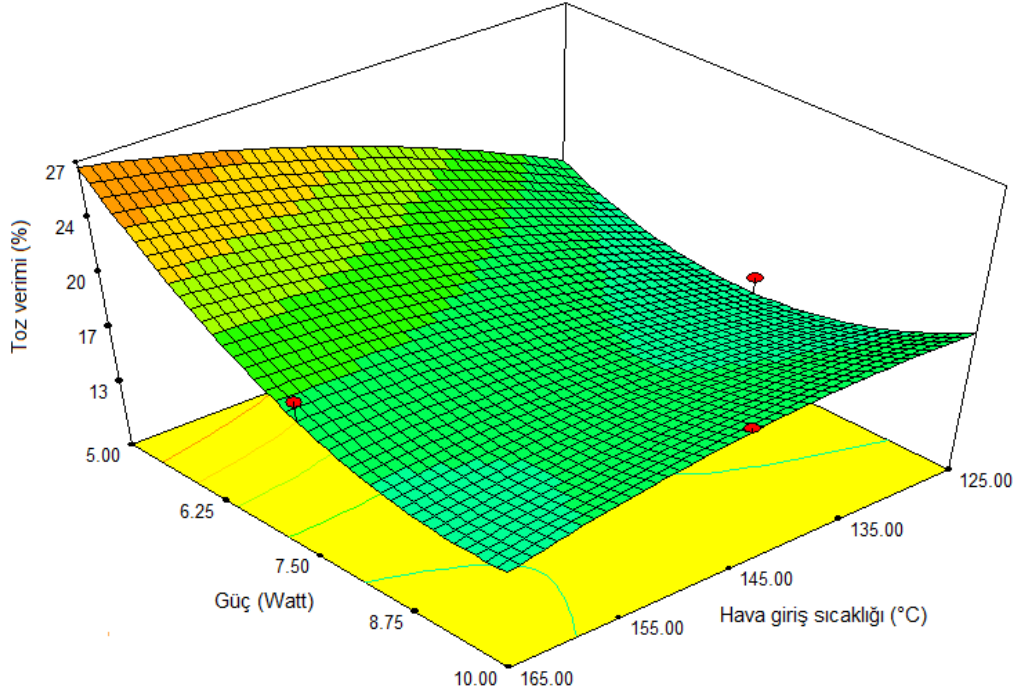
Çözünürlük süresi minimum 36 s, maksimum 102 s olarak bulunmuştur. Modelde ultrasonik güç ve besleme hızının etkileşimi yine önemli bulunmuştur ($p < 0.05$) (Tablo 25). Ultrasonik gücün maksimum olduğu, besleme hızının minimum olduğu değerde ve ultrasonik gücün minimum ve besleme hızının maksimum olduğu değerde çözünürlük süresi maksimum bulunmuştur (Şekil 27).



Şekil 27. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksekti eğrisi

Toz verimi

Toz verimi modelde önemsiz bulunmuştur. Klasik nozula göre toz verimi düşük bulunmuştur. Bunun sebebi toz üretimi sırasında tıkanmalardan kaynaklanmış olabilir. Legako ve Dunford (2010), balık yağının enkapsülasyonu çalışmasında benzer sorun ile karşılaştıklarını belirtmişlerdir.



Şekil 28. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde toz verimi için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksekti eğrisi

Tablo 25. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu

Varyasyon kaynağı	Antioksidan aktivite		Toplam fenol		Antosiyanin		Çözünürlük		Toz verimi	
	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri
Model	239998090	0.0302	224051	0.0027	2802750	0.0312	4951.8	0.0196	241.80	0.2452
X ₁	346944	0.7893	8128.1	0.0601	4324.5	0.7843	0.125	0.9687	10.67	0.4229
X ₂	15323648	0.1199	29040.5	0.0060	322404	0.0549	112.5	0.2711	12.15	0.3946
X ₃	2384928	0.4931	2211.1	0.2626	225792	0.0912	0.125	0.9687	0.884	0.8117
X ₁ X ₂	21423012	0.0776	144	0.7604	137641	0.1641	121	0.2559	38.75	0.1573
X ₁ X ₃	3064250	0.4404	14280	0.0238	40401	0.4177	110.25	0.2754	33.35	0.1836
X ₂ X ₃	45596256	0.0232	30976	0.0052	1159929	0.0052	3364	0.0011	60.14	0.0931
X ₁ ²	14917910	0.1238	14250	0.0239	1615.4	0.8668	588.51	0.0367	4.316	0.6029
X ₂ ²	6703916	0.2703	14022	0.0246	16369	0.5984	274.67	0.1111	44.55	0.1347
X ₃ ²	129207261	0.0029	107493	0.0003	871809.3	0.0093	290.82	0.1034	30.43	0.2006
Kalıntı Model	21836377		6941.7		259111		367.75		70.09	
uygunsuzluğu	18451617	0.2233	795.75	0.9612	36517	0.9471	329.75	0.1509	24.69	0.7909
Saf hata	3384760		6146		222594		38		45.39	
Toplam	261834468		230992		3061862		5319.6		311.9	
R ²	0.9166		0.9699		0.9153		0.9308		0.7752	

X₁: Hava giriş sıcaklığı; X₂: Ultrasonik güç; X₃: Besleme hızı (%)
p değeri < 0.05 ise önemlidir ($\alpha=0.05$).

Tablo 26. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde istenilirlik değerleri

No	T _g (°C)	Güç (Watt)	Besleme hızı (%)	Antioksidan aktivitesi	Toplam fenol	Antosiyanin değeri	Çözünürlük	Toz verimi	İstenilirlik
1	165	7.75	8	20071	805.50	1973.60	52.63	16.91	0.8257
2	165	7.7	8	20054	805.57	1974.97	52.92	17.01	0.8250
3	164	7.8	8	19922	800.57	1965.05	52.81	16.84	0.8182
4	165	6.86	7.96	19471	796.98	1983.81	59.24	19.19	0.7963
5	165	7.79	7.85	18857	766.32	1859.16	50.50	17.10	0.7749
6	125	8.23	5	19145	875.16	1763.42	63.23	21.80	0.7595
7	125	8.2	5	19119	873.63	1756.35	62.80	21.67	0.7594
8	125	6.65	8	19189	756.84	1911.41	55.16	14.22	0.7476
9	125	6.58	8	19289	756.56	1925.48	56.24	14.28	0.7475
10	165	9.11	5	21199	729.16	2018.87	72.38	13.72	0.6932

Tablo 27. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş tozlarının fizikokimyasal analiz sonuçları

Deney no	Toplam Fenol	Antioksidan aktivite	Antosiyanin içeriği	Yığın yoğunluğu (g/mL)	Çözünürlük (s)	Su aktivitesi
1	779.76±9.21 ^{ab}	20987±71.16 ^a	2205.05±0.81 ^a	0.573±0.00 ^a	97.67±2.51 ^a	0.192±0.00 ^g
2	821.20±32.60 ^a	2.1409±62.80 ^a	2042.25±75.66 ^b	0.445±0.00 ^d	46.67±1.52 ^d	0.193±0.00 ^g
3	428.37±15.95 ^h	8021.1±64.54 ^g	753.29±30.61 ⁱ	0.447±0.00 ^{cd}	42.00±1.00 ^{de}	0.211±0.00 ^{ef}
4	595.85±1.97 ^{de}	10134±41.83 ^f	1214.57±2.64 ^g	0.444±0.00 ^{de}	48.00±1.00 ^d	0.280±0.00 ^b
5	618.45±3.65 ^{cde}	14240±72.92 ^d	1348.11±1.62 ^f	0.448±0.00 ^{cd}	47.00±1.00 ^d	0.272±0.00 ^b
6	511.40±34.88 ^{fg}	13857±88.85 ^d	1067.12±0.82 ^h	0.503±0.00 ^b	44.00±1.00 ^d	0.222±0.01 ^e
7	500.78±0.63 ^g	94181±30.11 ^f	846.13±2.85 ⁱ	0.504±0.00 ^b	55.33±1.52 ^c	0.245±0.01 ^d
8	486.41±13.62 ^{gh}	9140.2±47.93 ^{fg}	795.95±1.74 ⁱⁱ	0.442±0.00 ^{def}	36.00±2.00 ^e	0.265±0.01 ^{bc}
9	498.01±6.34 ^g	11943±67.76 ^e	1512.83±1.02 ^e	0.445±0.00 ^d	56.00±3.00 ^c	0.239±0.01 ^d
10	826.69±4.86 ^a	17190±26.62 ^b	1554.71±0.31 ^{de}	0.446±0.00 ^d	63.67±3.51 ^b	0.297±0.01 ^a
11	564.98±13.93 ^{ef}	13093±11.74 ^{de}	1594.39±1.27 ^d	0.455±0.01 ^c	65.33±3.51 ^b	0.249±0.01 ^{cd}
12	677.14±0.71 ^c	15898±68.17 ^c	2092.68±1.77 ^b	0.574±0.00 ^a	102.33±2.51 ^a	0.196±0.00 ^{fg}
13	623.22±11.28 ^{cde}	96718±56.61 ^f	1166.58±2.12 ^g	0.502±0.00 ^b	45.67±2.08 ^d	0.265±0.01 ^{bc}
14	650.70±25.73 ^{cd}	17479±11.73 ^b	1389.29±9.78 ^f	0.437±0.00 ^{ef}	44.33±1.52 ^d	0.273±0.00 ^b
15	758.84±47.40 ^b	17618±75.00 ^b	1805.39±2.26 ^c	0.435±0.00 ^f	44.33±2.08 ^d	0.266±0.01 ^b

^{a-i}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

4.4.2 Optimum noktanın belirlenmesi

Ultrasonik nozul ile yapılan optimizasyonda maksimum antioksidant aktivite, antosiyanin değeri, toz verimliliği ve minimum çözünürlük süresi şartlarında optimum nokta belirlenmiştir. En yüksek istenilirlik değerinde elde edilen bağımsız değişken şartları 165 °C hava giriş sıcaklığı, 7.75 Watt ultrasonik güç ve %8 besleme hızı olarak belirlenmiştir. Bu şartlarda elde edilen tozların özellikleri Tablo 26'da verilmiştir. İstenilirlik değeri en yüksek 0.8257 olarak bulunmuştur.

4.4.3 Renk değerleri

Ultrasonik nozul ile elde edilen tozların renk parametrelerine bakılırsa Tablo 28'de besleme hızının düşük olduğu değerlerde tozların daha koyu renk olduğu ve L* değerinin daha düşük olduğu görülmüştür. L* değeri 37.15 ile 56.25 arasında değişmektedir. Kırmızılık değeri (a*) ise 30.81 ile 36.42 arasında değişmekte olup klasik nozulda elde edilen değerlerden daha yüksek bulunmuştur.

Tablo 28. Ultrasonik nozul ile toz üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi temiz tozlarının renk parametreleri

Deney no	L*	a*	b*	C*	H*
1	45.34±0.21 ^g	36.42±0.16 ^a	-2.68±0.04 ^d	36.52±0.16 ^a	-4.21±0.08 ^c
2	47.43±0.10 ^e	34.70±0.02 ^{bcd}	-3.65±0.02 ^g	34.88±0.02 ^c	-6.01±0.05 ^f
3	56.25±0.25 ^a	30.81±0.16 ^h	-3.61±0.02 ^g	31.05±0.22 ⁱ	-6.69±0.07 ^h
4	54.65±0.30 ^b	32.47±0.19 ^{fg}	-3.66±0.03 ^g	32.67±0.18 ^{ef}	-6.43±0.09 ^{gh}
5	52.52±0.46 ^c	32.28±0.38 ^{fg}	-2.25±0.06 ^c	32.37±0.38 ^{fg}	-3.99±0.16 ^c
6	52.86±0.16 ^c	31.84±0.10 ^{fgh}	-3.35±0.01 ^f	32.01±0.10 ^{gh}	-6.01±0.05 ^f
7	55.25±0.06 ^b	32.27±0.08 ^{fg}	-3.10±0.01 ^e	32.42±0.08 ^{fg}	-5.49±0.01 ^e
8	54.74±0.25 ^b	32.87±0.10 ^{ef}	-3.64±0.01 ^g	33.04±0.08 ^e	-6.32±0.04 ^{fg}
9	46.09±0.19 ^f	34.15±0.13 ^{cde}	-2.82±0.08 ^d	34.27±0.13 ^d	-4.71±0.14 ^d
10	47.16±0.13 ^e	34.56±1.68 ^{bcd}	-2.96±0.04 ^e	35.68±0.10 ^b	-4.90±0.18 ^d
11	46.85±0.25 ^e	35.99±0.31 ^{ab}	-2.96±0.03 ^e	36.11±0.31 ^{ab}	-4.71±0.08 ^d
12	47.41±0.43 ^e	33.04±0.36 ^{ef}	-2.78±0.06 ^d	33.15±0.35 ^e	-4.81±0.15 ^d
13	51.39±0.06 ^d	34.01±0.08 ^{de}	-3.69±0.02 ^g	34.21±0.08 ^d	-6.20±0.04 ^{fg}
14	37.15±0.03 ^g	31.35±0.04 ^{gh}	-1.92±0.07 ^b	31.41±0.04 ^{hi}	-3.50±0.12 ^b
15	42.10±0.12 ⁱ	35.57±0.26 ^{abc}	-0.84±0.04 ^a	35.58±0.26 ^b	-1.36±0.08 ^a

^{a-i}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

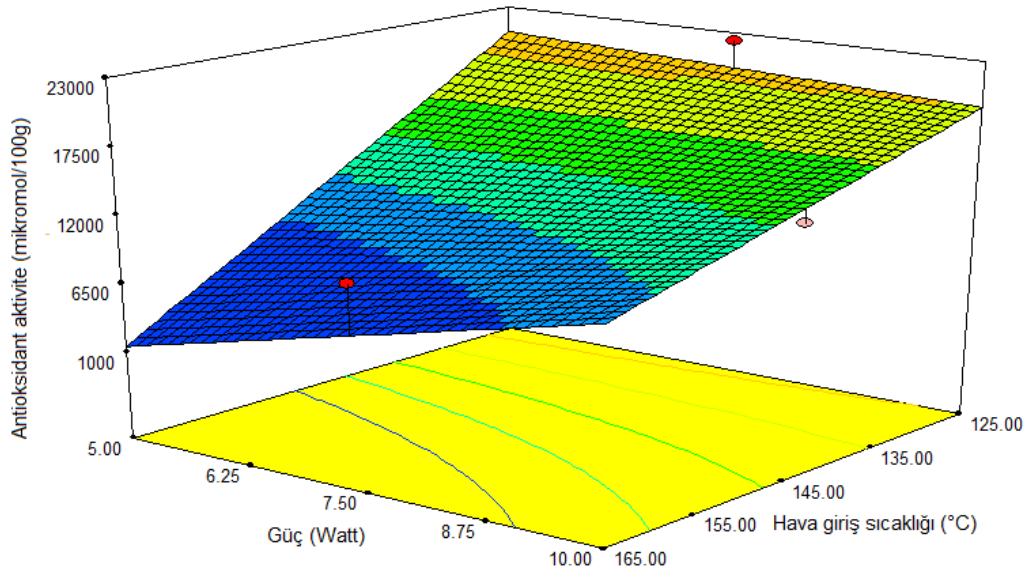
4.5 Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretimi

4.5.1 Optimizasyon

Tablo 29'da gösterildiği üzere hava giriş sıcaklığı (125-165 °C), ultrasonik nozul gücü (5-10 Watt) ve besleme hızı (%5-8) olarak 3 farklı bağımsız değişkenin mavi yemiş mikrokapsülü üzerine etkisine bakılmıştır. Klasik nozul ile yapılan optimizasyonlarda kaplayıcı konsantrasyonu %10 olarak belirlendiğinden ultrasonik nozulda bu konsantrasyonlarda mikrokapsül üretilmiştir.

Antioksidant aktivite

Deney verilerine göre mikrokapsüllerin antioksidant aktiviteleri 8636.82 ile 22548.2 $\mu\text{mol}/100\text{g}$ arasında bulunmuştur. Ultrasonik nozul ile üretilen mikrokapsüllerin antioksidant aktivitesi üzerine hava giriş sıcaklığı ve ultrasonik gücün etkileşimi önemli ($p<0.05$) bulunmuştur. Hava giriş sıcaklığının artması ve ultrasonik gücün azalması ile antioksidant aktivitede önemli bir azalma görülmüştür (Şekil 29).



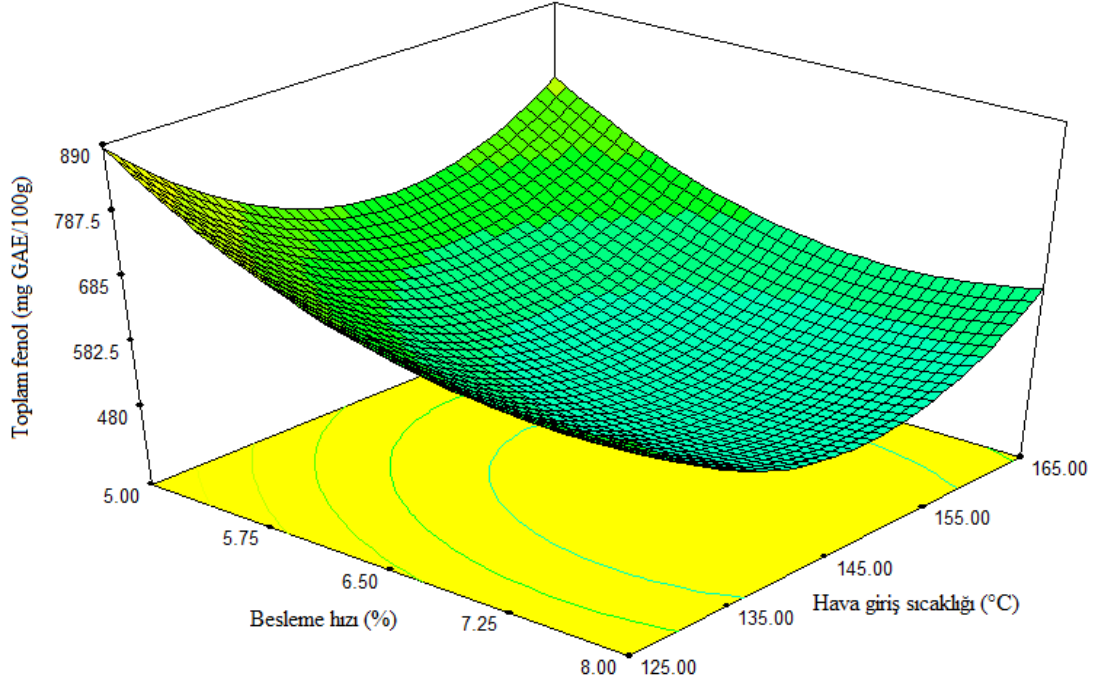
Şekil 29. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde antioksidant aktivite için yanıt yüzey grafiği ve eşyükseleli eğrisi

Tablo 29. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretimi için optimizasyon deneme planı

Deney No	T _g (°C)	Güç (Watt)	Besleme hızı (%)	Antioksidan aktivite	Toplam fenol	Antosiyanin içeriği (mg/100g)	Çözünürlük (s)	Enkapsülasyon verimliliği (%)
1	125	7.5	8	22365.2	636.50	1367	48	95
2	145	7.5	6.5	18315.0	781.35	1876	54	97
3	145	7.5	6.5	14622.7	497.25	1704	50	94
4	165	5	6.5	10590.8	369.97	674	55	96
5	145	10	8	14127.3	405.66	1110	46	95
6	165	10	6.5	12944.0	513.49	1834	55	96
7	145	10	5	16554.6	491.20	2174	52	98
8	165	7.5	8	10410.1	714.51	627	54	95
9	145	7.5	6.5	13103.6	508.79	1607	52	98
10	145	5	5	20826.0	671.01	1641	57	96
11	125	10	6.5	10517.5	725.16	3218	41	96
12	125	7.5	5	8643.5	970.86	2939	56	97
13	165	7.5	5	22548.2	990.56	1466	46	95
14	145	5	8	8636.82	347.85	674	57	93
15	125	5	6.5	19044.8	570.50	991	55	81

Toplam fenol içeriği

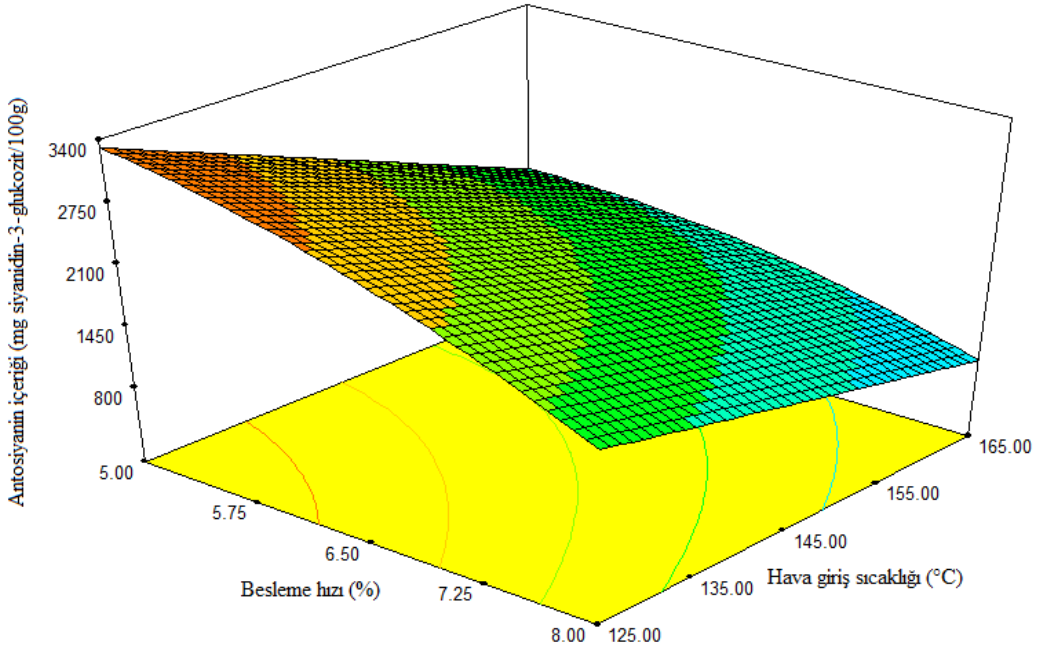
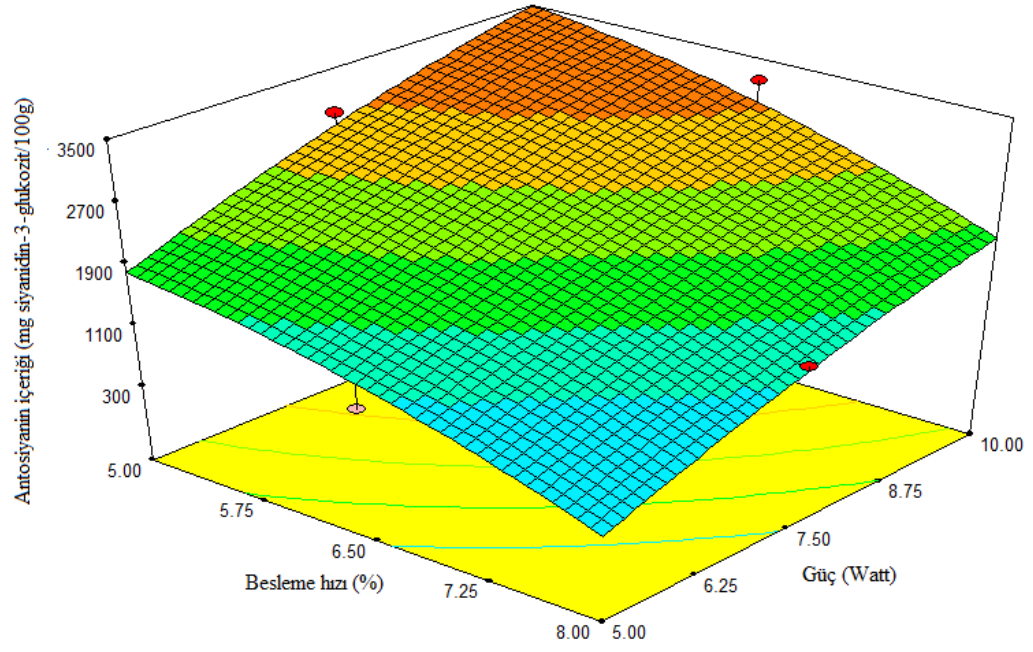
Toplam fenol değerleri 347.85 ile 990.56 mg GAE/100g aralığında bulunmuştur. Şekil 30'da görüldüğü gibi hava giriş sıcaklığının azalması ve besleme sıcaklığının azalması ile toplam fenol değerinde artış olmuştur.

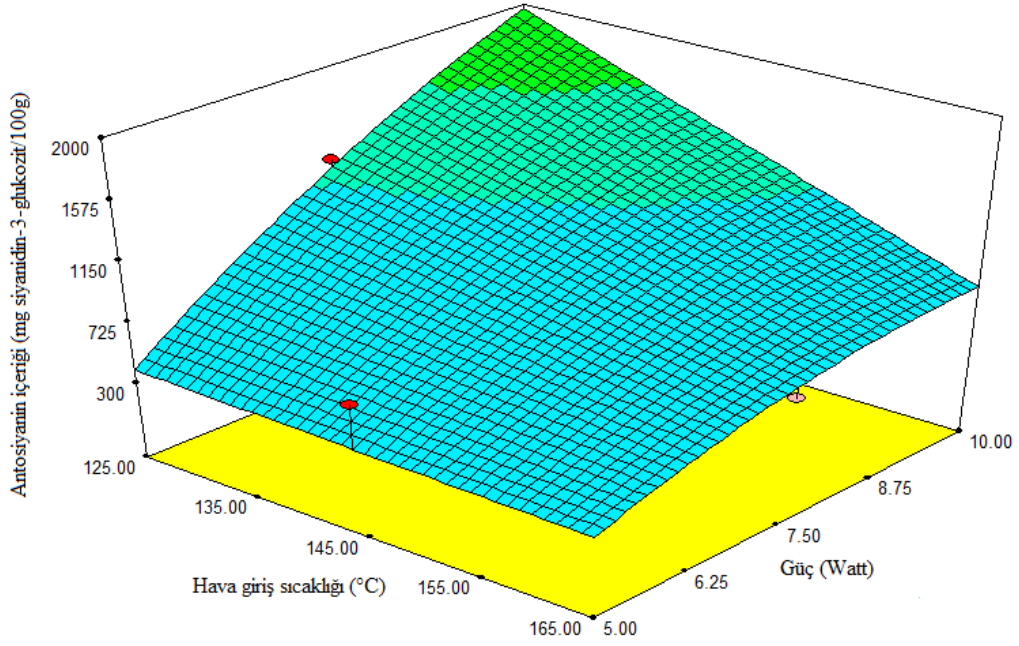


Şekil 30. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde toplam fenol için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Antosiyenin içeriği

Mikrokapsüllerin antosiyenin içerikleri minimum 627 ve maksimum 3218 mg siyanidin-3-glukozit/100g bulunmuştur. Bu değerler klasik nozul ile elde edilen antosiyenin değerlerinden daha yüksek bulunmuştur. Antosiyenin içeriği üzerine hava giriş sıcaklığı, ultrasonik güç ve besleme hızı olmak üzere tüm bağımsız değişkenler önemli derecede ($p<0.05$) etkilemişlerdir. Şekil 31'de gösterildiği üzere besleme hızının azalması ve ultrasonik gücün artması ile antosiyenin içeriği artmaktadır. Aynı zamanda hava giriş sıcaklığının azalması ile de antosiyenin içeriği artmaktadır.

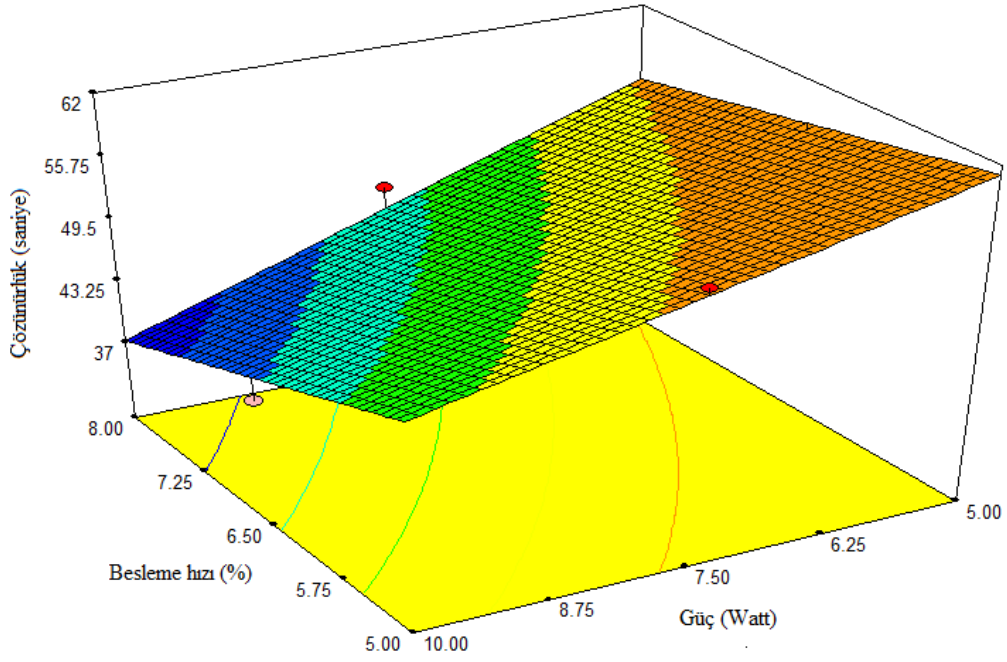




Şekil 31. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde antosiyenin içeriği için yanıt yüzey grafikleri ve eşyüksele eğrileri

Çözünürlük süresi

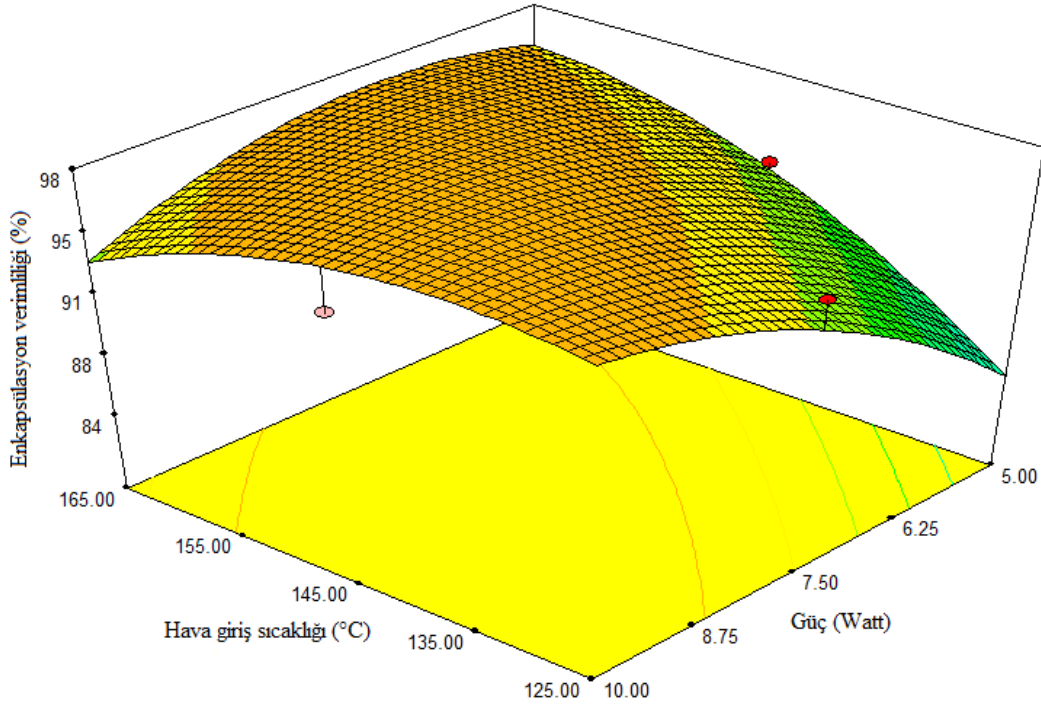
Mikrokapsüllerin çözünürlük süresi 41 ile 57 saniye gibi dar bir aralıkta değişmektedir. Tablo'da görüldüğü üzere modelde ultrasonik güç çözünürlük üzerine önemli derecede ($p < 0.05$) etkilemektedir. Ayrıca hava giriş sıcaklığının ultrasonik güç ve besleme hızı ile etkileşimi de önemli bulunmuştur. Ultrasonik gücün ve besleme hızının yüksek olması çözünürlük süresini olumsuz etkilemiştir (Şekil 32). Çözünürlük süresi klasik nozul ile elde edilen süreden daha yüksek bulunmuştur.



Şekil 32. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde çözünürlük süresi için yanıt yüzey grafiği ve eşyükselti eğrisi

Enkapsülasyon verimliliği

Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsüllerin enkapsülasyon verimliliğine baktığımızda en düşük %81 bulunmuştur. En yüksek ise %98 verimliliğe sahip mikrokapsüller elde edilmiştir. En düşük verimlilik minimum hava giriş sıcaklığı ve ultrasonik güç değerinde elde edilmiştir. Tablo 32'de görüldüğü gibi diğer mikrokapsüllerin istatistiksel olarak birbirlerinden farklı bulunmamıştır ($p < 0.05$). Elde edilen mikrokapsüller klasik nozul ile elde edilen mikrokapsüllere göre daha yüksek enkapsülasyon verimliliğine sahiptirler. Modelde enkapsülasyon verimliliği üzerine ultrasonik gücün önemli olduğu ayrıca hava giriş sıcaklığı ile ultrasonik gücün etkileşiminin önemli olduğu görülmüştür (Tablo 30). Şekil 33'de ultrasonik gücün düşmesi ile ve hava giriş sıcaklığının azalması ile enkapsülasyon verimliliğinin de azaldığı görülmektedir.



Şekil 33. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde enkapsülasyon verimliliği için yanıt yüzey grafiği ve eşyüksekti eğrisi

4.5.2 Optimum noktanın belirlenmesi

Ultrasonik nozul ile yapılan optimizasyonda maksimum antioksidant aktivite, antosiyanin değeri, toz verimliliği ve minimum çözünürlük süresi şartlarında optimum nokta belirlenmiştir. En yüksek istenilirlik değerinde elde edilen bağımsız değişken şartları 125 °C hava giriş sıcaklığı, 9.23 Watt ultrasonik güç ve %8 besleme hızı olarak belirlenmiştir. Bu şartlarda elde edilen tozların özellikleri Tablo 31'de verilmiştir. İstenilirlik değeri en yüksek 0.8061 olarak bulunmuştur.

Tablo 30. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde her bir yanıt üzerine lineer, quadratik ve interaksiyon terimlerinin bireysel olarak etkisini gösteren ANOVA tablosu

Varyasyon kaynağı	Antioksidan aktivite		Toplam fenol		Antosiyanin		Çözünürlük		Enkapsülasyon verimi	
	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri	Kareler toplamı	p-değeri
Model	247737199	0.0330	441857	0.1969	7406437	0.0158	251.5	0.0165	158.81	0.0451
X ₁	2507680	0.6271	11935	0.4957	1912968	0.0097	12.5	0.2406	21.12	0.1551
X ₂	2302658	0.6414	4512.5	0.6705	2374021	0.0059	112.5	0.0052	45.12	0.0495
X ₃	22121226	0.1720	133386	0.0576	2466421	0.0054	4.5	0.4687	8	0.4712
X ₁ X ₂	29041321	0.1240	12.25	0.9821	283556	0.2004	49	0.0364	56.25	0.0321
X ₁ X ₃	166784310	0.0033	1024	0.8382	134322	0.3605	64	0.0209	1	0.7940
X ₂ X ₃	24980004	0.1496	11990	0.4947	2352.25	0.9093	9	0.3135	0	1.0000
X ₁ ²	2132910	0.6940	83169	0.1103	20977	0.7092	5.7691	0.4957	19.45	0.1706
X ₂ ²	10233346	0.4029	147938	0.0491	57346	0.5417	2.0769	0.6779	19.45	0.1706
X ₃ ²	4082084	0.5890	26729	0.3218	154602	0.3291	0.2307	0.8890	4.006	0.6052
Kalıntı	78644374		110640		822594		62.233		78.92	
Model uygunsuzluğu	65367745	0.4258	61678	0.5838	785476	0.0882	54.233	0.3382	66.25	0.4579
Saf hata	13276628		48962		37118		8		12.66	
Toplam	326381573		552498		8229032		313.733		237.73	
R ²	0.7590		0.7997		0.9000		0.8016		0.6680	

X₁: Hava giriş sıcaklığı; X₂: Ultrasonik güç; X₃: Besleme hızı (%)
p değeri < 0.05 ise önemlidir ($\alpha=0.05$).

Tablo 31. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde istenilirlik değerleri

No	T _g (°C)	Güç (Watt)	Besleme hızı (%)	Antioksidan aktivitesi	Toplam fenol	Antosiyanin değeri	Çözünürlük	Enkapsülasyon verimliliği	İstenilirlik
1	125	9.23	8	19638.27	687.13	1798.90	39.79	96.54	0.8061
2	125	9.2	8	19649.36	690.03	1789.62	39.93	96.49	0.8061
3	125	9.37	7.95	19381.29	674.08	1869.16	39.52	96.69	0.8022
4	125	9.87	8	19451.36	624.77	1945.04	37.55	97.14	0.7981
5	165	6.75	5	22454.66	895.09	1345.17	49.49	96.85	0.7157
6	164.01	7.53	5	22055.83	888.96	1484.56	50.01	96.77	0.7021

Tablo 32. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiş mikrokapsüllerinin fizikokimyasal analiz sonuçları *

Deney no	Toplam Fenol	Antioksidan aktivite	Antosiyanin içeriği	Enkapsülasyon verimliliği (%antosiyenin)	Yığın yoğunluğu (g/mL)	Çözünürlük (s)	Su aktivitesi
1	636.50±7.77 ^d	22365.21±0.02 ^b	1367.2±1.04 ^l	95.68±3.92 ^a	0.378±0.01 ^{bc}	48.01±0.41 ^{ab}	0.384±0.01 ^a
2	781.35±10.81 ^b	18315.0±41.44 ^e	1876.0±4.24 ^d	97.27±0.51 ^a	0.381±0.01 ^{bc}	54.5±2.12 ^a	0.207±0.01 ^{defg}
3	497.25±8.83 ^f	14622.7±18.19 ^g	1704.86±0.18 ^f	94.89±0.01 ^a	0.438±0.01 ^a	50.0±1.41 ^{ab}	0.204±0.01 ^{defg}
4	369.97±8.51 ^{gh}	10590.8±7.04 ^j	674.40±3.40 ^l	96.20±0.97 ^a	0.404±0.01 ^{abc}	55.0±4.24 ^a	0.199±0.00 ^{efg}
5	405.66±8.95 ^g	14127.3±11.39 ^h	1101.4±12.14 ^j	95.36±3.51 ^a	0.359±0.02 ^c	46.5±6.36 ^{ab}	0.275±0.00 ^{bc}
6	513.49±8.96 ^f	12944.0±53.65 ⁱ	1834.27±3.21 ^e	96.48±0.01 ^a	0.375±0.01 ^{bc}	55.0±1.41 ^a	0.228±0.01 ^{de}
7	491.20±11.60 ^f	16554.6±26.36 ^f	2174.2±4.65 ^c	98.36±1.67 ^a	0.382±0.02 ^{bc}	52.0±1.41 ^{ab}	0.241±0.00 ^{cd}
8	714.51±4.97 ^c	10410.1±5.83 ^k	627.39±6.50 ^m	95.27±0.61 ^a	0.385±0.02 ^{bc}	54.0±4.24 ^{ab}	0.228±0.01 ^{de}
9	508.79±7.36 ^f	13103.6±12.03 ^l	1607.3±0.86 ^h	98.79±0.01 ^a	0.357±0.02 ^c	52.5±2.12 ^{ab}	0.227±0.00 ^{de}
10	671.01±4.22 ^d	20826.0±62.55 ^c	1641.9±5.78 ^g	96.86±0.18 ^a	0.424±0.02 ^{ab}	57.0±2.82 ^a	0.221±0.02 ^{de}
11	725.16±13.70 ^c	10517.5±7.78 ^j	3218.9±1.41 ^a	96.80±4.15 ^a	0.382±0.02 ^{bc}	41.5±2.12 ^b	0.216±0.01 ^{def}
12	970.86±11.23 ^a	8643.5±22.47 ^l	2939.6±8.90 ^b	97.50±0.71 ^a	0.384±0.02 ^{bc}	56.5±6.36 ^a	0.233±0.00 ^{de}
13	990.56±9.28 ^a	22548.2±10.07 ^a	1466.2±6.07 ^l	95.99±1.40 ^a	0.424±0.02 ^{ab}	46.5±2.12 ^{ab}	0.178±0.03 ^{fg}
14	347.85±15.70 ^h	8636.82±13.30 ^l	674.27±6.67 ^l	93.95±0.05 ^a	0.387±0.01 ^{bc}	57.0±1.41 ^a	0.285±0.01 ^b
15	570.50±3.53 ^e	19044.8±41.00 ^d	991.01±0.25 ^k	81.61±0.54 ^b	0.415±0.01 ^{ab}	55.0±1.41 ^a	0.177±0.02 ^g

^{a-l}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

4.5.3 Renk deęerleri

Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsüller klasik nozul ile elde edilenlere göre daha koyu, daha kırmızı ve daha doęun renk deęerlerine sahip bulunmuştur. L* deęerleri 44.20 ile 56.06 arasında, a* deęerleri 32.22 ile 38.53 arasında bulunmuştur.

Tablo 33. Ultrasonik nozul ile mikrokapsül üretiminde optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiő mikrokapsüllerinin renk parametreleri*

Deney no	L*	a*	b*	C*	H*
1	50.03±0.14 ^f	36.91±0.05 ^d	-6.54±0.02 ^h	37.49±0.05 ^d	-10.04±0.05 ^g
2	46.70±0.24 ⁱ	38.37±0.25 ^{bc}	-6.17±0.02 ^f	38.86±0.25 ^{ab}	-9.13±0.08 ^f
3	48.08±0.05 ^h	38.20±0.08 ^{bc}	-4.56±0.02 ^c	38.47±0.08 ^{bc}	-6.81±0.02 ^c
4	52.49±0.07 ^c	35.78±0.07 ^f	-4.78±0.01 ^e	36.10±0.07 ^e	-7.61±0.02 ^d
5	54.50±0.04 ^b	34.83±0.04 ^g	-4.79±0.01 ^e	35.15±0.04	-7.83±0.03 ^e
6	48.86±0.14 ^g	38.53±0.03 ^{ab}	-4.35±0.01 ^b	38.78±0.03 ^{abc}	-6.44±0.02 ^b
7	49.33±0.08 ^g	36.60±0.13	-7.18±0.02 ⁱ	37.30±0.14 ^d	-11.10±0.02 ⁱ
8	44.20±0.23 ⁱ	38.95±0.12 ^a	-3.48±0.03 ^a	39.09±0.14 ^a	-5.10±0.06 ^a
9	52.35±0.12 ^c	36.25±0.04 ^{ef}	-4.74±0.01 ^{de}	36.56±0.05	-7.44±0.01 ^d
10	50.62±0.21 ^f	38.02±0.19 ^c	-4.61±0.02 ^{cd}	38.30±0.19 ^c	-6.92±0.06 ^c
11	56.06±0.09 ^a	32.22±0.01 ⁱ	-6.50±0.02 ^{gh}	32.87±0.02 ^g	-11.40±0.03 ⁱ
12	55.77±0.27 ^a	32.95±0.22 ⁱ	-6.39±0.02 ^g	33.56±0.22 ^f	-10.96±0.02 ⁱ
13	51.71±0.21 ^e	38.53±0.32 ^{ab}	-7.27±0.06 ⁱ	39.21±0.32 ^a	-10.68±0.12 ⁱ
14	53.97±0.14 ^b	34.14±0.05 ^h	-6.11±0.01 ^f	34.69±0.04 ^e	-10.15±0.01 ^g
15	51.39±0.53 ^e	37.95±0.27 ^c	-6.96±0.13 ⁱ	38.58±0.28 ^{bc}	-10.39±0.19 ^h

*a-e: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

4.6 Optimum noktada elde edilen mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin karşılaştırılması

Klasik nozul ve ultrasonik nozul ile optimize edilen proses parametreleri kullanılarak üretilen toz ve mikrokapsüllerin fizikokimyasal özelliklerine bakılmıştır. Ayrıca püskürtmeli kurutucuda kullanılan aynı maltodekstrin/kaplayıcı madde konsantrasyonu ile dondurarak kurutma yöntemi ile toz ve mikrokapsül üretilmiştir. Üretilen toz ve mikrokapsüllerin özellikleri karşılaştırılmış, daha sonra dondurma ve kek içerisine katılarak duyuusal ve tekstürel özelliklerine bakılmıştır.

Toplam fenol içeriđi

Tablo'da kullanılan üç farklı yöntemle elde edilen toz ve mikrokapsüllerin toplam fenol içerikleri verilmiştir. Ultrasonik nozul ile üretilen toz ve mikrokapsüllerin klasik nozul'a göre toplam fenol içeriđi yüksek bulunmuştur. Ancak ultrasonik nozul ile üretilen tozun toplam fenol içeriđi klasik nozul ile üretilen toz ve mikrokapsül ile istatistiksel açıdan önemsiz ($p>0.05$) bulunmuştur (Tablo 34). Ultrasonik nozul ile üretilen mikrokapsül ise, klasik nozulda elde edilen hem toz hem de mikrokapsülden önemli derecede ($p<0.05$) daha yüksek toplam fenol içeriđine sahip bulunmuştur. Ayrıca dondurarak kurutulan mikrokapsüllerden daha düşük toplam fenol değerine sahip olmasında rağmen aralarında önemli bir fark bulunmamıştır ($p<0.05$).

Ma ve Dolan (2011) mavi yemiř tozu üretimi yaparak bu tozun ticari olarak satılan mavi yemiř ürünleri ile karşılaştırmasını yapmışlardır. Toplam fenol içeriklerinin karşılaştırılmasında ticari dondurarak kurutulmuş mavi yemiř tozu en yüksek değere sahip olmuştur (3335 mg GAE/100 g toz). Çalışmalarında ürettikleri tozun toplam fenol içeriđi ise 971 mg GAE/100 g toz olup, ticari püskürtülerek kurutulan mavi yemiř tozundan daha yüksek değerde (346 mg GAE/100g toz) bulmuşlardır. Bizim çalışmamızda klasik nozul ve ultrasonik nozul ile elde ettiğimiz tozların toplam fenol değerleri ticari mavi yemiř tozundan daha yüksek değerde bulunmuştur. Ultrasonik nozul toplam fenol içeriđi bakımından ticari ve araştırmalarda kullanılan klasik nozuldan daha iyi ancak dondurarak kurutmadan daha düşük değerde olduğu çıkarılabilir.

Antioksidant aktivite

Mavi yemiř tozlarının antioksidant aktivitesi mikrokapsüllerden daha düşük değerde bulunmuştur. Tozlar arasında en yüksek antioksidant aktiviteye toplam fenol içeriđinde olduğu gibi dondurarak kurutulmuş tozlar sahiptir (Tablo 34). Mikrokapsüller arasında ise toplam fenolden farklı olarak ultrasonik nozul ile elde edilen örneklerin antioksidant aktiviteleri daha yüksek bulunmuş ancak istatistiksel açıdan dondurarak kurutulanlarla bir fark bulunmamıştır ($p>0.05$). Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsüllerin antioksidant aktiviteleri klasik nozul ile elde edilenlere göre önemli derecede ($p<0.05$) daha fazla

bulunmuştur. Ma ve Dolan (2011)'in farklı bir metot ile elde ettikleri antioksidant aktivite sonuçlarında ise, ticari dondurarak kurutulan mavi yemiş tozu diğerlerinden istatistiksel açıdan önemli bulunmuş ($p<0.0001$) ve ticari püskürtülerek kurutulan mavi yemiş tozlarının aktiviteleri en düşük bulunmuş olup, $11972 \mu\text{mol TE}/100 \text{ g}$ toz olarak belirlenmiştir. Bu değer klasik nozul ile elde edilen değerden daha yüksek, ultrasonik nozul ile elde edilen değerden daha düşüktür.

Antosiyanin içeriği

Antosiyanin değerleri toz ve mikrokapsüller arasında istatistiksel açıdan farklı bulunmuştur ($p<0.05$). Ancak tozlar arasında önemli bir farklılık olmayıp ($p>0.05$), mikrokapsüller arasında en yüksek antosiyanin içeriği dondurarak kurutma ile sağlanmıştır. Ultrasonik nozul ile klasik nozul arasında ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller daha yüksek antosiyanin değerine sahip olmasına rağmen toz ve mikrokapsüllerin arasında istatistiksel olarak fark bulunmamıştır ($p>0.05$) (Tablo 34). Mavi yemişin toz üretimi ile ilgili çalışmaya bakılırsa (Ma ve Dolan, 2011), ticari dondurarak kurutulan tozlar en yüksek antosiyanin değerine sahip bulunmuş, ticari püskürtülerek kurutulan tozların antosiyanin içerikleri çalışmamızda elde ettiğimiz tozlardan daha düşük değerde olduğu belirlenmiştir.

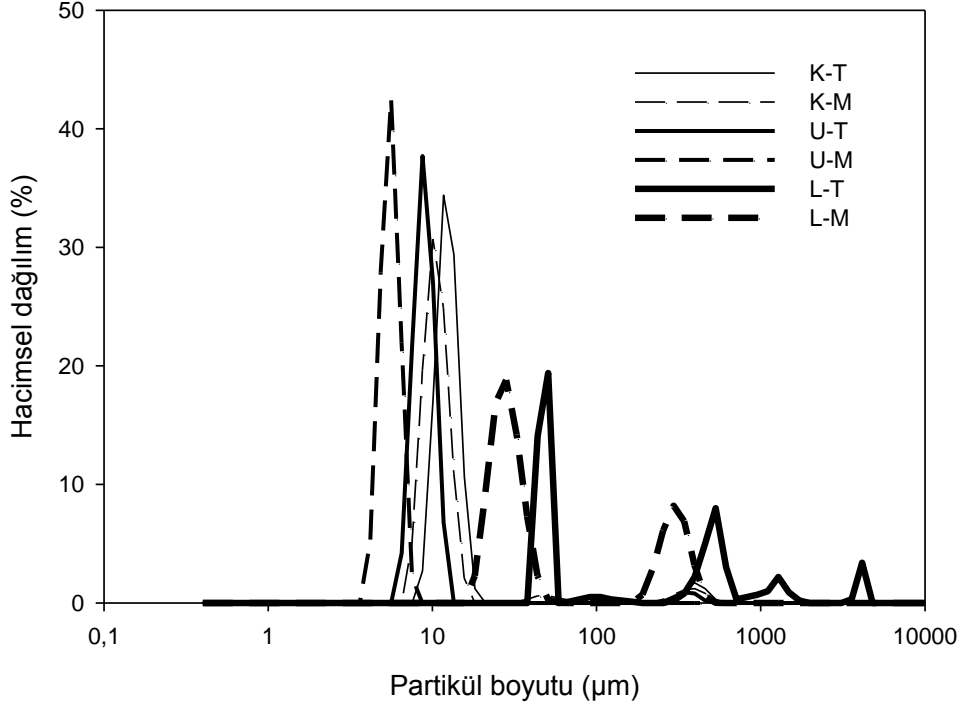
Başlangıçta kurutmadan önceki dispersiyon içeriğindeki antosiyanin ile kurutma sonrasında elde edilen tozların antosiyanin arasındaki orandan antosiyanin tutma oranı belirlenmiştir. En yüksek yine dondurarak kurutulan mikrokapsül ve tozlar antosiyanin tutma oranına sahipken, en düşük klasik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller sahiptir. Mikrokapsüller tozlardan daha yüksek antosiyanin tutma oranına sahiptirler ve bu durumu antosiyaninleri dış etkenlere karşı (oksijen,

Partikül boyutu

Tablo 34'de elde edilen toz ve mikrokapsüllerin partikül boyutlarının hacimsel ($d(4,3)$) ortalama olarak değerleri verilmiştir. Partikül boyutu yöntemleri arasında istatistiksel olarak farklı bulunmuştur ($p<0.05$). Dondurularak kurutulan toz ve mikrokapsüller en yüksek partikül boyutuna sahip olmuştur. Mavi yemiş tozları arasında ultrasonik nozul ile elde edilenler diğerlerinden daha küçük boyuta sahipken, mikrokapsüller arasında ultrasonik ve klasik nozul ile elde edilenler arasında fark bulunmamıştır ($p>0.05$).

Şekil 34'de gösterilen partikül boyut dağılımında ultrasonik nozul diğerlerine göre en dar aralıkta, homojen partikül boyut dağılımına sahiptir. Benzer bulgular balık yağının ultrasonik nozul ile mikrokapsüle edilmesi sonucu bulunmuştur (Legako ve Dunford, 2010).

Ultrasonik nozul ile partikül boyut dağılımı dondurarak kurutma ve 2-akışlı klasik nozul ile kurutmaya göre daha uniform partikül boyut dağılımında olduğu belirtilmiştir.



Şekil 34. Farklı yöntemler ile elde edilen mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin partikül boyut dağılımı. (K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyoofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyoofilizatör ile elde edilen mikrokapsül)

Yığın yoğunluğu ve çözünürlük süreleri

Mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerinin yığın yoğunluklarını karşılaştıracak olursak, tozların mikrokapsüllerden daha yüksek yığın yoğunluğuna sahip olduğunu görebiliriz (Tablo 34). Mikrokapsüller gam arabik ve maltodekstrin ilavesi ile üretildiklerinden tozların içerisine ilave edilen maltodekstrin konsantrasyonu daha fazladır. Horuz vd. (2012) maltodekstrin konsantrasyonunun artması ile moleküler ağırlığın artmasından dolayı yığın yoğunluğunun artabileceğini belirtmişlerdir.

Çözünürlük sürelerine bakılırsa, en kısa çözünürlük süresine dondurarak kurutulan toz ve mikrokapsüllerin sahip olduğu bulunmuştur. Ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüllerin klasik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüllerden farklı olmadığı ($p>0.05$) tespit edilmiştir.

Renk deęerleri

Optimum noktalarda elde edilen mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin renk deęerleri Tablo 35'de verilmiřtir. Mavi yemiř tozları genel olarak mikrokapsüllerden daha aık renge sahiptir (L^* deęerleri yksek). En koyu renkli toz ve mikrokapsl dondurarak kurutma ile elde edilmiř olup ($L^* = 40.55$ ve 33.98), ultrasonik nozul ile klasik nozuldan daha koyu, kırmızı renkli toz ve mikrokapsl elde edilmiřtir. Kırmızılık deęeri (a^*) antosiyanin bileřenlerinin fazla olması ile artmakta olduęundan antosiyanin deęeri dřk olan tozların a^* deęerleri de dřktr. Ultrasonik nozul toz ve mikrokapsllerinin a^* deęerleri, klasik nozul ile dondurarak kurutulan toz ve mikrokapsller arasında deęiřmektedir. Elde edilen toz ve mikrokapsllerin grntleri Őekil 35'de gsterilmiřtir.

Yapılan literatr arařtırmasında ultrasonik nozul ile meyve tozu veya mikrokapsl retimi zerine bir alıřma bulunamamıřtır. Ancak balık yaęının ultrasonik nozul ile mikrokapsl retimi zerine iki farklı alıřma mevcuttur. Bunlardan birisi Legako ve Dunford (2010) tarafından yapılan alıřmadır. Bu alıřmada ultrasonik nozul dıřında, pskrtmeli kurutucu kullanarak 2-akıřlı ve 3-akıřlı basınlı nozul ile mikrokapsl retilmiř ayrıca dondurarak kurutma ile karřılařtırma yapılmıřtır. alıřma sonucunda dięer mikrokapsllere gre ultrasonik nozul ile daha homojen boyutlarda ve Őekillerde partikller elde edilmiřtir. Ancak balık yaęının enkapslasyon verimlilięi basınlı nozul ve dondurarak kurutmaya gre daha dřk bulunmuřtur. Ultrasonik nozul ile alıřırken tıkanma problemleri yařandıęına ve bunun sonucunda verimlilięin dřtęn belirtmiřlerdir. Dięer alıřma ise, kitosan ve maltodekstrin karıřımı kaplayıcı madde olarak deęerlendirilmiř ve balık yaęının bařarılı Őekilde enkapsle edilmiřtir (Klaypradit ve Huang, 2008). Enkapslasyon verimlilięi yaklařık %84 olarak belirlenmiř, Legako ve Dunford (2010)'ın buldukları verimlilik deęerinden daha yksek deęer elde etmiřlerdir.

Tablo 34. Optimum noktada elde edilen mavi yemiş toz ve mikrokapsüllerin fizikokimyasal analiz sonuçları*

Deney no	Toplam Fenol (mg GAE/100g)	Antioksidan aktivite ($\mu\text{mol}/100\text{g}$)	Antosiyanin içeriği (mg/100g)	%Antosiyanin tutma oranı	Partikül boyutu (μm , ortalama)	Yığın yoğunluğu (g/mL)	Çözünürlük (s)	Su aktivitesi
K-T	768.55±10.26 ^d	11238.01±81.82 ^d	1771.78±14.02 ^c	70.33±1.52 ^e	25.21±3.29 ^b	0.437±0.06 ^a	37.67±3.05 ^b	0.2088±0.02 ^b
K-M	1089.70±16.00 ^c	17720.79±54.96 ^b	4973.84±44.97 ^b	83.33±2.08 ^c	11.82±0.34 ^d	0.197±0.01 ^c	49.00±4.58 ^a	0.3781±0.05 ^a
U-T	907.02±54.50 ^{cd}	13705.26±20.81 ^c	1927.78±23.09 ^c	77.33±2.08 ^d	20.25±1.59 ^c	0.447±0.02 ^a	38.67±3.51 ^b	0.2003±0.00 ^b
U-M	1517.63±12.95 ^{ab}	21446.80±20.94 ^a	5152.01±24.02 ^b	87.00±2.64 ^{bc}	9.28±0.51 ^d	0.404±0.01 ^a	42.67±1.52 ^{ab}	0.1876±0.01 ^{bc}
L-T	1381.39±68.21 ^b	18412.33±12.67 ^b	2269.16±22.19 ^c	89.66±1.52 ^b	60.78±0.69 ^a	0.321±0.01 ^b	22.33±2.08 ^c	0.3472±0.00 ^a
L-M	1663.30±82.16 ^a	21206.96±33.05 ^a	6072.72±72.62 ^a	98.00±1.00 ^a	45.07±2.02 ^b	0.204±0.01 ^c	29.33±2.08 ^c	0.1325±0.00 ^c

*^{a-e}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p>0.05$). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

Tablo 35. Optimizasyon sonucu elde edilen mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin renk parametreleri*

Deney no	L*	a*	b*	C*	H°
K-T	54.95±0.49 ^a	27.20±0.05 ^e	-1.82±0.04 ^c	27.26±0.05 ^d	-3.69±0.27 ^c
K-M	52.28±0.04 ^b	30.76±0.04 ^d	-2.96±0.03 ^d	30.57±0.56 ^c	-5.51±0.06 ^d
U-T	47.14±0.09 ^c	36.69±0.08 ^c	-3.73±0.02 ^e	36.88±0.07 ^b	-5.80±0.04 ^d
U-M	44.40±0.24 ^d	38.66±0.27 ^b	-6.12±0.10 ^f	39.14±0.28 ^a	-8.99±0.09 ^e
L-T	40.55±0.19 ^e	39.96±0.24 ^b	-0.35±0.04 ^a	29.96±0.24 ^c	-0.68±0.08 ^a
L-M	33.98±0.54 ^f	41.77±0.06 ^a	-1.18±0.04 ^b	23.80±0.06 ^e	-2.85±0.11 ^b

*a-e: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

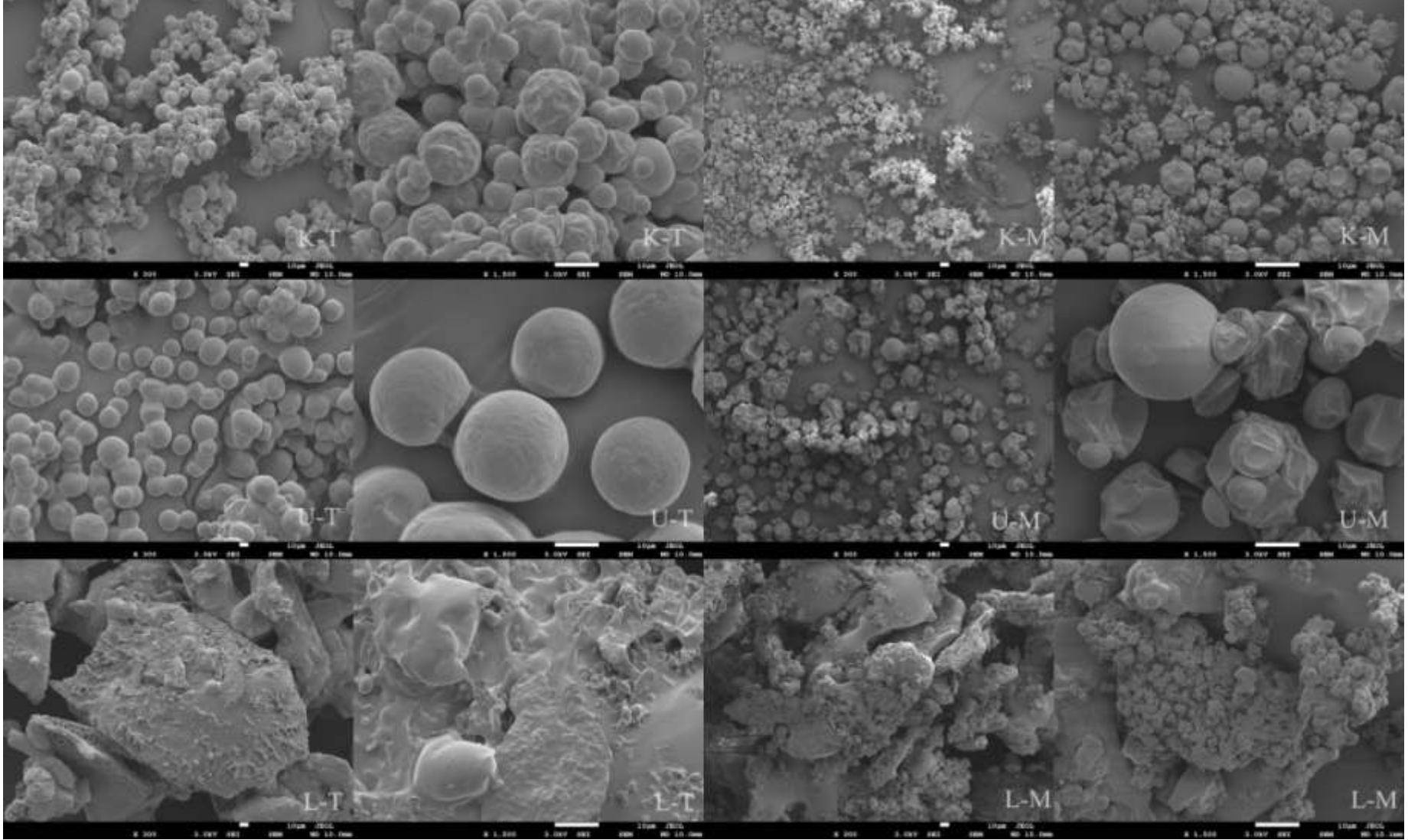
K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül



Şekil 35. Optimum noktada elde edilen püskürterek (klasik nozul, ultrasonik nozul ile) ve dondurarak kurutulan toz ve mikrokapsüllerin görüntüleri

Toz ve mikrokapsül morfolojisi

Taramalı elektron mikroskobu ile elde edilen görüntüler incelendiğinde farklı kurutma ve mikroenkapsüle etme yöntemlerinin toz ve mikrokapsüllerin yüzey morfolojisini etkilediğini göstermektedir (Şekil 36). Dondurarak kurutma ile elde edilen toz ve mikrokapsüller düzensiz, homojen olmayan şekillere sahiptir. Partiküller kurutulurken zemin üzerinde serildiklerinden bir araya gelerek birleşmişlerdir. Püskürtmeli kurutucuda klasik ve ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller incelendiğinde genel olarak küresel şekilli ve farklı boyutlarda oldukları görülmektedir. Bu durum püskürtmeli kurutucudan çıkan partiküllerin tipik morfolojik özellikleridir (Ferrari vd., 2013). Vaidya vd. (2006) yapmış oldukları çalışmada da gam arabik ve maltodekstrin ile kaplanmış mikrokapsüllerin küre biçiminde olduğu ancak yüzeyde çökmeler olduğu görülmüştür. Çökmüş mikrokapsüllerin bulunması püskürtmeli kurutma işleminde atomizasyon mekanizmasının varlığına dayandırılmaktadır. Çünkü kuruma ve soğuma sırasında partiküller büzülebilir. Bu partiküllerin hiçbirinde kırılma, çatlama, yarılma gözlenmemiştir. Çatlamaların oluşmaması kaplayıcı materyalin püskürtmeli kurutmanın son aşamasında yaptığı genişleme boyunca iyi bir viskoelastik özellik gösterdiğini ifade etmektedir (Jafari vd., 2007). Gam arabik ve maltodekstrin karışımı ile hazırlanan mikrokapsüller, maltodekstrin ilavesi ile hazırlanan tozlara göre daha fazla büzüşme ve çökme özelliği göstermişlerdir. Buna benzer bir sonuç kara üzüm tozlarının morfolojik özelliklerinde görülmüştür (Ferrari vd., 2013). Ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller, klasik nozul ile elde edilen örneklere göre daha düzgün yüzeyli, homojen ve dar partikül boyutu dağılımına sahip olduğu görülmüştür. Klasik nozul ile elde edilen partiküller dondurarak kurutucudan daha az olmasına rağmen geniş partikül boyut dağılımı ve homojen olmayan partiküllere sahip oldukları görülmüştür. Legako ve Dunford (2010) balık yağının ultrasonik nozul ile mikroenkapsüle edilmesi çalışmasında, ultrasonik nozul dışında 2-akışlı klasik nozul ve dondurarak kurutma ile mikrokapsüller elde ederek morfolojik özelliklerini değerlendirmişlerdir. Sonuçlarda ultrasonik nozul, diğer yöntemlerden daha homojen partiküllere ve daha dar partikül boyut dağılımına sahip olduğunu belirtmişlerdir. Barros ve Stringheta (2006) daha bozulmamış ve düzgün yüzeye sahip mikrokapsüllerin mikroenkapsülasyon işleminin daha kusursuz yapıldığının göstergesi olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca Tonon (2009), kaba yüzeye sahip partiküllerin düzgün yüzeylere sahip olanlara göre oksidasyon gibi parçalanma reaksiyonlarına karşı daha savunmasız olacağını belirtmişlerdir. Bu sonuçlardan ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüllerin başarılı bir üretilbildiği çıkarılabilir.



Şekil 36. Mavi yemiş toz ve mikrokapsül örneklerin taramalı elektron mikroskobu ile görüntüleri (300 ve 1.500 kat büyütme).

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

4.7. Mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin model gıda sistemleri (dondurma ve kek) üzerine etkisi

Optimum noktada elde edilen toz ve mikrokapsüller projede belirtilen model sistemler olan kek ve dondurma içerisine ilave edilerek son ürünlerdeki fizikokimyasal özellikler (toplam fenol, antioksidant aktivite ve antosiyanin içeriđi), renk parametrelerinin deđiřimi, duyuusal ve tekstürel özellik üzerine etkileri incelenmiřtir.

4.7.1 Mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin dondurma üzerine etkisi

Mavi yemiř toz ve mikrokapsül ilave edilen dondurmaların fizikokimyasal özelliklerine bakılırken, dondurma içerisindeki toplam fenol, antioksidant aktivite ve antosiyanin içeriđi belirlenmiř aynı zamanda son üründe deđiřikliđin belirlenmesi için elde edilen sonuçların bařlangıçta toz ve mikrokapsüllerin içerdiđi deđerlere oranlanarak %tutunma oranı belirlenmiřtir (Tablo 37).

Dondurma üretimi sırasında herhangi bir ısı uygulama olmadığından tozlar ve mikrokapsüllerin özellikleri fazla bir deđiřim göstermemiřlerdir. Toplam fenol içeriđi en yüksek dondurarak kurutulan mikrokapsül içeren dondurmalarda bulunmuřtur, bu durum bařlangıçta da mikrokapsüllerin daha yüksek toplam fenol içeriđine sahip olması ile açıklanabilir. Ancak toplam fenol tutunma oranlarında klasik nozul ile elde edilen tozlar hariç diđerleri arasında önemli bir farklılık bulunmamıřtır ($p>0.05$). Dondurmaların antioksidant aktiviteleri arasında, ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül içeren dondurmalar yüksek deđere sahip olurken, dondurarak kurutulan mikrokapsül içeren dondurmalar arasında fark bulunmamıřtır ($p>0.05$). Benzer şekilde antioksidant aktivite tutunma oranında da ultrasonik nozul ile yüksek stabilitede (%86) antioksidant içeren dondurma elde edilmiřtir. Antosiyanin içeriđi en yüksek dondurarak kurutulmuř mikrokapsül içeren dondurmalarda bulunurken, antosiyanin tutunma oranı bütün dondurmalar arasında %83.22 ile 97.83 arasında belirlenmiřtir.

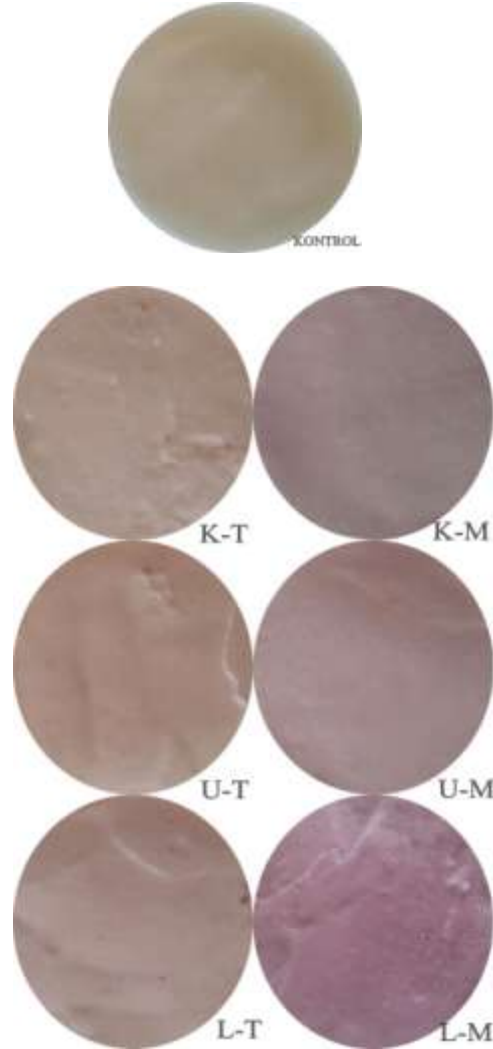
Dondurmaların renk deđerlerine bakarken kontrol örneđi ile karřılařtırma yapılmıřtır. Kontrol örneđi, içerisine toz veya mikrokapsül katılmadan elde edilmiř olup $L^* = 88.14$, $a^* = 0.06$ ve $b^* = 8.40$ olarak belirlenmiřtir. Dondurmalar içerisine toz ve mikrokapsül katılması ile L deđeri azalmıř yani koyulařmıřtır ve en düşük 63.17 deđerine ulařmıřtır. Aynı zamanda kırmızılık deđeri artarak (a^*) en yüksek 6.21 deđerine dondurarak kurutulmuř mikrokapsül içeren dondurmalarda görölmüřtür. Ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller klasik nozula göre daha çok kırmızılık deđeri içermektedir. Bu durum içerdiđi antosiyanin miktarı ile iliřkilidir. Dondurmaların fotođrafları Őekil 37'de gösterilmektedir.

Tablo 36 . Mavi yemiş toz ve mikrokapsül katılan dondurmaların renk parametreleri*

Dondurma çeşidi	L*	a*	b*	C*	H*
Kontrol	88.14± 0.19 ^a	0.06± 0.01 ^d	8.40± 0.07 ^a	8.40± 0.07 ^b	89.54± 0.11 ^a
K-T	79.24±0.10 ^b	2.34±0.05 ^b	4.80±0.07 ^c	5.35±0.08 ^d	64.01±0.15 ^c
K-M	75.29±0.28 ^c	2.35±0.03 ^b	0.19±0.02 ^e	2.35±0.03 ^f	4.62±0.70 ^e
U-T	79.50±0.06 ^b	1.95±0.02 ^c	5.43±0.07 ^b	5.77±0.06 ^c	70.24±0.21 ^b
U-M	75.82±0.17 ^c	1.98±0.02 ^c	-0.86±0.09 ^f	2.16±0.01 ^f	-23.62±2.59 ^f
L-T	75.65±0.44 ^c	2.37±0.10 ^b	2.34±0.01 ^d	3.33±0.08 ^e	44.61±1.03 ^d
L-M	63.17± 0.35 ^d	6.21± 0.15 ^a	-6.58±0.12 ^g	9.05±0.19 ^a	-46.69±0.18 ^g

*a-e: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül



Şekil 37. Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülü ilaveli dondurmaların görünüşleri (K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül)

Tablo 37. Mavi yemiş toz ve mikrokapsül ilave edilen dondurmaların fizikokimyasal analiz sonuçları*

Dondurma çeşidi	Toplam Fenol (mg GAE/100g)	Antioksidan aktivite (µmol /100g)	Antosiyanin içeriği (mg /100g)	%Toplam fenol tutma oranı	%Antioksidant aktivite tutma oranı	%Antosiyanin tutma oranı
K-T	689.83±6.16 ^f	6802.71±54.7 ^e	1495.8±8.49 ^f	89.75±0.80 ^b	60.53±0.05 ^d	84.42±0.47 ^d
K-M	1051.6±15.5 ^d	14708.1±35.6 ^b	4139.4±18.8 ^c	96.50±1.42 ^a	82.99±0.20 ^b	83.22±0.37 ^d
U-T	892.77±4.93 ^e	8336.34±71.2 ^d	1703.9±11.8 ^e	98.42±0.54 ^a	60.82±0.51 ^d	88.38±0.09 ^c
U-M	1456.7±6.74 ^b	18587.8±31.6 ^a	4748.9±32.5 ^b	95.98±4.44 ^a	86.66±0.02 ^a	92.17±0.63 ^b
L-T	1301.0±1.98 ^c	13065.5±37.5 ^c	2079.9±25.8 ^d	94.18±0.14 ^{ab}	70.96±2.03 ^c	91.66±1.13 ^b
L-M	1599.7±40.2 ^a	18473.5±48.1 ^a	5941.3±38.7 ^a	96.18±2.42 ^a	87.11±0.22 ^a	97.83±0.06 ^a

*a-e: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

Tablo 38. Mavi yemiş toz ve mikrokapsül ilave edilen keklerin fizikokimyasal analiz sonuçları*

Kek çeşidi	Toplam Fenol (mg GAE/100g)	Antioksidan aktivite (µmol /100g)	Antosiyanin içeriği (mg /100g)	%Toplam fenol tutma oranı	%Antioksidant aktivite tutma oranı	%Antosiyanin tutma oranı
K-T	191.97±2.09 ^f	2118.22±46.54 ^e	1065.26±37.09 ^d	24.97±0.27 ^f	18.84±4.14 ^b	60.12±2.09 ^d
K-M	216.60±2.74 ^e	3135.53±38.47 ^{bc}	3527.96±17.39 ^b	32.45±0.02 ^d	17.69±0.02 ^b	70.93±3.49 ^b
U-T	447.87±3.83 ^d	2748.10±16.44 ^{cd}	1359.46±30.85 ^c	30.73±0.96 ^e	20.05±0.11 ^b	70.51±1.60 ^b
U-M	549.50±7.9 ^c	3422.53±13.69 ^b	4088.23±6.97 ^a	36.20±0.01 ^c	15.95±0.06 ^{bc}	79.35±0.13 ^a
L-T	596.75±3.42 ^b	2225.58±24.64 ^{de}	1441.93±28.30 ^c	43.19±0.24 ^b	12.08±0.13 ^c	63.54±1.24 ^{cd}
L-M	1088.81±5.41 ^a	5424.64±52.58 ^a	4012.98±78.97 ^a	65.46±0.32 ^a	25.57±0.24 ^a	66.08±1.30 ^{bc}

*a-e: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

Duyusal analizlerin sonucu, panelistler tarafından verilen puanların ortalamasını göstermektedir (Tablo 39). Panelistler duysal özellikler hakkında bilgilendirilerek 5 skalada değerlendirme yapmaları istenmiştir. Tablo 39'dan da anlaşılacağı üzere, dondurma içerisine ilave edilen toz veya mikrokapsüllerin aroma üzerine önemli bir etkisi olmamıştır ($p>0.05$). İlave edilen toz/mikrokapsüller az miktarda olduklarından etkisi olmamış olabilir. Buna benzer sonuçları Luca vd. (2014) çilek fenoliklerinin mikrokapsüle edilip kek içerisine katılması sonucu elde etmişlerdir. Renk puanlamasında en çok dondurarak kurutulan mikrokapsüllerin olduğu dondurma örnekleri beğenilirken, diğerlerinin renginin daha açık olmasından kaynaklı olarak renk beğenisi düşmüştür. Ancak ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller arasında önemli bir farklılık bulunmamıştır ($p>0.05$). Ayrıca kabul edilebilirlik açısından yöntemler arasında bir fark bulunmamıştır ($p>0.05$). Nar ekstraktı mikrokapsüllerinin dondurma içerisinde değerlendirilmesi çalışmasında (Çam vd., 2014), farklı oranlarda (%0.1 ve %1) katılan mikrokapsüllerin kontrole göre sevilme değerleri arasında bir fark bulunmamıştır ($p>0.05$).

Tablo 39. Mavi yemiş toz ve mikrokapsül içeren dondurmaların duysal analiz sonuçları *

Dondurma çeşidi	Puanlama		
	Aroma	Renk	Kabul edilebilirlik
Kontrol	4.47 ± 0.74 ^a	4.53 ± 0.92 ^b	4.47 ± 0.92 ^b
K-T	4.11 ± 0.66 ^a	3.13 ± 1.13 ^{ab}	3.60 ± 0.74 ^{ab}
K-M	4.13 ± 0.74 ^a	3.80 ± 0.78 ^{bc}	3.87 ± 0.84 ^{ab}
U-T	3.73 ± 1.16 ^a	3.13 ± 0.99 ^{ab}	3.47 ± 1.18 ^{ab}
U-M	4.13 ± 0.99 ^a	3.80 ± 0.86 ^{bc}	4.07 ± 0.88 ^{ab}
L-T	3.87 ± 1.18 ^a	2.67 ± 1.24 ^a	3.33 ± 1.24 ^a
L-M	3.80 ± 1.32 ^a	4.60 ± 0.74 ^b	4.07 ± 1.03 ^{ab}

*a-c: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p>0.05$). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

4.7.2 Mavi yemiř toz ve mikrokapsüllerin kek üzerine etkisi

Mavi yemiř toz ve mikrokapsül ilave edilen keklerin fizikokimyasal özelliklerine bakılırken, kek içerisindeki toplam fenol, antioksidant aktivite ve antosiyanin içeriđi belirlenmiř aynı zamanda piřirme stabilitesinin belirlenmesi için üründe elde edilen sonuçların bařlangıçta toz ve mikrokapsüllerin içerdiđi deđerlere oranlanarak %tutunma oranı belirlenmiřtir (Tablo 38). Genel olarak piřirme sırasında fenolik içerikte önemli bir azalma olmuř ancak enkapsülasyon iřlemi fenolik tutma oranına ve aktivitesine önemli derecede ($p < 0.05$) etki etmiřtir. Bu durum enkapsülasyon iřleminde fenolik bileřenlerin kaplanarak termal parçalanmaya karřı ayrıca koruyucu bariyer oluřturmasından kaynaklanması ile açıklanabilir. Benzer bulgulara kek içerisinde katılan kiraz fenolik mikrokapsülleri (Luca vd., 2014) ile ve makarna içerisinde katılan Garcinia Cowa ekstrakt mikrokapsüllerinde (Pillai vd., 2012) rastlanmıřtır. Bu çalıřmalarda kapsüle edilemeyen bileřenlerin mikrokapsüllere göre daha düşük stabiliteye sahip olduđu belirlenmiřtir.

Toplam fenol deđerlerinde bütün kekler arasında istatistiksel bir farklılık bulunmuřtur ($p < 0.05$), ayrıca toplam fenol üzerinden piřirme stabilitesine bakıldıđında benzer sonuçlar elde edilmiřtir. En yüksek stabiliteye dondurarak kurutulan mikrokapsüller sahipken (%65.46), en düşük stabiliteye klasik nozul tozlarında (%24.97) belirlenmiřtir. Antioksidant aktivite ve antioksidant aktivite üzerinden piřirme stabilitesi de toplam fenol sonuçlarına benzer olarak dondurarak kurutulan mikrokapsüller diđerlerinden daha yüksek bulunmuř, klasik nozul ve ultrasonik nozul arasında bir farklılık bulunmamıřtır ($p > 0.05$). Antosiyanin içeriđinde ise, dondurarak kurutulan ve ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsüller arasında önemli bir farklılık bulunmazken ($p < 0.05$), piřirme sonrasında ultrasonik nozul ile elde edilen keklerin antosiyanin tutma oranı daha yüksek bulunmuřtur.

Mavi yemiř toz ve mikrokapsül ilave edilen keklerin renk parametrelerine bakarken kontrol kek ile karřılařtırma yapılmıřtır (Tablo 39). Kontrol kek içerisinde herhangi toz ve mikrokapsül ilave edilemeden üretilmiř ve L^* (73.77), a^* (2.50) ve b^* (28.40) deđerlerine bakılmıřtır. En koyu renge, dondurarak kurutulan ve ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül içeren kekler sahip olmuřtur. Bu durumun daha yüksek antosiyanin içeriđine sahip olmalarından dolayı kek içerisinde renk deđiřimine neden olduđu řeklinde yorumlanabilir. Diđerleri ise kontrol keklerden önemli derecede farklı olmalarına rađmen ($p < 0.05$) daha açık renkte kalmıřlardır. Keklerin fotođrafları řekil 40'da gösterilmiřtir.

Tablo 39. Mavi temiz toz ve mikrokapsül katılan keklerin renk parametreleri*

Kek çeşidi	L*	a*	b*	C*	H*
Kontrol	73.77±0.43 ^a	2.50±0.09 ^c	28.40±0.13 ^a	28.47±0.15 ^a	84.96±0.19 ^a
K-T	65.71±0.26 ^c	3.06±0.10 ^{ab}	20.54±0.23 ^c	20.77±0.22 ^c	81.50±0.32 ^c
K-M	60.54±0.15 ^e	2.58±0.15 ^c	16.55±0.13 ^d	16.74±0.15 ^e	81.13±0.44 ^c
U-T	67.41±0.45 ^b	2.66±0.28 ^{bc}	22.33±0.05 ^b	22.51±0.05 ^b	83.19±0.72 ^b
U-M	58.71±0.27 ^f	1.96±0.11 ^d	16.36±0.11 ^d	16.48±0.09 ^e	83.16±0.43 ^b
L-T	62.22±0.94 ^d	3.35±0.13 ^a	20.13±0.36 ^c	20.24±0.09 ^d	80.53±0.24 ^c
L-M	45.61±0.03 ^g	3.02±0.10 ^{ab}	9.046±0.18 ^e	9.536±0.21 ^f	71.52±0.26 ^d

*^{a-e}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

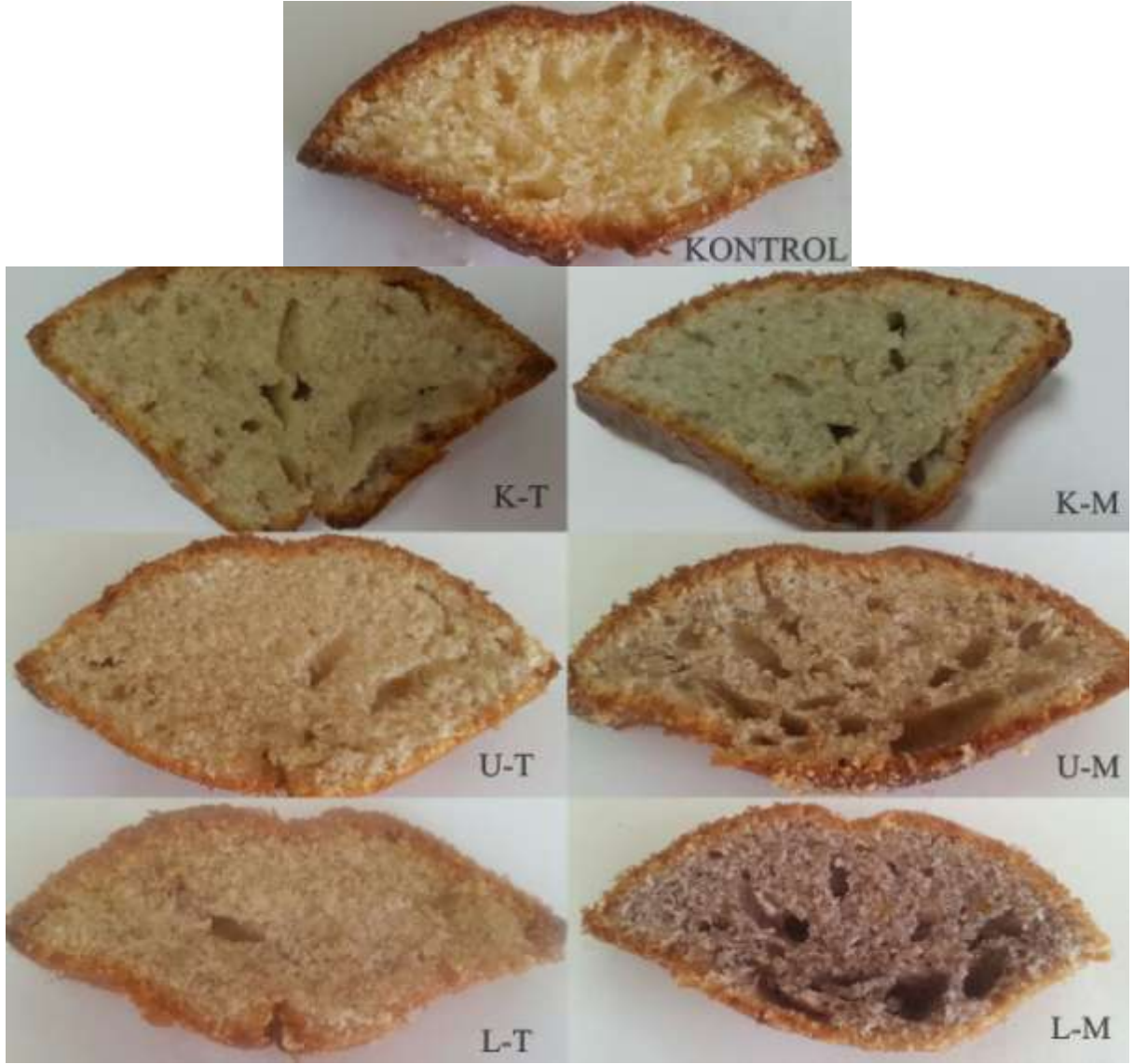
Farklı tekniklerle elde edilmiş fenolik tozların ve kapsüllrerin keklerle ilavesi sertlik, sakızlık ve çiğnenebilirlik gibi tekstür parametrelerini önemli derecede (p>0.05) etkilenmemiştir (Tablo 40). Buna temel sebep olarak keke ilave edilen fenolik bileşen miktarının (% 2 toz;kapsül /hamur g/g) oldukça düşük olmasıdır. Benzer sonuçlara Luca vd. (2014) mikrokapsül ilave edilen kek özelliklerinde bulmuşlardır.

Tablo 40. Farklı yöntemlerle toz ve mikrokapsül ilaveli keklerin tekstürel özellikleri*

Kek çeşidi	Tekstür parametreleri		
	Sertlik	Sakızlık	Çiğnenebilirlik
Kontrol	2,09 ± 0,50 ^{ab}	0,97 ± 0,24 ^{ab}	1,56 ± 0,41 ^{ab}
K-T	3,06 ± 0,51 ^{ab}	1,86 ± 0,27 ^b	1,75 ± 0,27 ^a
K-M	3,56 ± 0,33 ^{ab}	2,08 ± 0,24 ^b	1,97 ± 0,23 ^a
U-T	3,29 ± 0,95 ^a	1,57 ± 0,42 ^a	2,56 ± 0,66 ^a
U-M	3,80 ± 0,43 ^{ab}	1,61 ± 0,16 ^{ab}	2,74 ± 0,33 ^{ab}
L-T	4,44 ± 0,44 ^b	2,07 ± 0,22 ^b	3,42 ± 0,39 ^b
L-M	4,65 ± 1,61 ^b	3,66 ± 1,25 ^b	3,40 ± 1,17 ^b

*^{a-b}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur (p>0.05). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül



Şekil 38. Mavi yemiş tozu ve mikrokapsülü ilaveli keklerin görünüşleri (K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül)

Keklerin duyuşal analizlerinin yapılmasını ana sebebi farklı tekniklerle üretilmiş fenolik toz ve kapsüllerin ilave edilmesiyle keklerin tüketici tarafından beğenirliğini belirlemektir. Panelistler duyuşal özellikler hakkında bilgilendirilerek 5 skalada değerlendirilmeleri istenmiştir. Duyuşal analizlerin sonucu, panelistler tarafından verilen puanların ortalamasını göstermektedir (Tablo 41). Tablo 41’de görüldüğü üzere fenolik toz ve kapsüllerin ilavesi, keklerin tat, tekstür ve kabul edilebilirlik özellikleri önemli derecede fark oluşturmamıştır. Tekstür kısmında da açıklandığı üzere keklere az miktarda fenolik madde ilavesi keklerin duyuşal özellikleri üzerinde önemli değişimlere sebep olmamıştır. Önemli derecede ($p > 0.05$) tek fark renk özelliğinde görülmüştür. Enkapsüle fenolik toz içeren keklerin hafif mor rengi panelistler tarafından beğenilmiş, bu sebeple kontrol örneği daha düşük puan almıştır. Sonuç olarak, enkapsüle edilmiş veya edilmemiş fenolik tozların keklere ilave edilmesi keklerin duyuşal özelliklerini olumsuz şekilde etkilememiştir. Aksine keklerin rengini geliştirmiştir.

Tablo 41. Mavi yemiş toz ve mikrokapsül içeren kek örneklerinin duyuşal analiz sonuçları *

Kek çeşidi	Puanlama			
	Tat	Renk	Tekstür	Kabuledilebilirlik
Kontrol	3,46±1,03 ^a	2,85±0,97 ^{ab}	3,50±0,95 ^a	3,23±1,03 ^a
K-T	3,78 ±1,21 ^a	3,39 ±1,31 ^{bc}	3,85 ± 1,34 ^{ab}	4,02 ± 0,91 ^{ab}
K-M	3,89 ± 0,98 ^a	4,03± 0,61 ^d	4,09 ±0,78 ^{ab}	3,83 ± 1,30 ^b
U-T	3,39±0,94 ^a	3,15±0,93 ^{abc}	3,50±0,95 ^a	3,15±0,97 ^a
U-M	3,69±0,84 ^a	3,85±0,73 ^{cd}	3,85±0,93 ^{ab}	3,85±0,78 ^{ab}
L-T	4 ±0,75 ^a	4,42±0,58 ^d	4,31±0,62 ^b	4,04±0,78 ^b
L-M	3,23±0,95 ^a	2,58±1,39 ^a	3,54±0,71 ^a	3,49±0,97 ^a

*^{a-b}: Sütun içinde aynı harfle işaretli olanlar arasında istatistik önemde fark yoktur ($p > 0.05$). n=3.

K-T=Klasik nozul ile elde edilen toz; K-M= Klasik nozul ile elde edilen mikrokapsül; U-T= Ultrasonik nozul ile elde edilen toz; U-M= Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsül; L-T= Liyofilizatör ile elde edilen toz; L-M= Liyofilizatör ile elde edilen mikrokapsül

5. SONUÇ

Bu proje ile mavi yemiř tozu ve mikrokapsülü ilk defa ultrasonik nozul ile üretilmiş olup, püskürtmeli kurutucuda ultrasonik nozul ile kurutucu şartları optimize edilmiştir. Optimum noktada elde edilen toz ve mikrokapsüller, klasik nozul ile karşılaştırılmıştır. Ayrıca dondurarak kurutma gibi ısı olmayan bir kurutma işlemi ile avantaj ve dezavantajları ortaya konulmuştur. Ultrasonik nozul ile üretilen toz ve mikrokapsüller klasik nozul'a göre daha yüksek antioksidant aktivite, toplam fenol içeriğine ve antosiyanin içeriğine sahip bulunurken, renk parametrelerinde kırmızılık (a^*) değeri daha yüksek çıkmıştır. Klasik nozul ile çalışırken belirli bir basınç uygulandığından toz ve mikrokapsüller zarar görmekte buna karşın ultrasonik nozulda sadece ultrasonik ses dalgaları ile titreşim sağlanarak çalışıldığından biyoaktif bileşenler daha az kayıpla elde edilebilmektedir. Ultrasonik nozul'un klasik nozul ve dondurarak kurutma yöntemlerine göre partikül boyut dağılımı daha homojen olmakla beraber, toz ve mikrokapsüllerin dış yüzeyleri daha düzgün ve yuvarlak şekillerde üretilmektedir.

Gıda model sistemleri (dondurma ve kek) içerisine ilave edilen toz ve mikrokapsüller arasında klasik nozula göre ultrasonik nozul yeterli stabilite göstermiş ve mikrokapsülasyon işlemi ısı stabiliteyi arttırmıştır. İlave edilen toz ve mikrokapsüller az miktarda olduklarından aroma üzerine etki etmemiş, renk parametrelerinde önemli ($p<0.05$) bir değişikliğe neden olmuştur.

Öneriler;

- Bu çalışmada mavi yemiř toz ve mikrokapsülleri elde edilmiştir. Daha sonraki çalışmalarda farklı gıdalar ve bileşenleri ile çalışılarak ultrasonik nozul'un etkisi ortaya koyulabilir.
- Toz ve mikrokapsüller gıda model sistemlerinden dondurma ve kek gibi iki farklı ürüne ilave edilmiştir. Bunların dışında farklı üretim metotlarına sahip gıdalarda ilave edilerek fenolik bileşenlerin stabilitelerine bakılabilir.
- Ultrasonik nozul'un temel problemlerinden biri olan tıkanma problemini azaltıcı arařtırmalar yapılarak verimin artması sağlanabilir. Ayrıca meyvelerin kurutma sırasında yapışmasını azaltmak için farklı kaplayıcı madde dışında farklı çözüm yöntemleri arařtırmasına da gidilebilir.
- Fenolik bileşenlerin biyoyararlılığı konusunda ultrasonik nozul ile üretilen mikrokapsüllerin etkisi olup olmadığını belirlemek için *in vivo/in vitro* çalışmalar yapılabilir.

6. KAYNAKLAR

- Anonim. 2011. "http://www.siansonic.com", 27 Şubat 2011.
- Augustin, M.A., Hemar, Y. 2009. "Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients", *Chemical Society Reviews* 38(4), 902.
- Cai, Y.Z., Corke, H. 2000. "Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments", *Journal of Food Science* 65(7), 1248-1252.
- Caliskan, G., Nur Dirim, S. 2013. "The effects of the different drying conditions and the amounts of maltodextrin addition during spray drying of sumac extract", *Food and Bioproducts Processing*.
- Cemeroğlu, B., Özkan, M., Yemenicioğlu, A., Kırca, A., Yemiş, O. 2011, "Gıda Analizleri" (2. Baskı ed). Ankara: Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları.
- Çam, M., İçyer, N.C., Erdoğan, F. 2014. "Pomegranate peel phenolics: Microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development", *LWT - Food Science and Technology* 55(1), 117-123.
- Çelik, H. 2003. "Bazı Yüksek Çalı Yabanmersini Çeşitlerinin Rize'deki Performanslarının Saptanması Üzerine Araştırmalar- I", *Ulusal Kivi ve Üzümsü Meyveler Sempozyumu* 23-25 Ekim.
- Çelik, H. 2005. "Yaban Mersini (Lıkapa) yetiştiriciliği". Ankara: HASAD Yayınları, , 128.
- Çelik, H. 2006. "Karadeniz bölgesindeki asitli topraklar için mükemmel bir meyve Lıkapa (Yaban Mersini)", *Çiftçi Dünyası*, Of Ziraat Odası Yayın Organı, 2(2), 2-5.
- Çelik, H. 2008. "Yaban Mersini (Lıkapa) yetiştiriciliği". Artvin'de Yaban Mersini (Lıkapa) yetiştiriciliği eğitimi projesi, AÇÜ Orman Fakültesi Dekanlığı, Ders Notu, DOKAP LDI-172, Artvin, 103 s.
- Çelik, H. 2011. "Maviyemiş-Blueberry", İstanbul: Gifimey Mesleki Yayınlar Serisi 1., 8p.
- Dalmoro, A., Barba, A.A., Lamberti, G., d'Amore, M. 2012. "Intensifying the microencapsulation process: ultrasonic atomization as an innovative approach", *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics* 80(3), 471-477.
- de Souza, V.R., Pereira, P.A.P., da Silva, T.L.T., Lima, L.C.D., Pio, R., Queiroz, F. 2014. "Determination of the bioactive compounds, antioxidant activity and chemical composition of Brazilian blackberry, red raspberry, strawberry, blueberry and sweet cherry fruits", *Food Chemistry* 156, 362-368.
- Desai, K.G.H., Jin Park, H. 2005. "Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients", *Drying Technology* 23(7), 1361-1394.
- Ersus, S., Yurdagel, U. 2007. "Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier", *Journal of Food Engineering* 80(3), 805-812.

Estupinan, D.C., Schwartz, S.J., Garzon, G.A. 2011. "Antioxidant Activity, Total Phenolics Content, Anthocyanin, and Color Stability of Isotonic Model Beverages Colored with Andes Berry (*Rubus glaucus* Benth) Anthocyanin Powder", *Journal of Food Science* 76(1), S26-S34.

Fang, Z., Bhandari, B. 2010. "Encapsulation of polyphenols – a review", *Trends in Food Science & Technology* 21(10), 510-523.

Ferrari, C.C., Germer, S.P.M., Alvim, I.D., de Aguirre, J.M. 2013. "Storage Stability of Spray-Dried Blackberry Powder Produced with Maltodextrin or Gum Arabic", *Drying Technology* 31(4), 470-478.

Flores, F.P., Singh, R.K., Kerr, W.L., Pegg, R.B., Kong, F. 2014. "Total phenolics content and antioxidant capacities of microencapsulated blueberry anthocyanins during in vitro digestion", *Food Chemistry* 153, 272-278.

Freitas, S., Merkle, H.P., Gander, B. 2004. "Ultrasonic atomisation into reduced pressure atmosphere - envisaging aseptic spray-drying for microencapsulation", *Journal of Controlled Release* 95(2), 185-195.

Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R. 2007. "Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview", *Food Research International* 40(9), 1107-1121.

Goula, A.M., Adamopoulos, K.G. 2010. " A new technique for spray drying orange juice concentrate Innovative ", *Food Science and Emerging Technologies* 11, 342–351

Hogan, S.A., McNamee, B.F., O'Riordan, E.D., O'Sullivan, M. 2001. "Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends", *International Dairy Journal* 11(3), 137-144.

Horuz, E., Altan, A., Medeni, M. 2012. "Spray Drying and Process Optimization of Unclarified Pomegranate (*Punica granatum*) Juice", *Drying Technology* 30, 787-798.

Jafari, S.M., He, Y., Bhandari, B. 2007. "Encapsulation of Nanoparticles of d-Limonene by Spray Drying: Role of Emulsifiers and Emulsifying Techniques", *Drying Technology* 25(6), 1069-1079.

Jiang, Y. "2009", Micro- and nano- encapsulation and controlled-release of phenolic compounds and other food ingredients, in: Huang, Q. (Ed.). New Jersey: The State University of New Jersey.

Jiménez-Aguilar, D.M., Ortega-Regules, A.E., Lozada-Ramírez, J.D., Pérez-Pérez, M.C.I., Vernon-Carter, E.J., Welti-Chanes, J. 2011. "Color and chemical stability of spray-dried blueberry extract using mesquite gum as wall material", *Journal of Food Composition and Analysis* 24(6), 889-894.

- Jin, Z.F., Wang, Q.Y., Wan, Z.P. 2014. "Recovering low-rank matrices from corrupted observations via the linear conjugate gradient algorithm", *Journal of Computational and Applied Mathematics* 256, 114-120.
- Kalt, W., Forney, C.F., Martin, A., Prior, R.L. 1999. "Antioxidant Capacity, Vitamin C, Phenolics, and Anthocyanins after Fresh Storage of Small Fruits", *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 47(11), 4638-4644.
- Kaya, S., Tekin, A.R. 2001. "The effect of salep content on the rheological characteristics of a typical ice-cream mix", *Journal of Food Engineering* 47(1), 59-62.
- Klaypradit, W., Huang, Y. 2008. "Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer", *LWT - Food Science and Technology* 41(6), 1133-1139.
- Koca, I., Ustun, N.S., Koca, A.F., Karadeniz, B. 2008. "Chemical composition, antioxidant activity and anthocyanin profiles of purple mulberry (*Morus rubra*) fruits", *Journal of Food, Agriculture & Environment* 6(2), 39-42.
- Koç, M., Yilmazer, M.S., Kaymak-Ertekin, F. 2010. "Use of Gelatin, Pullulan, Lactose and Sucrose as Coating Material for Microencapsulation of Fish Oil by Freeze Drying", *Akademik Gıda* 8 (4), 13-16.
- Kolanowski, W., Ziolkowski, M., Weissbrodt, J., Kunz, B., Laufenberg, G. 2006. "Microencapsulation of fish oil by spray drying-impact on oxidative stability. Part 1", *European Food Research and Technology* 222(3-4), 336-342.
- Kuş, S., Altan, A., Kaya, A. 2005. "Rheological Behavior And Time-Dependent Characterization Of Ice Cream Mix With Different Salep Content", *Journal of Texture Studies* 36(3), 273-288.
- Lee, J., Wrolstad, R.E. 2004. "Extraction of Anthocyanins and Polyphenolics from Blueberry Processing Waste", *Journal of Food Science* 69(7), 564-573.
- Lee, S.J., Rosenberg, M. 2000. "Microencapsulation of theophylline in whey proteins: effects of core-to-wall ratio", *International Journal of Pharmaceutics* 205(1-2), 147-158.
- Legako, J., Dunford, N.T. 2010. "Effect of Spray Nozzle Design on Fish Oil-Whey Protein Microcapsule Properties", *Journal of Food Science* 75(6), 394-400.
- Luca, A., Cilek, B., Hasirci, V., Sahin, S., Sumnu, G. 2014. "Storage and Baking Stability of Encapsulated Sour Cherry Phenolic Compounds Prepared from Micro- and Nano-Suspensions", *Food and Bioprocess Technology* 7(1), 204-211.
- Ma, K.L.M., Dolan, K.D. 2011. "Effects of Spray Drying on Antioxidant Capacity and Anthocyanidin Content of Blueberry By-Products", *Journal of Food Science* 76(7), H156-H164.
- McGuire, S.O., Feinstein, D.L., Gavrilyuk, V., Hejna, M.J. 2008. "Alterations in inflammatory markers following treatment with blueberry powder", *Journal of Neurochemistry* 104, 55-56.

- Nayak, C.A., Rastogi, N.K. 2010. "Effect of Selected Additives on Microencapsulation of Anthocyanin by Spray Drying", *Drying Technology* 28(12), 1396-1404.
- Paramera, E.I., Konteles, S.J., Karathanos, V.T. 2011. "Stability and release properties of curcumin encapsulated in *Saccharomyces cerevisiae*, β -cyclodextrin and modified starch", *Food Chemistry* 125(3), 913-922.
- Pehlivan, M., Güler, M. 2004. "Ahududu ve Böğürtlenlerin İnsan Sağlığı Açısından Önemi", *Bahçe* 33 (1-2), 51 – 57.
- Pillai, D.S., Prabhasankar, P., Jena, B.S., Anandharamakrishnan, C. 2012. "Microencapsulation of Garcinia Cowa Fruit Extract and Effect of Its Use on Pasta Process and Quality", *International Journal of Food Properties* 15(3), 590-604.
- Quek, S.Y., Chok, K.N., Swedlund, P. 2007. "The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders", *Chemical Engineering and Processing* 46, 386–392.
- Robert, P., Gorena, T., Romero, N., Sepulveda, E., Chavez, J., Saenz, C. 2010. "Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by spray drying", *International Journal of Food Science and Technology* 45(7), 1386-1394.
- Rudell, D.R., Fellman, J.K. 2005. "Preharvest application of methyl jasmonate to 'Fuji' apples enhances red coloration and affects fruit size, splitting, and bitter pit incidence.", *Hortscience* 40(6), 1760-1762.
- Saenz, C., Tapia, S., Chavez, J., Robert, P. 2009. "Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*)", *Food Chemistry* 114(2), 616-622.
- Silva, M.C., de Souza, V.B., Thomazini, M., da Silva, E.R., Smaniotto, T., de Carvalho, R.A., Genovese, M.I., Favaro-Trindade, C.S. 2014. "Use of the jaboticaba (*Myrciaria cauliflora*) depulping residue to produce a natural pigment powder with functional properties", *Lwt-Food Science and Technology* 55(1), 203-209.
- Smith, M.A.L., Marley, K.A., Seigler, D., Singletary, K.W., Meline, B. 2000. "Bioactive Properties of Wild Blueberry Fruits", *Journal of Food Science* 65(2), 352-356.
- Spigno, G., Donsì, F., Amendola, D., Sessa, M., Ferrari, G., De Faveri, D.M. 2013. "Nanoencapsulation systems to improve solubility and antioxidant efficiency of a grape marc extract into hazelnut paste", *Journal of Food Engineering* 114(2), 207-214.
- Tonon, R.V., Brabet, C., Hubinger, M.D. 2008. "Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying", *Journal of Food Engineering* 88(3), 411-418.
- Tonon, R.V., Brabet, C., Hubinger, M.D. 2010. "Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents", *Food Research International* 43(3), 907-914.

Velasco, J., Holgado, F., Dobarganes, C., Márquez-Ruiz, G. 2009. "Antioxidant Activity of Added Phenolic Compounds in Freeze-Dried Microencapsulated Sunflower Oil", *Journal of the American Oil Chemists' Society* 86(5), 445-452.

Vitaglione, P., Barone Lumaga, R., Ferracane, R., Radetsky, I., Mennella, I., Schettino, R., Koder, S., Shimoni, E., Fogliano, V. 2012. "Curcumin Bioavailability from Enriched Bread: The Effect of Microencapsulated Ingredients", *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 60(13), 3357-3366.

Yan, Q.L., Zeman, S., Jimenez, P.E.S., Zhao, F.Q., Perez-Maqueda, L.A., Malek, J. 2014. "The effect of polymer matrices on the thermal hazard properties of RDX-based PBXs by using model-free and combined kinetic analysis", *Journal of Hazardous Materials* 271, 185-195.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Doç. Dr. TALİP KAHYAOĞLU
Proje No:	112O828
Proje Başlığı:	Ultrasonik Nozul (Titreşim) Başlıklı Püskürtmeli Kurutma Tekniği ile Mavi Yemiş Tozu ve Mikrokapsülü Üretimi
Proje Türü:	Araştırma
Proje Süresi:	18
Araştırmacılar:	MUHAMMET DERVİŞOĞLU
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	YILDIZ TEKNİK Ü. KİMYA METALURJİ F. GIDA MÜHENDİSLİĞİ B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/04/2013 - 01/10/2014
Onaylanan Bütçe:	216110.0
Harcanan Bütçe:	186396.12
Öz:	<p>Bu projede gıda teknolojisinde yeni bir teknoloji olan ultrasonik (titreşimli) nozul kullanılarak meyve tozu ve mikrokapsülleri üretilmesi hedeflenmiştir. Aynı zamanda klasik nozul kullanılarak nozul farklılığının etkisi ortaya konulmuş ve dondurarak kurutma işlemi ile de karşılaştırma yapılmıştır. Meyve olarak Karadeniz bölgesinde yetişen fenolik içeriği yüksek, üzümülerden olan mavi yemiş (highbush blueberry, Vaccinium corymbosum L.) kullanılmıştır.</p> <p>Projenin ilk kısmında klasik nozul kullanılarak püskürtmeli kurutucuda kurutucu şartlarını etkileyen önemli faktörleri belirlemek için Plackett-Burman (PB) faktöriyel tasarımı kullanılmıştır. Kurutucu havanın giriş sıcaklığı, maltodekstrin-kaplayıcı konsantrasyonu faktöriyel tasarım sonucu önemli bağımsız değişkenler olarak belirlenmiş ve optimizasyonda bu değişkenler kullanılmıştır. Ultrasonik nozul için toz ve mikrokapsül üretimi için kurutma şartları optimize edilmiş, hava giriş sıcaklığı (125-165 C), ultrasonik nozul gücü (5-10 Watt) ve besleme hızı (%5-8) olarak 3 farklı bağımsız değişkenin etkisine bakılmıştır. Sonuçlar ultrasonik gücün artması ile daha yüksek fenolik içeriğine, antioksidant aktivitesine ve antosiyanin içeriğine sahip toz ve mikrokapsül elde edildiğini göstermiştir.</p> <p>Projenin ikinci kısmında ise, püskürtmeli kurutucuda optimum noktada elde edilen toz ve mikrokapsüller (klasik nozul ve ultrasonik nozul) ile dondurarak kurutulan toz ve mikrokapsüllerin özellikleri karşılaştırılmıştır. Ultrasonik nozul ile elde edilen mikrokapsüllerin toplam fenol içeriği ve antioksidant aktivite açısından dondurarak kurutmadan farklı bulunmazken , klasik nozula göre daha yüksek değerlere sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca ultrasonik nozul ile en küçük partikül boyutuna sahip mikrokapsüller elde edilmiş ve diğer yöntemlere göre daha homojen partikül boyut dağılımına sahip olduğu bulunmuştur. Toz ve mikrokapsüllerin morfolojik özellikleri incelendiğinde ultrasonik nozul ile daha düzgün, yuvarlak şekillerde partiküller elde edildiği görülmüştür. Projenin son kısmında ise, toz ve mikrokapsüller gıda model sistemleri (dondurma ve kek) içerisine ilave edilerek özellikleri incelenmiştir. Ultrasonik nozul ile elde edilen toz ve mikrokapsüller dondurma içerisinde yüksek stabiliteye sahip bulunmuş, kek içerisinde ise ısıtma işlemi etkisi ile tozların daha düşük stabiliteye sahip olduğu belirlenmiştir.</p> <p>Yapılan bu çalışma sonucunda ultrasonik nozulun klasik nozula göre üstünlükleri olduğu ve meyvenin içerisindeki biyoaktif bileşenleri daha fazla koruyarak kurutma ve mikroenkapsüle etme işlemini sağladığı görülmüştür.</p>
Anahtar Kelimeler:	Ultrasonik Nozul; Mavi yemiş; Meyve tozu; Mikroenkapsülasyon; Püskürtmeli kurutma.
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Influence of spray drying conditions on the functional properties of blueberry powder Tatar, Feyza; Tunç, Merve Tuğçe; Cengiz, Alime; Dervisoglu, Muhammed; Kahyaoglu, Talip (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum),