

T.C.
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**BALIK YAĞININ EMÜLSİYON VE ENKAPSÜLASYON TEKNİKLERİ İLE
İŞLENMESİ VE MUHAFAZASI ÜZERİNE ARAŞTIRMALAR**

DOKTORA TEZİ

Gülistan OKUTAN
Danışman: Prof. Dr. Gökhan BORAN
İkinci Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Ümran CANSU

VAN – 2024

T.C.
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**BALIK YAĞININ EMÜLSİYON VE ENKAPSÜLASYON TEKNİKLERİ İLE
İŞLENMESİ VE MUHAFAZASI ÜZERİNE ARAŞTIRMALAR**

DOKTORA TEZİ

Gülistan OKUTAN

Tez Savunma Sınavı Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Gökhan BORAN (Başkan)

Doç. Dr. Raciye MERAL (Üye)

Doç. Dr. Yüksel AKINAY (Üye)

Doç. Dr. Zafer CEYLAN (Üye)

Doç. Dr. Mubin KOYUNCU (Üye)

Bu çalışma Van YYÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından
FDK-2022-10247 No'lu proje ile desteklenmiştir.

VAN – 2024

KABUL VE ONAY SAYFASI

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Prof. Dr. Gökhan BORAN danışmanlığında, Gülistan OKUTAN tarafından sunulan “Balık Yağının Emülsiyon ve Enkapsülasyon Teknikleri ile İşlenmesi ve Muhafazası Üzerine Araştırmalar” başlıklı bu çalışma Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili hükümleri gereğince /..... /..... tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile başarılı bulunmuş ve doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Gökhan BORAN

İmza:

Üye: Doç. Dr. Raciye MERAL

İmza:

Üye: Doç. Dr. Yüksel AKINAY

İmza:

Üye: Doç. Dr. Zafer CEYLAN

İmza:

Üye: Doç. Dr. Mubin KOYUNCU

İmza:

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun /.... /..... tarih ve sayılı kararı ile onaylanmıştır.

İmza

Prof. Dr. Harun AKKUŞ
Enstitü Müdürü

ETİK BEYAN

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

İmza

Gülistan OKUTAN



ÖZET

BALIK YAĞININ EMÜLSİYON VE ENKAPSÜLASYON TEKNİKLERİ İLE İŞLENMESİ VE MUHAFAZASI ÜZERİNE ARAŞTIRMALAR

OKUTAN, Gülistan

Doktora Tezi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Gökhan BORAN

İkinci Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Ümran CANSU

Eylül 2024, 120 sayfa

Bu çalışma üç ana bölümden oluşmaktadır. İlk bölümde; hangi emülsiyon yöntemi ile daha dayanıklı ve yüksek verimli balık yağı emülsiyonu üretilebileceği araştırılmıştır. Bu amaçla; tek adımlı, iki adımlı ve membran emülsiyon yöntemleri olmak üzere üç farklı yöntem kullanılarak Zeytinyağından çoklu emülsiyon üretilmiş ve elde edilen emülsiyonlar damlacık boyutu ve zeta potansiyeli bakımından karşılaştırılmıştır. Tek adımlı ve membran emülsiyon yöntemlerinde benzer damlacık boyutu ve zeta potansiyeli değerlerine ulaşıldığı halde tek adımlı emülsiyon yönteminin daha kolay ve kullanışlı olması nedeniyle emülsiyon koşullarının optimizasyonu bu yönetime göre yapılmıştır. Optimizasyon çalışması sonucunda belirlenen optimum koşullarda balık yağı ve Zeytinyağı emülsiyonu üretilmiş ve bu emülsiyonların pH, asitlik, iletkenlik, viskozite, renk, zeta potansiyeli, damlacık boyutu, polidispersidite indeksi, kremalaşma indeksi, emülsiyon verimi, in-vitro sindirim, FTIR ve mikroskobik görüntü analizleri gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ikinci bölümünde, balık yağı emülsiyonlarının hangi duvar materyali ve kurutma yöntemi ile daha etkin bir şekilde kaplanabileceği araştırılmıştır. Bu bölümde, optimum koşullarda üretilen çoklu emülsiyon; jelatin, peyniraltı suyu (Pas) proteini ve soya proteini kullanılarak hem püskürterek hem de dondurarak kurutma yöntemleri ile enkapsüle edilmiştir. Püskürterek ve dondurarak kurutma yöntemleri, enkapsülasyon verimi ve enkapsülasyon etkinliği analizleri ile karşılaştırılmış ve dondurarak kurutma yönteminin daha başarılı sonuçlar verdiği tespit edilmiştir. Daha sonra, dondurarak kurutma yönteminin temel alındığı ve üç farklı proteinin kaplama materyali olarak kullanıldığı optimizasyon çalışması ile optimum enkapsülasyon koşulları belirlenmiştir. Optimum enkapsülasyon koşullarında üretilen balık yağı kapsülleri verim, etkinlik ve Hausner oranı sonuçlarına göre karşılaştırılmış ve Pas proteininin en iyi sonuçları verdiği tespit edilmiştir. Ayrıca, Pas proteini ile optimum koşullarda elde edilen Zeytinyağı ve balık yağı kapsülleri üretilip enkapsülasyon verimi ve etkinliği, yüzey yağı miktarı, ıslanabilirlik, çözünürlük, yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk, Hausner oranı, Carr indeksi, kuru madde miktarı, renk, in-vitro sindirim analizleri gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın son bölümünde, işlenmemiş balık yağı, balık yağı tekli emülsiyonu, balık yağı çoklu emülsiyonu ve Pas proteini ile üretilmiş balık yağı kapsülü iki farklı sıcaklıkta (25 ve 60°C) depolanarak balık yağının kalitesi izlenmiş ve bu amaçla serbest yağ asidi, peroksit değeri, tiyobarbütirik asit (TBA) miktarı, p-anisidin değeri, konjuge dien-trien analizleri gerçekleştirilmiştir.

Emülsiyon optimizasyonunda gerçekleştirilen 27 adet deneme sonucunda emülsiyonların damlacık boyutu 126-897 nm, polidispersidite indeksi ise 0.128-0.518 aralığında değişmiştir. Optimum koşullarda üretilen Zeytinyağı emülsiyonunun pH değeri 2.89 ± 0.01 , balık yağı emülsiyonunun ise 2.80 ± 0.01 'dir. Zeytinyağı ve balık yağı

emülsiyonlarının iletkenlik değeri sırasıyla 9.65 ± 0.05 ve 9.82 ± 0.11 mS/cm'dir. Viskozite değeri ise aynı örneklerde 2.50 ± 0.00 ve 3.75 ± 0.00 cP olarak bulunmuştur. Bu örneklerin zeta potansiyeli değeri sırasıyla -50.70 ± 1.70 ve -48.56 ± 1.06 mV, kremalaşma indeksi değeri ise 8.02 ± 0.66 ve 13.58 ± 0.54 olarak tespit edilmiştir.

Enkapsülasyon yönteminin seçimi için dondurarak kurutma ile 140, 160, 180°C'de püskürterek kurutma uygulanmış ve elde edilen kapsüller enkapsülasyon verimi ve enkapsülasyon etkinliği bakımından karşılaştırılmıştır. Püskürterek kurutma ile elde edilen jelatin kapsüllerinde sıcaklık arttıkça hem verim hem de etkinlik artış göstermiş ve en yüksek verim dondurarak kurutmada, en yüksek etkinlik ise 180°C'de püskürterek kurutma ile elde edilmiştir. Pas proteini kapsüllerinde ise püskürterek kurutmada sıcaklık arttıkça etkinlikte azalma görülmüş ve en yüksek verim-etkinlik sonuçları dondurarak kurutma yöntemi ile elde edilmiştir. Soya proteininde ise sıcaklık arttıkça verim değerleri pek değişmezken etkinlik düşüş göstermiştir. En yüksek verim-etkinlik sonuçları soya proteini ve dondurarak kurutma ile elde edilmiştir. Sonuç olarak dondurarak kurutma yöntemi seçilerek optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Üç farklı protein ile yapılan optimizasyon çalışmasında, en yüksek etkinlik, çözünürlük ve Hausner oranı değerleri Pas proteini kapsüllerinde elde edilmiştir. Pas proteini ile Zeytinyağı ve balık yağı emülsiyonları kullanılarak kapsüller elde edilip verim, yüzey yağı miktarı, etkinlik, ıslanabilirlik, çözünürlük, yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk, Hausner oranı, Carr indeksi, kuru madde, renk, in-vitro sindirim, TGA, DSC, FTIR analizleri gerçekleştirilmiştir. Zeytinyağı ve balık yağı kapsüllerinde etkinlik sırasıyla 98.61 ± 0.23 ve 98.22 ± 0.07 olarak bulunmuştur. Söz konusu yağ kapsüllerinde ıslanabilirlik 16.51 ± 0.37 ve 20.70 ± 0.41 s olarak tespit edilmiştir. Çözünürlük oranı ise aynı örneklerde 44.17 ± 0.43 ve 46.06 ± 0.58 olarak tespit edilmiştir. Her iki kapsülde de Hausner oranı 1.32, Carr indeksi 23.81 olarak bulunmuştur. Kapsüllerin kuru madde oranları yüksek bulunmuş, Zeytinyağı kapsülünün kuru madde miktarı 98.97 ± 0.11 , balık yağı kapsülünün ise 99.03 ± 0.05 olarak tespit edilmiştir. Kapsüllerin renk değerleri incelendiğinde balık yağı kapsülünün L*, a*, b* ve beyazlık indeksi değerlerinin Zeytinyağı kapsülüne göre daha yüksek olduğu görülmüştür.

Peroksit değeri 60°C'de depolanan balık yağı örneklerinde 48. saatte 26.13 meq O₂/kg yağ, tekli emülsiyon yöntemiyle emülsiye edilmiş balık yağı örneklerinde 22.17 meq O₂/kg yağ, çoklu emülsiyon yöntemiyle emülsiye edilmiş balık yağı örneklerinde 72. saatte 21.07 meq O₂/kg yağ seviyesine ulaşp ardından düşüş göstermiştir. Enkapsüle edilmiş balık yağı kapsülü ise sürekli artış göstermiş ve en yüksek 11.66 meq O₂/kg yağ seviyesine çıkmıştır. 25°C'deki depolamada ise peroksit değerleri sürekli olarak artış göstermiş ve en yüksek değerler balık yağında elde edilmiştir. Benzer durum konjuge dien sonuçlarında da gözlemlenmiştir. TBA değerlerinde ise tüm örneklerde artış görülmüştür. En yüksek artış 60°C'de sırasıyla balık yağında (22.26 MDA/kg yağ), tekli emülsiyon yöntemiyle emülsiye edilmiş balık yağı örneğinde (15.70 MDA/kg yağ), çoklu emülsiyon yöntemiyle emülsiye edilmiş balık yağı örneğinde (13.04 MDA/kg yağ) ve enkapsüle edilmiş balık yağı örneğinde (8.46 MDA/kg yağ) elde edilmiştir. Benzer durum p-anisidin ve konjuge trien analizlerinde de görülmüştür. Çalışma sonucunda enkapsülasyonun balık yağı kalitesinin korunması için anlamlı fark yarattığı ve bununla birlikte çoklu emülsiyonun tekli emülsiyona göre balık yağını daha iyi koruduğu tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Balık yağı, Çoklu emülsiyon, Dondurarak kurutma, Peyniraltı suyu proteini, Püskürterek kurutma

ABSTRACT

AN INVESTIGATION ON PROCESSING AND PRESERVATION OF FISH OIL USING EMULSION AND ENCAPSULATION TECHNIQUES

OKUTAN, Gülistan

Ph.D. Thesis, Department of Food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Gökhan BORAN

Second Supervisor: Asst. Prof. Dr. Ümran CANSU

September 2024, 120 pages

This study consists of three main sections. The first section investigated which emulsion method could produce a more durable and efficient fish oil emulsion. For this purpose, multiple emulsions were produced from olive oil using three different methods: single-step, two-step and membrane methods, and the resulting emulsions were compared in terms of droplet size and zeta potential. Although similar droplet size and zeta potential values were achieved both in single-step and membrane methods, single-step method was further studied for optimization of the emulsion conditions due to ease of application and convenience. Optimum emulsion conditions were determined and under these conditions, fish oil and olive oil emulsions were produced for evaluation according to pH, acidity, conductivity, viscosity, color, zeta potential, droplet size, polydispersity index, creaming index, emulsion yield, in-vitro digestion, FTIR and microscopic visuals. In the second section of the study, it was investigated which wall material and drying method could be used to coat fish oil emulsions effectively. For this purpose, multiple emulsions were produced under optimum conditions and these emulsions were encapsulated both by spray and freeze drying using gelatin, whey protein and soy protein as wall materials. Spray and freeze drying were compared in terms of encapsulation yield and encapsulation efficiency. It was determined that freeze drying was more successful in terms of yield and encapsulation efficiency. Then, an optimization study was carried out to determine optimum conditions for encapsulation based on freeze-drying separately for each protein used as wall material. Fish oil capsules produced under optimum encapsulation conditions were compared according to yield, efficiency and Hausner ratio, and whey protein gave the best results. In addition, olive and fish oil capsules were produced under optimum conditions with whey protein. After that; encapsulation yield and efficiency, amount of surface oil, wettability, solubility, bulk and compressed density, Hausner ratio, Carr index, amount of dry matter, color, in-vitro digestion analyses were carried out for a thorough evaluation of the capsules obtained. In the last section of the study, product quality and oxidation process were monitored by storing raw fish oil, single emulsion of fish oil, multiple emulsion of fish oil and encapsulated fish oil emulsions produced with whey protein at two different temperatures (25 and 60°C). During storage, free fatty acid content, peroxide value, thiobarbituric acid (TBA) amount, p-anisidine value, and conjugated diene-triene analyzes were carried out for a comparative evaluation of the emulsion and encapsulation processes for preservation of fish oil quality.

The total of 27 experimental run were carried out for optimization study of the emulsion process. The droplet size of the emulsions varied between 126-897 nm and the polydispersity index varied between 0.128-0.518. The pH value of olive oil emulsion produced under optimum conditions was 2.89 ± 0.01 , and that of fish oil emulsion was

2.80±0.01. The conductivity values of olive oil and fish oil emulsions were 9.65±0.05 and 9.82±0.11 mS/cm, respectively. The viscosity value was 2.50±0.00 and 3.75±0.00 cP in the same samples, respectively. The zeta potential values of these samples were determined as -50.70±1.70 and -48.56±1.06 mV, and the creaming index values were determined as 8.02±0.66% and 13.58±0.54, respectively.

For selection of the drying method for encapsulation, freeze drying and spray drying at three different temperatures, i.e. 140, 160, 180 °C, were studied. The capsules obtained were compared in terms of yield and encapsulation efficiency. In gelatin capsules obtained by spray drying, both yield and efficiency increased as the temperature of spray drying increased, but the highest yield was obtained by freeze drying and the highest efficiency was obtained by spray drying at 180°C. In whey protein capsules, a decrease in efficiency was observed as the temperature increased in spray drying, and the highest yield and efficiency results were obtained by freeze drying. In soy protein, the efficiency decreased while the yield values did not change much as the temperature increased. The highest yield and efficiency results were obtained with soy protein and freeze drying at the end. As a result, the optimization study was carried out based on freeze drying. In the optimization study conducted with three different proteins, the highest efficiency, solubility and Hausner ratio values were obtained in whey protein capsules. Then, capsules were obtained by using whey protein and olive and fish oil emulsions; and yield, surface oil amount, activity, wettability, solubility, bulk and compressed density, Hausner ratio, Carr index, dry matter, color, in-vitro digestion, TGA, DSC, FTIR analyzes were carried out. Encapsulation efficiency in olive and fish oil capsules was found to be 98.61±0.23% and 98.22±0.07%, respectively. Wettability of the oil capsules was 16.51±0.37 and 20.70±0.41 s. Solubility rate was 44.17±0.43 and 46.06±0.58% for the same samples. In both capsules, Hausner ratio was 1.32 and Carr index was 23.81. Dry matter content of the capsules was high and 98.97±0.11% for olive oil capsules and 99.03±0.05% for fish oil capsules. When the color values of the capsules were examined, it was seen that L*, a*, b* and whiteness index values of the fish oil capsules were higher compared to those of olive oil capsules.

Peroxide value was 26.13 meq O₂/kg oil at the 48th hour of storage in fish oil samples stored at 60°C, 22.17 meq O₂/kg oil in fish oil samples emulsified with single step method, and 21.07 meq O₂/kg oil at the 72nd hour in fish oil samples emulsified with multiple emulsion method and then decreased in the later stages of the storage. Peroxide value of fish oil capsules showed a steady increase and reached the highest level of 11.66 meq O₂/kg oil at 60°C and 96th hour of the storage. During storage at 25°C, peroxide values increased steadily and the highest values were obtained in raw fish oil. A similar situation was also observed in the conjugated diene results. An increase was observed in TBA values in all samples. The highest TBA value was 22.26 MDA/kg oil for raw fish oil, 15.70 MDA/kg oil for single step emulsion, 13.04 MDA/kg oil for multiple emulsion, and 8.46 MDA/kg oil for fish oil capsule. A similar situation was observed in p-anisidine and conjugated triene results. In conclusion, emulsion and encapsulation led to longer oxidative stability of fish oil quality and multiple emulsion protected fish oil better compared to single step emulsion.

Keywords: Freeze drying, Fish oil, Multiple emulsion, Spray drying, Whey protein

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarımda ilgi ve yardımını esirgemeyen tez danışmanım Prof. Dr. Gökhan BORAN'a teşekkür ederim. Laboratuvar imkanlarından yararlandığım ve çalışmalarımı bana yol gösteren ikinci danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Ümran CANSU'ya teşekkür ederim. Balık yağı profili analizinde yardımlarını gördüğüm Prof. Dr. İsa CAVİDOĞLU ve Prof. Dr. Yusuf TUNÇTÜRK'e teşekkür ederim. Çalışmalarımda bana yol gösteren ve bilgisini esirgemeyen TİK üyeleri Doç. Dr. Raciye MERAL, Doç. Dr. Yüksel AKINAY ve Doç. Dr. Zafer CEYLAN'a teşekkür ederim. Hayatım boyunca yanımda olan ve tez çalışmamda bana destek olan kız kardeşlerim Elif OKUTAN ve Nazdar OKUTAN'a sevgilerimi ve teşekkürlerimi sunarım. Son olarak, çalışmayı FDK-2022-10247 numaralı proje ile destekleyen Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığına teşekkür ederim.

2024

Gülistan OKUTAN



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vii
ÇİZELGELER LİSTESİ.....	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xv
1.GİRİŞ.....	1
1.1 Emülsiyonlar.....	1
1.2 Enkapsülasyon.....	3
1.3 Balık Yağı.....	6
2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ.....	7
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	11
3.1 Materyal.....	11
3.2 Yöntem.....	12
3.2.1 Emülsiyon ile İlgili Yöntemler.....	12
3.2.1.1 Emülsiyon Çalışması Deneme Planı.....	12
3.2.1.2 Emülsiyon Üretimi.....	13
3.2.1.3 Ringa Balığı Yağının Yağ Asidi Bileşimi.....	14
3.2.1.4 pH, İletkenlik ve Asitlik Değeri.....	14
3.2.1.5 Viskozite.....	14
3.2.1.6 Renk.....	15
3.2.1.7 Zeta Potansiyeli, Damlacık Boyutu ve Polidispersidite İndeksi.....	15
3.2.1.8 Kremalaşma İndeksi.....	16
3.2.1.9 Emülsiyon Verimi.....	16
3.2.1.10 In-vitro Sindirim Analizi.....	17
3.2.1.11 FTIR.....	18
3.2.1.12 Emülsiyon Morfolojisi.....	18
3.2.2 Enkapsülasyon ile İlgili Yöntemler.....	18
3.2.2.1 Kapsül Üretimi.....	18

3.2.2.2 Enkapsülasyon Çalışması Deneme Planı.....	19
3.2.2.3 Enkapsülasyon Verimi.....	21
3.2.2.4 Yüzey Yağı Miktarı.....	21
3.2.2.5 Enkapsülasyon Etkinliği.....	22
3.2.2.6 Protein Tayini.....	22
3.2.2.7 TGA ve DSC.....	23
3.2.2.8 Çözünürlük.....	23
3.2.2.9 Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk.....	23
3.2.2.10 Hausner Oranı ve Carr İndeksi.....	23
3.2.2.11 Islanabilirlik.....	24
3.2.2.12 Kuru madde.....	24
3.2.2.13 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	24
3.2.3 Depolama Çalışması.....	24
3.2.3.1 Yağın Ekstraksiyonu.....	25
3.2.3.2 SYA.....	26
3.2.3.3 PD.....	26
3.2.3.4 TBA.....	27
3.2.3.5 p-AD.....	27
3.2.3.6 Konjuge Dien-Trien.....	28
3.2.4 İstatistiksel Analizler.....	28
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	29
4.1 Emülsiyon ile İlgili Sonuçlar.....	29
4.1.1 Emülsiyon Üretim Sonuçları.....	29
4.1.2 Ringa Balığının Yağ Asidi Bileşimi.....	30
4.1.3 Emülsiyon Optimizasyonu.....	32
4.1.4 pH, İletkenlik ve Asitlik Değeri.....	35
4.1.5 Viskozite.....	36
4.1.6 Renk.....	36
4.1.7 Zeta Potansiyeli, Damlacık Boyutu ve Polidispersidite İndeksi.....	38
4.1.8 Kremalaşma İndeksi.....	40
4.1.9 ÇE Verimi.....	41
4.1.10 In-vitro Sindirim.....	42

4.1.11 FTIR.....	43
4.1.12 Emülsiyon Morfolojisi.....	44
4.2 Enkapsülasyon ile İlgili Sonuçlar.....	46
4.2.1 Kapsül Üretim Yöntemleri.....	46
4.2.2 Enkapsülasyon Optimizasyonu.....	60
4.2.3 Yüzey Yağı Miktarı.....	72
4.2.4 Enkapsülasyon Etkinliği.....	73
4.2.5 Islanabilirlik.....	74
4.2.6 Çözünürlük.....	75
4.2.7 Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk.....	75
4.2.8 Hausner Oranı ve Carr İndeksi.....	76
4.2.9 Kuru madde.....	77
4.2.10 Renk.....	78
4.2.11 İn-vitro Sindirim.....	78
4.3 Depolama Sonuçları.....	79
4.3.1 SYA.....	79
4.3.2 PD.....	82
4.3.3 TBA.....	85
4.3.4 p-AD.....	88
4.3.5 Konjuge Dien-Trien.....	91
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	97
5.1 Emülsiyonlar ile İlgili Sonuçlar.....	97
5.2 Enkapsülasyon ile İlgili Sonuçlar.....	98
5.3 Depolama ile İlgili Sonuçlar.....	99
KAYNAKLAR.....	101

ÇİZELGELER LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 3.1 Zeytinyağı ve BY'nın bazı özellikleri.....	11
Çizelge 4.1 Farklı yöntemlerle üretilen emülsiyonların sonuçları.....	30
Çizelge 4.2 Ringa balığı yağının yağ asidi kompozisyonu.....	31
Çizelge 4.3 Emülsiyon üretimi optimizasyon sonuçları.....	33
Çizelge 4.4 Optimum emülsiyon koşulları.....	34
Çizelge 4.5 Optimum koşullarda elde edilen tahmini ve deneysel veriler.....	34
Çizelge 4.6 ÇE'ların pH, asitlik ve iletkenlik değerleri.....	36
Çizelge 4.7 ÇE'ların vizkozite değerleri.....	36
Çizelge 4.8 ÇE'ların renk değerleri.....	37
Çizelge 4.9 ÇE'ların zeta potansiyeli, damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi.....	39
Çizelge 4.10 ÇE'ların kremalaşma indeksi	41
Çizelge 4.11 ÇE'ların verim sonuçları.....	41
Çizelge 4.12 ÇE'ların in-vitro sindirim sonuçları.....	43
Çizelge 4.13 Enkapsülasyon verim sonuçları.....	46
Çizelge 4.14 Enkapsülasyon etkinliği sonuçları.....	46
Çizelge 4.15 Kapsüllerin protein oranı sonuçları	47
Çizelge 4.16 Kapsüllerin L değeri.....	48
Çizelge 4.17 Kapsüllerin a* değeri.....	48
Çizelge 4.18 Kapsüllerin b* değeri	48
Çizelge 4.19 Kapsüllerin damlacık boyutu sonuçları.....	49
Çizelge 4.20 Jel kapsüllerinin optimizasyon verileri.....	61
Çizelge 4.21 Pas proteini kapsüllerinin optimizasyon verileri.....	62
Çizelge 4.22 Soya proteini kapsüllerinin optimizasyon verileri.....	63
Çizelge 4.23 Carr indeksi ve Hausner oranının toz akışkanlığı ile ilişkisi.....	64
Çizelge 4.24 Optimizasyon sonucunda elde edilen düzey ve değerler.....	64
Çizelge 4.25 Optimizasyon sonucu tahmini değerler.....	64
Çizelge 4.26 Optimum koşullarda elde edilen deneysel veriler.....	71
Çizelge 4.27 Optimum koşullarda üretilen kapsüllerin damlacık boyutu sonuçları.....	71
Çizelge 4.28 Kapsüllerin yüzey yağı miktarı sonuçları.....	73

Çizelge 4.29 Kapsüllerin enkapsülasyon etkinliği sonuçları.....	74
Çizelge 4.30 Kapsüllerin ıslanabilirlik değeri sonuçları.....	74
Çizelge 4.31 Kapsüllerin çözünürlük değeri sonuçları.....	75
Çizelge 4.32 Kapsüllerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değeri sonuçları.....	75
Çizelge 4.33 Kapsüllerin Hausner oranı ve Carr indeksi sonuçları.....	77
Çizelge 4.34 Kapsüllerin kuru madde sonuçları.....	77
Çizelge 4.35 Kapsüllerin renk değerleri	78
Çizelge 4.36 Kapsüllerin in-vitro sindirim sonuçları.....	79
Çizelge 4.37 60°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları.....	80
Çizelge 4.38 25°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları.....	81
Çizelge 4.39 60°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları.....	83
Çizelge 4.40 25°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları.....	84
Çizelge 4.41 60°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları.....	86
Çizelge 4.42 25°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları.....	87
Çizelge 4.43 60°C’de depolanan örneklerin p-AD sonuçları.....	89
Çizelge 4.44 25°C’de depolanan örneklerin p-AD sonuçları.....	90
Çizelge 4.45 60°C’de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları.....	91
Çizelge 4.46 25°C’de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları.....	93
Çizelge 4.47 60°C’de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları.....	94
Çizelge 4.48 25°C’de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları.....	95

ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 3.1 Zeytinyağı (a) ve BY'nın (b) görüntüleri.....	12
Şekil 3.2 Jel (a), Pas (b) ve soya (c) proteinlerinin görüntüleri.....	12
Şekil 3.3 ÇE üretimi.....	13
Şekil 3.4 Emülsiyon ve yağda pH ve iletkenlik tayini.....	14
Şekil 3.5 Yağda ve emülsiyonda viskozite ölçümü.....	15
Şekil 3.6 Kremalaşma indeksi analizi.....	16
Şekil 3.7 PK cihazı.....	19
Şekil 3.8 DK cihazı.....	20
Şekil 3.9 Kapsül üretimi öncesi emülsiyon oluşumu ve elde edilen kapsüller.....	20
Şekil 3.10 Yüzey yağı miktarı analizi.....	21
Şekil 3.11 Depolama aşaması.....	25
Şekil 4.1 Ringa balığı yağının yağ asidi kompozisyonu.....	31
Şekil 4.2 Damlacık boyutu (a) ve polidispersidite indeksi (b) grafiği.....	34
Şekil 4.3 Zeytinyağının ve zeytinyağı emülsiyonunun FTIR grafiği.....	44
Şekil 4.4 BY'nın ve BY emülsiyonunun FTIR grafiği.....	44
Şekil 4.5 Zeytinyağı emülsiyonunun mikroskop görüntüsü (400x (a), 1000x (b)).....	45
Şekil 4.6 BY emülsiyonunun mikroskop görüntüsü (400x (a), 1000x (b)).....	45
Şekil 4.7 Jel kapsüllerine ait DSC grafiği.....	50
Şekil 4.8 Pas proteini kapsüllerine ait DSC grafiği.....	51
Şekil 4.9 Soya proteini kapsüllerine ait DSC grafiği.....	52
Şekil 4.10 Jel kapsüllerinin TGA grafiği.....	54
Şekil 4.11 Pas proteini kapsüllerinin TGA grafiği.....	54
Şekil 4.12 Soya proteini kapsüllerinin TGA grafiği.....	55
Şekil 4.13 Jel kapsüllerinin FTIR grafiği.....	56
Şekil 4.14 Pas proteini kapsüllerinin FTIR grafiği.....	57
Şekil 4.15 Soya proteini kapsüllerinin FTIR grafiği.....	58
Şekil 4.16 Enkapsüle edilen örneklerin SEM görüntüleri.....	59
Şekil 4.17 Jel kapsülü optimizasyon sonucu enkapsülasyon etkinliği grafiği.....	65
Şekil 4.18 Jel kapsülü optimizasyon sonucu Hausner oranı grafiği.....	66

Şekil 4.19 Jel kapsülü optimizasyon sonucu suda çözünürlük grafiği.....	66
Şekil 4.20 Pas proteini kapsülü optimizasyon sonucu enkapsülasyon etkinliği grafiği..	67
Şekil 4.21 Pas proteini kapsülü optimizasyon sonucu Hausner oranı grafiği.....	67
Şekil 4.22 Pas proteini kapsülü optimizasyon sonucu suda çözünürlük grafiği.....	68
Şekil 4.23 Soya proteini kapsülü optimizasyon sonucu enkapsülasyon etkinliği grafiği.....	69
Şekil 4.24 Soya proteini kapsülü optimizasyon sonucu Hausner oranı grafiği.....	69
Şekil 4.25 Soya proteini kapsülü optimizasyon sonucu suda çözünürlük grafiği.....	70
Şekil 4.26 Optimum koşullarda üretilen Jel, Pas ve soya kapsülünün TGA grafiği.....	71
Şekil 4.27 Optimum koşullarda üretilen Jel, Pas ve soya kapsülünün DSC grafiği.....	72
Şekil 4.28 60°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları.....	80
Şekil 4.29 25°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları.....	82
Şekil 4.30 60°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları.....	83
Şekil 4.31 25°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları.....	84
Şekil 4.32 60°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları.....	86
Şekil 4.33 25°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları.....	88
Şekil 4.34 60°C’de depolanan örneklerin p-AD sonuçları.....	89
Şekil 4.35 25°C’de depolanan örneklerin p-AD sonuçları.....	90
Şekil 4.36 60°C’de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları.....	92
Şekil 4.37 25°C’de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları.....	93
Şekil 4.38 60°C’de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları.....	94
Şekil 4.39 25°C’de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları.....	95

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamalarıyla aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklama

cP	Santipoise
dak	Dakika
L	Litre
M	Molar
m	Metre
meq	Miliekivalen
mg	Miligram
mM	Milimolar
mm	Milimetre
mL	Mililitre
nm	Nanometre
mS	MiliSiemens
mV	Milivolt
N	Normal
s	Saniye

Kısaltmalar

Açıklama

ALA	Alfa Linolenik Asit
Bİ	Beyazlık İndeksi
BHT	Bütillendirilmiş Hidroksi Toluen
BY	Balık Yağı
BYK	Balık Yağı Kapsülü
CGS	Camsı Geçiş Sıcaklığı
Cİ	Carr İndeksi

Kısaltmalar

Açıklama

ÇE	Çoklu Emülsiyon
DHA	Dokosaheksaenoik Asit
DK	Dondurarak Kurutma
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
EPA	Eikosapentaenoik Asit
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi
GA	Gam Arabik
HO	Hausner Oranı
İS	İran Sakızı
JEL	Jelatin
KİT	Kitosan
MD	Maltodekstrin
p-AD	Para Anisidin Değeri
PAS	Peyniraltı Suyu
PD	Peroksit Değeri
PK	Püskürterek Kurutma
PTSA	Para Toluen Sülfonik Asit
SK	Sodyum Kazeinat
SKY	Sıkıştırılmış Kitle Yoğunluğu
SPAN 80	Sorbitan Monooleat
S/Y	Yağda Su
S/Y/S	Suda Yağda Su
TBA	Tiyobarbütirik Asit
TBARS	Tiyobarbütirik Asit Reaktif Maddeleri
TGA	Termo Gravimetrik Analiz
TE	Tekli Emülsiyon
TWEEN 20	Polioksietilen sorbitan monolaurat
Y/S	Suda Yağ
Y/S/Y	Yağda Suda Yağ
YY	Yığın Yoğunluğu

1. GİRİŞ

1.1 Emülsiyonlar

Tekli emülsiyonlar, yağ içinde su (S/Y) emülsiyonları ve su içinde yağ (Y/S) emülsiyonları olmak üzere iki çeşittir. Yağ içinde su emülsiyonları, sürekli bir yağ fazı içinde dağılmış su damlacıklarından oluşurken, su içinde yağ emülsiyonları ters bir düzenlemeye sahiptir; yani, yağ damlacıkları sürekli bir su fazı içinde dağılır (Pal, 2011). Süt, krema, dondurma, soslar, mayonez, içecekler, çorbalar ve soslar su içinde yağ emülsiyonlarına örnektir; tereyağı, margarin ve bazı sürülebilir ürünler ise yağ içinde su örnekleridir (McClements, 2007). Emülsiyonların formülasyonu ve stabilizasyonu için genel olarak düşük molekül ağırlıklı sürfaktanlar, amfilik polimerler, lipidler, proteinler ve polisakkaritler kullanılır ve bu yüzey aktif moleküller sıvı-sıvı ara yüzeyinde adsorbe olup damlacıkların birleşimine karşı sterik/elektrostatik bir bariyer sağlar (Li vd., 2020).

Çoklu emülsiyonlar ise dağılmış faz damlacıklarının içinde damlacık sergileyen çok fazlı sıvılardır. En basit olanları, suda-yagda-su (S/Y/S) ve yağda-suda-yag (Y/S/Y) sistemleridir (Garti, 1997; Binks, 1999). Hem suda-yagda-su (S/Y/S) hem de yağda-suda-yag (Y/S/Y) tiplerindeki çoklu emülsiyonlar kozmetik ürünler, ilaçlar, zirai ilaçlar ve endüstriyel kimyasallar gibi birçok alanda bulunmaktadır (Zhang ve Li, 2013). Çoklu emülsiyonlar, geleneksel emülsiyonlara göre birçok avantaja sahiptir. Bu emülsiyonlar, sonradan salınan iç damlacıklar içinde kapsüllenmiş hidrofilik veya lipofilik bileşenlerin mikro taşıyıcıları potansiyeline sahiptir. İç faz damlacıklarındaki hapsetme, tat veya kokunun maskelenmesine ve ışık ile oluşan oksidasyon gibi dış etkenlere karşı koruma sağlar (Akhtar vd., 2014).

Çoklu emülsiyonlar birçok avantaja sahiptir. Bunlar;

1. Acı tadı ve kokuyu maskeleyerek ürün veya ilacı daha lezzetli hale getirebilirler.
2. Sürekli salınım etkisi sağlayarak salınımını uzatmada kullanılabilir.
3. Karbonhidratlar, yağlar ve vitaminler gibi esansiyel besinler ve biyoaktif bileşenler emülsifiye edilebilir.
4. Oksidasyon ve hidrolize karşı koruma sağlarlar.

5. Birbiri ile geçimsiz bileşiklerin tek bir preparatla bir araya getirilebilmesi gibi avantajlar sağlarlar (Soytürk ve Tarımcı, 2000; Bhatia vd., 2013).

S/Y/S tipi sistemler, 2 ana nedenden dolayı gıda bilimcileri ve teknoloji uzmanlarının giderek artan ilgisini çekmeye devam etmektedir. Birincisi, geleneksel Y/S emülsiyonlarına göre daha düşük yağ içeriğine sahip olmakla beraber benzer özelliklere sahip olabilmeleridir. İkincisi, bir tat bileşiği veya biyoaktif bir besin maddesi gibi hassas, suda çözünebilen (veya suda dağılabilen) bir bileşeni kapsülleme ve koruma ve daha sonra yeme ve/veya sindirim sırasında aynı bileşeni salıverme kapasitesi vardır (Muschiolik ve Dickinson, 2017). Çoklu emülsiyonların ayrıca yağ içeriğini azaltma avantajı da vardır. Örneğin ikili emülsiyonda yağ fazının bir kısmı su ile değiştirilebilir, ancak yağ fazının hacim fraksiyonu etkilenmez. Bu yüzden tam yağlı muadilleri ile benzer fizikokimyasal ve organoleptik özelliklere sahip yağı azaltılmış gıda ürünleri elde edilebilir (Garti, 1997; McClements vd., 2009). Çoklu emülsiyonlar gıda sistemlerinde birçok kez kullanılmıştır. Örneğin; imitasyon kremler ve yağı azaltılmış mayonez ve tereyağı aroması içeren Y/S/Y emülsiyonu ile sürülebilir ürün üretiminde çoklu emülsiyonlar kullanılmıştır. Bunun dışında et emülsiyonlarındaki yağ ikameleri, şekerlemeler için yüksek şekerli dolgular, süt yağı yerine kullanılanlar (süt ve peynirde), besin yüklü kapsüller (sütte sodyum askorbat, soya fasulyesi ürünlerinde CaCl_2 , tofuda MgCl_2), yağ asidi bileşimini değiştiren bileşenler (sürülebilir ürünler, et/süt emülsiyonları) ve süt ürünlerini vitaminlerle zenginleştiren yapılar gibi ürünlerde de çoklu emülsiyonlar kullanılmıştır. Daha da iddialı olanı, sakızdaki tatlandırıcıların salınımını uzatmayı, su geçirgenliği artırılmış yenilebilir filmler üretmeyi ve belirli hassas bileşenlere (içeceklerde kurkumin, şekerlemelerde doğal renklendiriciler, dondurma ve meyve bazlı ürünler) uzun vadeli koruma sağlamayı amaçlayan gıdayla ilgili çoklu emülsiyon uygulamalarıdır (Muschiolik ve Dickinson, 2017).

Çoklu emülsiyon (ÇE) üretiminde kullanılan birçok yöntem vardır. Bunlar:

1. Faz inversiyon yöntemi (tek adımlı emülsiyon yöntemi)
2. İki adımlı emülsiyon yöntemi
3. Membran emülsiyon yöntemi
4. Mikrokanal emülsiyon yöntemi
5. Çözücü buharlaştırma yöntemi
6. Mikrokapiler cihazlar yoluyla emülsiyon oluşturma yöntemidir.

Bu yöntemlerden en fazla kullanılanları iki adımlı emülsiyon ve tek adımlı emülsiyon yöntemidir. İki adımlı emülsiyon yöntemi, ilk emülsiyonun tekrar emülsifiye edilmesi ile hazırlanır ve işlem iki aşamada gerçekleştirilir (Deepak vd., 2013). Örneğin bir S/Y/S emülsiyonu hazırlamak için önce lipofilik bir surfaktan ile yoğun homojenizasyon uygulanarak S/Y emülsiyonu hazırlanır. Ardından bu ilk emülsiyon sulu faz ile (hidrofilik surfaktan) düşük kayma şartlarında tekrar emülsifiye edilir. Bu yöntemle oluşan damlacıklar daha büyük boyutlarda olsa da ikili emülsiyonların daha kontrollü hazırlanmasını sağlar (Kilicay vd., 2016). Faz inversiyonu ise su içinde yağ sisteminin yağ içinde su sistemine dönüştüğü süreçtir ve bunun tersi de geçerlidir (Morais vd., 2006). Faz dönüşümü, sistem sıcaklığını değiştirerek, fazların hacim oranını değiştirerek, tuz ekleyerek veya belirli akışlar uygulayarak değiştirilebilir (Akay ve Tong, 2000). 1976'da Matsumoto vd. (1976), ilk olarak ikili emülsiyon hazırlamak için iki aşamalı emülsifikasyon standart prosedürünü bildirdiler. O zamandan beri, iki adımlı emülsiyon yöntemi, ikili emülsiyon elde etmek için en yaygın yöntem haline gelmiştir. Öte yandan, ikili emülsiyonun kendiliğinden oluştuğu tek adımlı emülsiyon prosesi, prosesin basitliği nedeniyle her zaman ilgi çekmiştir (Ding vd., 2019).

1.2 Enkapsülasyon

Enkapsülasyon, biyoaktif bileşenleri istenmeyen çevresel değişikliklerden korumak için biyoaktif bileşenin duvar malzemesi içinde tutulması işlemidir. Enkapsülasyon teknolojisi gıda uygulamalarında, kapsüllenmiş maddelerin stabilitesinin iyileştirilmesi ve yüksek sıcaklık ve nem seviyeleri gibi aşırı işleme veya saklama koşullarından kaynaklanan işlevsellik değişikliklerinin minimum düzeyde tutulması nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır (Nedovic vd., 2013). Enkapsülasyon sistemleri, toksikolojileri dikkate alınarak izin verilen farmasötik veya gıda sınıfı malzemelerden yapılmalıdır. Enkapsülasyon ilk olarak biyoteknoloji alanında üretim süreçlerini daha verimli hale getirmek için tanıtılmıştır. Yaklaşık 60 yıl önce geliştirilen bu tür teknolojiler, ilaç sektörünün (özellikle ilaç ve aşı dağıtımı için) büyük ilgisini çekmektedir. Ancak aynı zamanda gıda endüstrisiyle de ilgilidir. Son yıllarda gıda endüstrisi ürünlere fonksiyonel bileşiklerin eklenmesini talep etmektedir. Bu bileşikler genellikle çevresel, işleme ve/veya mide-bağırsak koşullarına oldukça duyarlıdır ve bu

nedenle enkapsülasyon, bunların etkili bir şekilde korunmasına yönelik bir yaklaşımı zorunlu kılmaktadır (Nedovic vd., 2011).

Enkapsülasyonda kaplama malzemeleri olarak farklı türde doğal olarak bulunan veya yapay olarak sentezlenen polisakkaritler, proteinler veya lipidler kullanılabilir (Desai ve Jin, 2005). Proteinler ve protein içeren izolatlar (örneğin peynir altı suyu, soya, kazein, jelatin), amfifilik özellikler ve dolayısıyla mükemmel emülsifikasyon yetenekleri kazandıran çok çeşitli fonksiyonel gruplardan oluşur. Bu onları hidrofobik aktif bileşenlerin çözünmesi için uygun kılar. Ek olarak, film oluşturma yetenekleri ve ağlarla kendi kendine birleşme yetenekleri, onları matris malzemesi olarak kullanışlı kılmaktadır (Labuschagne, 2018). Jelatin (Jel), hayvanların kemiklerinden ve derilerinden elde edilebilen, doğal olarak oluşan bir biyopolimerdir. Nutrasötik ve gıda endüstrilerinde Jel, biyoaktif bileşikler kapsüllemek ve gıdanın fonksiyonel özelliklerini geliştirmek için bir polimer matris olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır (Naidu ve Paulson, 2013). Peynir altı suyu proteini izolatı (Pas), peynir veya kazeinin endüstriyel üretimi sırasında elde edilen süt endüstrisinin bir yan ürünüdür. Temel olarak β -laktoglobulinler ve α -aktalbümin olmak üzere minimum %90 oranında protein içeren küresel proteinlerin bir karışımından oluşur. Pas, yüksek fonksiyonel özellikleri ve jelatinizasyon, film oluşturma, emülsifikasyon, sudaki çözünürlük ve diğer fonksiyonel yetenekleri nedeniyle gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Tavares vd., 2019). Soya proteini esas olarak glisinin ve β -konglisinin alt birimlerinden oluşur ve düşük maliyeti, yüksek besin değeri ve iyi fonksiyonel özellikleri nedeniyle gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Mansour vd., 2020). Pas ve soya proteinleri iyi emülsiyon ve film oluşturma özelliklerine sahiptirler (Shao vd., 2019).

Enkapsülasyon çeşitleri; nanoenkapsülasyon (damlacık boyutu 0.2 μm 'den küçük), mikroenkapsülasyon (damlacık boyutu 0.2-5.000 μm arasında), makroenkapsülasyon (damlacık boyutu 5.000 μm 'den büyük) olmak üzere 3'e ayrılır (Gökmen vd., 2012). Gıdaların kapsüllenmesi amacıyla kullanılan birçok enkapsülasyon yöntemi vardır. Bunlar:

1. Püskürterek kurutma
2. Püskürterek soğutma/dondurma
3. Dondurarak kurutma
4. Akışkan yatak kaplama

5. Ekstrüzyon
6. Kokristalizasyon
7. İnklüzyon
8. Polimerizasyon
9. Koaservasyon
10. Elektroeğirme

Püskürterek kurutma (PK), ekipmanın bulunabilirliği, düşük üretim maliyetleri, çok çeşitli malzemeleri işleyebilme yeteneği, son ürünün iyi stabilitesi ve sürekli modda büyük ölçekli üretim nedeniyle gıda uygulamalarında ticari olarak kullanılan en yaygın kapsülleme işlemidir. İşlem kısaca, besleme maddesinin sıcak bir kurutma ortamına, genellikle havaya püskürtülmesi yoluyla sıvı bir karışımın (çözelti veya emülsiyon) kurutulmuş parçacıklı forma dönüştürülmesi olarak tanımlanır. DK’da, su, susuz bir ürün bırakarak süblimasyon yoluyla sulu bir çözeltiden çıkarılır. Süblimleştirme işlemi sırasında, çalışma sıcaklığı kurutulmuş ürünün cam geçiş sıcaklığının üzerinde olmadığı sürece kurutulmuş ürün gözenekli hale gelir, bu durumda ürün çöker veya büzülür (Labuschagne, 2018). Sıvı su, hava ve düşük çalışma sıcaklıklarının bulunmaması nedeniyle mikrobiyal reaksiyonlar, oksidasyon veya diğer kimyasal reaksiyonlar nedeniyle ürünün bozulması önlenir veya sınırlandırılır (Ratti, 2001; Anwar ve Kunz, 2011). Ancak PK’yla karşılaştırıldığında DK 30 ila 50 kat daha pahalıdır (Labuschagne, 2018).

Gıda endüstrisinde balık yağı gibi bazı yenilebilir yağların ve diğer birçok bitkisel yağın gıda ürünlerine katılması ve bu ürünlerin besin değerinin arttırılmasına ihtiyaç vardır. Bu gıda yağlarının çoğu havaya, ışığa, ısınlamaya ve yüksek sıcaklığa karşı önemli derecede hassasiyet göstermektedir. Sıvı aromaların ve yenilebilir yağların kuru tozlara dönüştürülmesi, gıda endüstrisinde mikrokapsülasyonun önemli bir uygulamasıdır. Ayrıca, gıda yağları ve aromalarının mikrokapsüllenmesinin temel amaçlarından biri, aktif maddelerin doğru zamana kadar bunların salınımını kontrol etmektir. Mikrokapsüllenmiş yağlar, daha az uçuculuk ve daha az oksidasyon ile katı toz kolaylığı sağlar ve kekler, içecekler vb. gibi birçok farklı son üründe kullanılabilir (Jafari vd., 2008).

1.3 Balık Yağı

Balık yağı (BY), yüksek düzeyde omega-3 yağ asitleri içerdiğinden gıda endüstrisinde çok talep görmektedir. Alfa Linolenik asit (ALA, 18:3), eikosapentaenoik asit (EPA, 20:5) ve dokosaheksaenoik asit (DHA, 22:6) gibi omega-3 yağ asitleri, hücre zarı fosfolipidlerinin ve eikosanoidlerin öncüllerinin yapısal bileşenleridir. Merkezi sinir sisteminin gelişiminde önemli rol oynar, hücre sinyalizasyonunda ve gen ekspresyonunda yer alır (Josyula ve Schut, 1999; Cole vd., 2009). Özellikle EPA ve DHA, kardiyovasküler hastalıklara bağlı ölüm riskini azaltır (Eltweri vd., 2017; Abdelhamid vd., 2018). Bu iki yağ asidi; damar sertliği, nekroz, felç, migren, alerjik astım, artrit, Alzheimer hastalığı, diyabet ve hipertansiyonu önler, ayrıca bağışıklık sistemini güçlendirir. Çeşitli bağırsak ve deri hastalıklarına karşı faydalı etkileri, birçok tümör hastalığına karşı koruyucu ve tedavi edici özellikleri vardır (Simopoulos, 2000; Kuda vd., 2018). Ancak, çoklu doymamış yağ asitleri BY'nı oksidatif bozulmaya karşı hassas hale getirmektedir. EPA ve DHA'nın oksidasyonu, besleyici özelliklerinin kaybolmasına ve ürün kalitesinin bozulmasına yol açar (kötü koku ve acı bileşiklerin oluşması), (Jacobsen, 2015). Genel olarak, omega 3 ile zenginleştirilmiş gıda üretmenin en büyük zorluğu, tüketime kadar işleme ve depolama sırasında yağ asitlerinin oksidasyonunu bastırmak veya geciktirmek ve sonuç olarak kabul edilebilir tada sahip stabil ürünler sağlamaktır (Khoshnoudi-Nia vd., 2020).

BY içermiş olduğu çoklu doymamış yağ asitlerinden dolayı beslenme açısından son derece önemli bir kaynaktır. Son zamanlarda BY'nın farklı gıda ürünlerinde kullanımı önem kazanmıştır. BY'nın emülsiyon halinde çeşitli ürünlerde kullanımı ilgi çekici bir konu haline gelmiştir (Ye vd., 2009; Pourashouri vd., 2020; Zhang vd., 2020). ÇE'ların yağ azaltma, tat ve koku maskeleyme, kontrollü salınım gibi birçok avantajı vardır (Soytürk ve Tarımcı, 2000; Bhatia vd., 2013). BY'nın ÇE'larda kullanımı yeni bir çalışma konusudur. Enkapsülasyon tekniği ise bir maddenin veya karışımın başka bir madde veya karışım ile kaplanmasını içerir ve maddeyi veya karışımı dış çevreden korur, dolayısı ile ürünün raf ömrünü uzatır (Botrel vd., 2014). Bu çalışmada BY'nı ÇE ve enkapsülasyon yöntemleri ile işleyerek BY'nın raf ömrünün uzatılması amaçlanmıştır.

2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ

Klinkesorn ve Geraldine (2012), çok katmanlı BY emülsiyonunun depolanması sırasında oluşan oksidasyon hızına depolama sıcaklığının (5, 10, 15 ve 25°C) etkisini belirlemeyi amaçlamıştır. Çalışmada, %13 (w/w) ton balığı yağı, %2.6 (w/w) lesitin ve %0.52 (w/w) kitosan (KİT) içeren iki tabakalı ton balığı yağından su içinde yağ emülsiyonu hazırlanmıştır. Sonuçlar, emülsiyonun pH değerinin tüm depolama sıcaklıklarında düştüğünü göstermiştir. Artan sıcaklıkla birlikte emülsiyonların oksidatif bozulmasında artış gözlenmiştir. Çalışmada, bütün depolama sıcaklıklarında depolama süresine bağlı olarak hidroperoksitlerin ve tiyobarbitürik asitle reaksiyon veren bileşiklerin miktarında artış gözlenmiştir.

Jamshidi vd. (2018), balık proteini hidrolizati ve BY kullanarak S/Y/S ÇE'lerini elde etmiştir. Bu emülsiyonları, duvar malzemeleri olarak inülin, fukoidan ve Pas proteini kullanarak enkapsüle etmiştir. Hazırlanan mikrokapsüller yoğurda eklenmiş, çeper bileşiminde fukoidan varlığının, çekirdek malzemelerini koruduğu, mikrokapsüllerin besin kalitesi ve oksidatif stabilitesi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. İnülinin duvar malzemesi olarak kullanıldığı mikrokapsüllerin yoğurdun duyuusal özellikleri ile ilgili daha iyi sonuçlar verdiği belirlenmiştir.

Chen vd. (2010), ringa balığı yağından Y/S emülsiyonu hazırlayıp bu emülsiyona %0.02, 0.05 ve 0.1 (w/w) oranında düşük metoksilli pektin, yüksek metoksilli pektin, karragenan ve aljinat eklemiş ve oksidasyonu önleyip önleyemediklerini araştırmıştır. Sonuçlara göre düşük metoksilli pektin, yüksek metoksilli pektin, aljinat ve karragenana göre oksidasyonu daha iyi önlemiştir. Düşük metoksilli pektin en yüksek antioksidan özellik göstermiştir. Aljinat ise karragenana göre lipid oksidasyonunu daha iyi önlemiştir. Ancak bu iki polisakkaritin konsantrasyonu arttıkça oksidasyonu önleme yeteneği azalmıştır.

Koç vd. (2010), hamsi yağını Jel, sükroz, laktoz ve pullulan ile mikrokapsüle ederek raf ömrünü uzatmayı amaçlamıştır (25°C'de 45 gün depolama). Jel + sükroz + pullulan ve Jel + sükroz + laktoz olmak üzere 2 farklı emülsiyon hazırlanan çalışmada, laktoz içeren örneğin pullulan içeren örneğe göre daha fazla oksidasyona maruz kaldığı tespit edilmiştir.

Uçar (2020), hamsi yağına mandalina, greyfurt, portakal ve limon kabuğu esansiyel yağlarını ayrı ayrı ekleyip sodyum kazeinat (SK) + maltodekstrin (MD) ve PK ile kapsüle etmiştir. Oda sıcaklığında 12 hafta depolanan örneklerde mandalina esansiyel yağının hamsi yağının renginin korunmasında daha etkili olduğu belirlenmiştir.

Ramos vd. (2021), BY'nı MD + modifiye nişasta (3:1) kullanarak püskürterek ve vakum altında püskürterek enkapsüle etmiştir. Her iki yöntem, oksidatif stabilite ve enkapsülasyon etkinliği bakımından karşılaştırılmış ve vakum altında PK ile elde edilen mikrokapsüllerin oksidasyona karşı daha stabil olduğunu belirlemiştir.

Encina vd. (2018), BY'nı su, etanol, metanol ve aseton çözücülerini ile hidroksipropil selüloz kullanarak PK yoluyla kapsüllemiştir. 40°C'de depolama sırasında çözücülerin enkapsülasyon verimi, mikropartikül özellikleri ve BY'nın stabilitesi incelenmiştir. Sonuçlar, asetonun yüksek enkapsülasyon verimi (%92) sunduğunu, bunu etanol (%80), metanol (%75) ve suyun (%71) izlediğini göstermiştir. En yüksek oksidatif stabilite metanolde görülmüştür. Su yerine metanol ya da etanol kullanıldığında BY'nın stabilitesinin arttığı görülmüştür.

Unnikrishnan vd. (2019), sardalya yağının MD+gam arabik (GA)+SK, MD+GA+protein hidrolizatı ile PK yoluyla kapsüllemiştir. Ayrıca BY'na %1 oranında protein hidrolizat ekleyip MD+GA+SK ile kapsüllemiştir. Sonuçlar, duvar ya da çekirdek malzemesi olarak protein hidrolizatı içeren kapsüllerin daha yüksek enkapsülasyon verimine sahip olduğunu göstermiştir. Protein hidrolizatının duvar matrisinden ziyade çekirdek polimer olarak kullanıldığında daha yüksek koruyucu etki sağladığı belirlenmiştir.

Botrel vd. (2014), BY'nı Pas izolatu, MD ve IN materyalleri ile enkapsüle etmiştir. Elde edilen sonuçlar, PAS ile elde edilen kapsüllerin daha yüksek viskoziteye sahip olduğunu, parçacık boyutunun PAS, PAS-MD, PAS-IN için sırasıyla 18.6 µm, 17.3 µm ve 15.6 µm olduğunu göstermiştir. Çalışmada; PAS ile birlikte MD ve IN kullanımının BY'nın PK ile enkapsülasyonunda kullanılabileceği rapor edilmiştir.

Tamjidi vd. (2011), BY'nı, Jel ve akasya gamı kullanarak DK yöntemi ile enkapsüle etmiştir. Elde edilen kapsüller yoğurda eklenmiş ve beş ayrı yoğurt örneği elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, mikrokapsüller ile zenginleştirilmiş yoğurt örneklerinin su tutma kapasitesinin daha yüksek olduğunu, mikrokapsülle

zenginleştirilmiş yoğurt örneklerinin, serbest BY içeren kontrol grubu yoğurt örneğine göre daha düşük PD'ne sahip olduğunu göstermiştir.

Jamshidi vd. (2020), BY'ndan (balık protein hidrolizatı içeren) S/Y ve S/Y/S emülsiyonları hazırlamıştır. Bu emülsiyonlar yüksek basınçlı homojenizasyondan (700-1500 bar) bir veya üç defa geçirilmiş ve elde edilen ikili emülsiyon Pas ve IN ile enkapsüle edilmiştir. Çalışma sonunda, ikili emülsiyonun stabilitesinin tekli emülsiyona göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Cournarie vd. (2004), orta zincirli trigliseritlerden ve BY'ndan ayrı ayrı S/Y/S emülsiyonları elde etmiştir. Sonuçlara göre, insülin eklenmesi ÇE oluşumu ve stabilitesi üzerinde zıt etkiler göstermiştir. Orta zincirli trigliseritlerin BY'ndan daha kararlı ÇE oluşumuna izin verdiği belirlenmiştir.

Liao vd. (2012), BY ve SDWG (succinic acid deamidated wheat gluten) ile S/Y/S ikili emülsiyonu oluşturarak bu emülsiyonu ısı polimerizasyon yöntemi ile enkapsüle etmiştir. Bu yöntemde uygulanan ısı işlem, disülfid bağları, hidrojen bağları ve hidrofobik etkileşimler ile glütenin sıkı bir ağ yapısı oluşturmaya sebep olmuştur.

Kumari vd. (2014), hem zencefil uçucu yağını hem de sulu özütünü, su içinde BY emülsiyon sistemine ekleyip lipid oksidasyonuna karşı etkinlik açısından ayrı ayrı değerlendirmiştir. Sonuçlara göre, uçucu yağ, sulu özütle karşılaştırıldığında lipid oksidasyonuna karşı daha etkilidir. Ayrıca, zencefil uçucu yağı ve sulu özüt birlikte, PD ve tiyobarbütirik asitle reaksiyona giren reaktif maddeler (TBARS) değerleri bakımından bütillendirilmiş hidroksi toluen (BHT) gibi sentetik antioksidanlar ile karşılaştırılabilir sonuçlar vermiştir. Sonuç olarak hem uçucu yağ hem de sulu zencefil ekstresinin, yağ-su ara yüzeyinin her iki tarafında önleyici etkilerini iyileştirmek için doğal bir antioksidan kaynağı olarak kullanılabilir.

Tong vd. (2000), somon balığı yağı ile suda yağ emülsiyonları hazırlayıp Tween 20 ile stabilize etmiştir. Bu emülsiyona PAS proteininin yüksek ve düşük molekül ağırlıklı fraksiyonlarını ekleyip lipid oksidasyonunu geciktirmek amaçlanmıştır. Pas proteinleri ve alfa-tokoferol arasındaki antioksidan etkileşimler ve Pas'nun antioksidan aktivitesini artırabilecek termal işlemin potansiyeli araştırılmıştır. Elde edilen verilere göre, Pas proteinin yüksek fraksiyonu, düşük fraksiyona göre TBARS ve lipid peroksitlerinin oluşumunu daha fazla inhibe etmiştir. Pas proteininin yüksek fraksiyonunu 80°C'ye ısıtmak sülfidrilleri açığa çıkardığından antioksidan aktiviteyi

artırmıştır. Sonuçlar Pas proteinlerinin gıda emülsiyonlarında faydalı antioksidanlar olabileceğini göstermiştir.

Chang vd. (2020), BY'nı farklı β -laktoglobulin (β -LG) fibril varyantları, KİT ve MD kullanarak püskürtmeli kurutma yoluyla kapsüllemiştir. Yüksek moleküler ağırlıklı KİT kaplama, yüksek termal koşullara karşı fiziksel bir dayanım sağlamış ve β -LG fibrillerin zayıf ısı stabilitesinin üstesinden gelmeye yardımcı olmuştur. Sonuçlar, tiyol ile modifiye edilmiş β -LG fibril/KİT kompleksi kullanılarak kapsüllenmiş BY mikrokapsüllerinin sulandırıldıktan sonra daha düşük polidispersidite indeksi ve daha yüksek zeta potansiyeline sahip olduğunu göstermiştir. Ayrıca, bu mikrokapsüllerin daha yüksek camsı geçiş sıcaklığı (CGS) nedeniyle tek başına β -LG fibriller kullanılarak oluşturulan mikrokapsüllere kıyasla daha yüksek stabilite göstermiştir. Tiyolle modifiye edilmiş β -LG fibril/KİT kompleksi kullanılarak oluşturulan mikrokapsüller modifiye edilmemiş β -LG fibriller kullanılarak oluşturulanlarla karşılaştırıldığında daha yüksek enkapsülasyon verimi ile daha iyi akış özellikleri ve morfoloji elde edilmiştir.

Raeisi vd. (2019), BY ve sarımsak uçucu yağını (sırasıyla %75-%25) İran sakızı (İS) ve KİT (2:1, 1:1 ve 1:2 oranında ve duvar/çekirdek oranı 10:2) ile nano-kapsüllemiştir. Bulgulara göre, 2:1 İS:KİT oranının en iyi kombinasyon olduğu belirlenmiştir. Bu örneklerin zeta potansiyeli (33.4 ± 1.6 mV), emülsiyon stabilitesi, yüzey gerilimi (56 ± 0.3 mN m⁻¹), viskozitesi (1.09 ± 0.04 Pa s), damlacık boyutu (23.19 nm) ve PDI (0.120 ± 0.002) değerlerinin daha iyi olduğu tespit edilmiştir. Fizikokimyasal özellikler ve termal stabilite analizleri, bu tür nano kapsüllerin BY-sarımsak uçucu yağlarının farmasötik ve gıda endüstrisinde kullanım olanaklarını olduğunu göstermiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

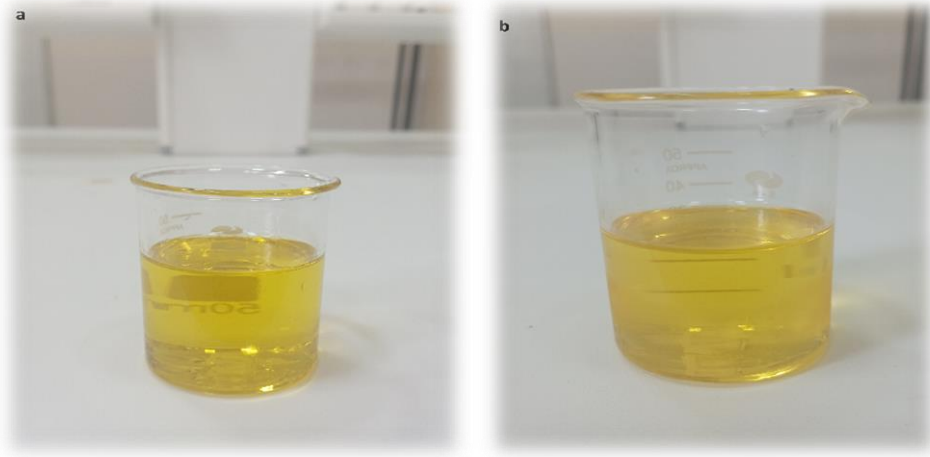
3.1 Materyal

Bu çalışmada; BY değerli ve pahalı bir ürün olduğundan denemeler, emülsiyon yöntemleri ve optimizasyon çalışmalarında Zeytinyağı kullanılmış ve Zeytinyağı ile yapılan çalışmaların da sonuçları kaydedilerek verilmiştir. Çalışmada kullanılan sızma Zeytinyağı (%91 yağ, üretim yılı 12.2022) yerel bir marketten (ŞOK Marketler Ticaret A.Ş.) satın alınmıştır. BY (saf Ringa balığı yağı) Sigma-Aldrich (St. Louis, ABD) firmasından satın alınmıştır. Zeytinyağı ve BY, çalışmalar yapılincaya kadar ve analizler sonrasında +4°C sıcaklıkta muhafaza edilmiştir. Sorbitan monooleat (Span 80), polioksietilen sorbitan monolaurat (Tween 20) Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiştir. Jelatin (Jel) Biolife (Milano, İtalya) firmasından satın alınmıştır. Soya proteini Proteinocan Gıda (Ankara, Türkiye) firmasından satın alınmıştır. Pas proteini ise Yeşil Marka (Tekirdağ, Türkiye) firmasından temin edilmiştir. Çalışmada kullanılan proteinler oda sıcaklığında (25±2°C) muhafaza edilmiştir. Analizlerde kullanılan diğer tüm kimyasallar analitik saflıktadır. Çalışmada kullanılan zeytinyağı ve BY'nın bazı özellikleri laboratuvarında analiz edilmiş ve elde edilen sonuçlar Çizelge 3.1'de verilmiştir. Çalışmada kullanılan zeytinyağı ve BY'na ait fotoğraflar Şekil 3.1, Jel, Pas ve soya proteinlerine ait fotoğraflar ise Şekil 3.2'de verilmiştir.

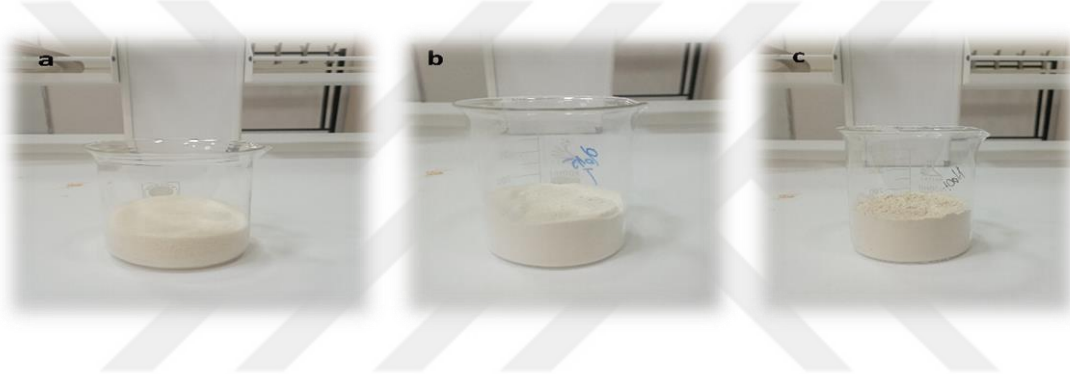
Çizelge 3.1 Zeytinyağı ve BY'nın bazı özellikleri

	ZEYTİNYAĞI	BY
Asitlik (mg KOH/g yağ)	3.10±0.28 ^A	3.06±0.29 ^A
İletkenlik (mS/cm)	0.00±0.00 ^B	0.33±0.02 ^A
Viskozite (cP)	11.25±0.00 ^A	7.08±0.00 ^B
L	59.37±0.53 ^B	61.31±0.66 ^A
a*	-0.38±0.05 ^A	-0.59±0.04 ^B
b*	42.45±1.58 ^A	37.39±0.43 ^B
Bİ	41.23±1.29 ^B	46.19±0.18 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir



Şekil 3.1 Zeytinyağı (a) ve BY'nın (b) görüntüleri



Şekil 3.2 Jel (a), Pas (b) ve soya (c) proteinlerinin görüntüleri

3.2 Yöntem

3.2.1 Emülsiyon ile İlgili Yöntemler

3.2.1.1 Emülsiyon Çalışması Deneme Planı

ÇE üretimi için bir optimizasyon çalışması yapılmıştır. JMP programı (SAS Institute Inc., Cary, North Carolina, USA) kullanılarak Yanıt Yüzey Yöntemi ve Merkezi Karma Tasarım ile deneme deseni oluşturulmuştur. Bağımsız değişkenler emülgatör oranı, yağ oranı, homojenizasyon süresi ve homojenizasyon hızı olarak belirlenmiştir. Bağımsız değişkenler 3 düzeyde olacak şekilde tekrarsız çalışılmış ve toplamda 27 deneme yapılmıştır. Bağımlı değişkenler damlacık boyutu ve

polidispersidite indeksidir. Her iki bağımlı değişkenin de en düşük olacağı koşullar optimum koşullar olarak verilmiştir.

3.2.1.2 Emülsiyon Üretimi

Tek adımlı emülsiyon yöntemi Zhang vd. (2018) tarafından belirtilen yöntemde bazı değişiklikler yapılarak gerçekleştirilmiştir. Tek adımlı emülsiyon yönteminde zeytinyağı, Tween 20 ve Span 80 15 dakika (dak) süreyle manyetik karıştırıcı yardımıyla (Heidolph MR Hei-Tec, ABD) 800 rpm hızda karıştırıldıktan sonra su ve tuz eklenmiş ve 30 dak boyunca 800 rpm hızda tekrar karıştırılmıştır. Ardından homojenizatör (IKA T 25 ULTRA TURRAX, Köln, ALMANYA) ile 10000 rpm hızda 5 dak boyunca homojenize edilmiştir.

İki adımlı yöntemde ise zeytinyağı ve Span 80, 375 rpm hızda 5 dak karıştırılmış ve iç su fazı eklenmiştir. Ardından 20000 rpm hızda 10 dak boyunca homojenize edilmiştir (S/Y emülsiyonu). Dış su fazı için su, Tween 20 ve tuz birlikte 375 rpm hızda 5 dak karıştırılmıştır. Ardından S/Y emülsiyonu dış faza eklenerek bir süre daha karıştırılmıştır. Son olarak 10000 rpm hızda 5 dak boyunca homojenize edilmiştir (Poyato vd., 2013; Jamsihidi vd., 2018).

Membran emülsiyon yönteminde iki adımlı yöntemdeki adımlar aynen yapılmıştır. Farklı olarak iç fazlar dış fazlara eklenirken şırınga kullanılmış ve damla damla olarak aktarılmıştır. ÇE'a ait fotoğraflar Şekil 3.3'te verilmiştir. Tekli emülsiyon (TE) üretimi için ise yağ ve Tween 20, 15 dak süre ile 800 rpm hızla karıştırılmıştır. Ardından su ve tuz eklenmiş ve yarım saat daha karıştırılmıştır. Ardından 10000 rpm hızda homojenize edilmiştir.



Şekil 3.3 ÇE üretimi

3.2.1.3 Ringa Balığı Yağının Yağ Asidi Bileşimi

BY'nın yağ asidi bileşiminin belirlenmesi için ilk olarak yağ asidi metil esterleri IUPAC, 1991'e göre hazırlanmıştır. Alev iyonizasyon dedektör ile donatılmış Agilent 6890N Model (Santa Clara, CA, ABD) gaz kromatografisi cihazı ile yağ asidi bileşimi belirlenmiştir. 1.2 mL/dak akış hızında taşıyıcı gaz olarak helyum içeren bir HP-88 kolonu kullanılmıştır. Başlangıç fırın sıcaklığı 5 dak boyunca 37°C'de tutulmuş, daha sonra 75°C'ye (8°C/dak) ve 220°C'ye (40°C/dak) yükseltilmiş ve son olarak 220°C'de 10 dak tutulmuştur. Yağ asitleri, standart yağ asidi metil esterlerinin tutulma süreleri ile karşılaştırılarak tanımlanmıştır.

3.2.1.4 pH, İletkenlik ve Asitlik Değeri

Emülsiyon ve yağ örneklerinin pH ve iletkenlik değerleri oda sıcaklığında multimetre (HANNA HI2020W, Hanna Instruments, Newberg, ABD) yardımıyla belirlenmiştir. Bu amaçla, yaklaşık 20 mL BY bir behere aktarılıp ölçüm gerçekleştirilmiştir (Mirhosseini vd., 2008; Campelo vd., 2017). Asitlik değeri ise AOCS 1989 yöntemine göre yapılmıştır. pH ve iletkenlik tayinine ait fotoğraflar Şekil 3.4'te verilmiştir.



Şekil 3.4 Emülsiyon ve yağda pH ve iletkenlik tayini

3.2.1.5 Viskozite

Viskozite ölçümü Zhang vd. (2020) tarafından uygulanan yöntem değiştirilerek ölçülmüştür. Viskozite ölçümü 25°C'de Brookfield DVIII Ultra reometre (Brookfield,

ABD) ve küçük örnek adaptörü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Viskozite ölçümüne ait görseller Şekil 3.5’te verilmiştir.



Şekil 3.5 Yağda ve emülsiyonda viskozite ölçümü

3.2.1.6 Renk

Emülsiyon ve yağ örneklerinin renk ölçümü taşınabilir kolorimetre (PCE-CSM 4, Manchester, UK) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Zemin ve örnek kabından kaynaklanabilecek etkinin en aza indirilebilmesi için, 5 kat beyaz yazıcı kâğıdı üzerine şeffaf petri kabı yerleştirilmiş ve bütün ölçümler bu şekilde gerçekleştirilmiştir. Beyazlık indeksi (Bİ) aşağıda verilen Eşitlik 3.1’e göre belirlenmiştir (Granato ve Masson, 2009).

$$Bİ = 100 - \sqrt{(100 - L)^2 + a^2 + b^2} \quad (3.1)$$

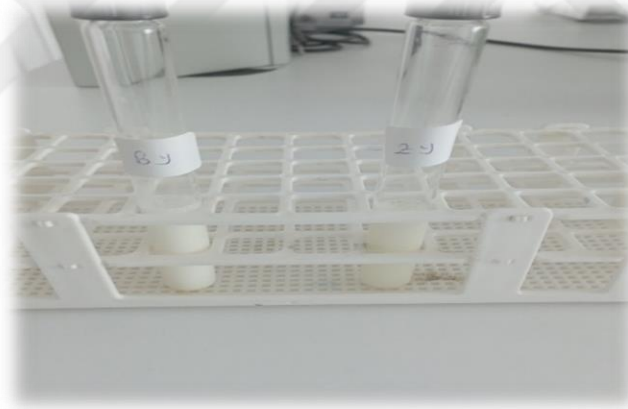
3.2.1.7 Zeta Potansiyeli, Damlacık Boyutu ve Polidispersidite İndeksi

Emülsiyonların zeta potansiyeli, damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi bir zetasizer (Nano ZPS, Malvern Instruments Corp., Worcestershire, İngiltere) kullanılarak ölçülmüştür. Birden fazla saçılma etkisini önlemek için analizden önce numuneler tampon çözeltileriyle (numune ile aynı pH) on kat seyreltilmiştir (Moayedzadeh vd., 2018).

3.2.1.8 Kremalařma İndeksi

Kremalařma indeksi, Klaypradit ve Huang (2008) tarafından belirtilen yntemde bazı deęiřiklikler yapılarak gerekleřtirilmiřtir. Emlsiyon rnekleri (8 mL), test tpne yerleřtirilip 1 ay boyunca oda sıcaklıęında depolanmıřtır. Daha sonra stte biriken serum ykseklięi (SY) llp bařlangı emlsiyon ykseklięi (EY) ile karřılařtırılmıřtır. Bu deęerler, Eřitlik 3.2’de belirtildięi gibi kremalařma indeksi hesaplamada kullanılmıřtır. Emlsiyon stabilitesi analizine ait grsel řekil 3.6’da verilmiřtir.

$$\text{Kremalařma İndeksi (\%)} = \frac{SY}{EY} \times 100 \quad (3.2)$$



řekil 3.6 Kremalařma indeksi analizi

3.2.1.9 Emlsiyon Verimi

E’ların verimi Ilic vd. (2017) tarafından uygulanan yntemde bazı deęiřiklikler yapılarak gerekleřtirilmiřtir. İlk olarak %0.0125 (w/v) p-toluen slfonik asit (PTSA) su fazında zndrlp 374 nm’de lm yapılarak PTSA konsantrasyonlarına karřı kalibrasyon eęrileri hazırlanmıřtır. Verim iin i su fazına %0.3 (w/v) PTSA eklenmiř ve yukarıda anlatıldıęı gibi E kullanılmıřtır. Ardından emlsiyonlar 4500 rpm’de 30 dak boyunca santrifj (OHAUS FC5706, ALMANYA) edilmiřtir. Santrifjden sonra

sıvı kısım 0.2-0.1 mm şırınga filtresinden süzülerek yağdan uzaklaştırılmıştır. Numunelerin absorbansı 374 nm’de okunmuştur. Emülsiyon verimi eşitlik 3.3’e göre hesaplanmıştır.

$$Verim (\%) = 1 - \frac{M_s}{M_i - M_s} \times \frac{1 - H s/y}{H s. H s/y} \quad (3.3)$$

M_i: Başlangıç PTSA miktarı

M_s: Son PTSA miktarı

H s/y: s/y/s emülsiyonundaki s/y emülsiyonunun hacim yüzdesi

H_s: s/y emülsiyonundaki suyun hacim yüzdesi

3.2.1.10 In-vitro Sindirim Analizi

Emülsiyonların In-vitro sindirim analizi için gastrik ve ince bağırsak fazı olmak üzere iki faz hazırlanmıştır. Örnekler ilk olarak gastrik fazda tutulmuş ardından ince bağırsak fazına alınıp analize devam edilmiştir.

Gastrik faz: Gastrik ortamın oluşturulması amacıyla 2 g NaCl ve 7 mL HCl (%37) 1 L ultra saf su içinde çözündürülerek 3.2 g pepsin eklenmiştir. 1.0 M HCl ve 1.0 M NaOH kullanılarak pH 1.2’ye ayarlanmıştır. Hazırlanan simüle edilmiş mide sıvısı, 250 mL’lik bir şişede 50:50 oranında emülsiyonla karıştırılmış ve pH, 2’ye ayarlanmıştır. Karışım, bir inkübatörlü çalkalayıcıda (BAE07-H300, Ankara, Türkiye) 100 rpm’de sürekli çalkalanarak 2 saat boyunca 37 °C’de inkübe edilmiştir.

İnce bağırsak fazı: Mide fazından alınan her numuneden 30 mL’lik bir kısım, sıcaklık kontrollü (37°C) bir su banyosuna yerleştirilmiş ve pH 7’ye ayarlanmıştır. Daha sonra, 3.5 mL domuz safra özü çözeltisi (54 mg/mL) ve 1.5 mL tuz çözeltisi (10 mM CaCl₂ ve 150 mM NaCl) ilave edilerek pH 7’ye ayarlanmıştır. Daha sonra, karışıma domuz pankreasından 2.5 mL taze hazırlanmış lipaz (fosfat tamponunda 75 mg/mL, pH 7.0) ilave edilmiştir. Karışımın pH değeri izlenerek 20 dak boyunca lipid sindirimi ile salınan serbest yağ asitlerini (SYA) nötralize etmek için 0.5 M NaOH kullanılmıştır. Emülsiyon damlacıklarından salınan SYA’lerin yüzdesi, SYA’lerini nötralize etmek için gereken NaOH mol sayısının, hepsi sindirildiyse trigliserit tarafından üretililecek SYA mol sayısına bölünmesiyle hesaplanmıştır (triacilgliserol başına 2 molekül SYA

üretildiği varsayılarak), (Chang ve Nickerson, 2018; Ding vd., 2021). Formül, Eşitlik 3.4'te verilmiştir.

$$SYA (\%) = \frac{VNaOH \times MNaOH \times nLipid}{ALipid \times 2} \times 100 \quad (3.4)$$

Burada;

VNaOH: Üretilen SYA'lerini nötralize etmek için gereken NaOH (mL)

MNaOH: NaOH'in molaritesi

nLipid: BY veya zeytinyağının mol ağırlığı (sırasıyla 868 ve 884 g/mol)

ALipid: BY veya zeytinyağının toplam ağırlığıdır.

3.2.1.11 Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopisi

Kimyasal bağ yapısının incelenmesi amacıyla dondurulup emülsiyon örneklerinin FTIR spektrumları 4000 – 650 cm⁻¹ aralığında 4 cm⁻¹ çözünürlükte 32 tarama ile elde edilmiştir (Thermo Scientific, Nicoletti S10 FT-IR Spectrometer, Waltham, MA ABD), (Albano ve vd., 2020).

3.2.1.12 Emülsiyon Morfolojisi

Emülsiyonların morfolojik görüntüsü optik mikroskop kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Cam lam üzerine bir damla taze hazırlanmış seyreltilmiş emülsiyon damlatılmıştır ve bir lamel ile hafifçe kapatılmıştır. Görüntüler, 400× ve 1000× büyütmede optik mikroskop (Eclipse E600, Nikon, Japonya) kullanılarak elde edilmiştir (Nesterenko vd., 2014).

3.2.2 Enkapsülasyon ile İlgili Yöntemler

3.2.2.1 Kapsül Üretimi

Kapsül üretiminde ilk olarak hem PK hem de DK yöntemiyle kapsüller üretilip enkapsülasyon verimi ve etkinliği sonuçları karşılaştırılmıştır. Jel, Pas ve soya proteini

kaplama materyali olarak kullanılarak 1:1 oranında ÇE'lar kaplanmıştır. Bu amaçla proteinler çözündürölüp (Jel ve Pas proteini saf suda çözündürölürken soya proteini NaOH kullanılarak ve pH 10'a ayarlanarak çözündürölümüştür) ÇE'lar yavaşça protein çözeltisine eklenerek 5 dak boyunca 10000 rpm hızda homojenize edilmiştir. Ardından emülsiyonlar PK için cihaza (LAB-PLANT SD-04, Woonsocket, RI, Birleşik Devletler) verilmiş, DK için ise -18°C'de dondurucuya bırakılmıştır. PK yöntemiyle yapılan enkapsölasyon işlemlerinde 140, 160 ve 180°C sıcaklıklarda üretim gerçekleştirilmiştir. DK yönteminde ise emülsiyonlar dondurulduktan sonra cihaza (Armfield SB4, Ringwood, İngiltere) yerleştirilmiş ve bir gece boyunca kurutmaya bırakılmıştır. Kapsöl üretiminde kullanılan PK cihazı Şekil 3.7'de, DK cihazı ise Şekil 3.8'de verilmiştir. Kapsöl üretimi öncesi emülsiyon oluşumu ve elde edilen kapsöllere ait görüntü ise Şekil 3.9'da verilmiştir.



Şekil 3.7 PK cihazı

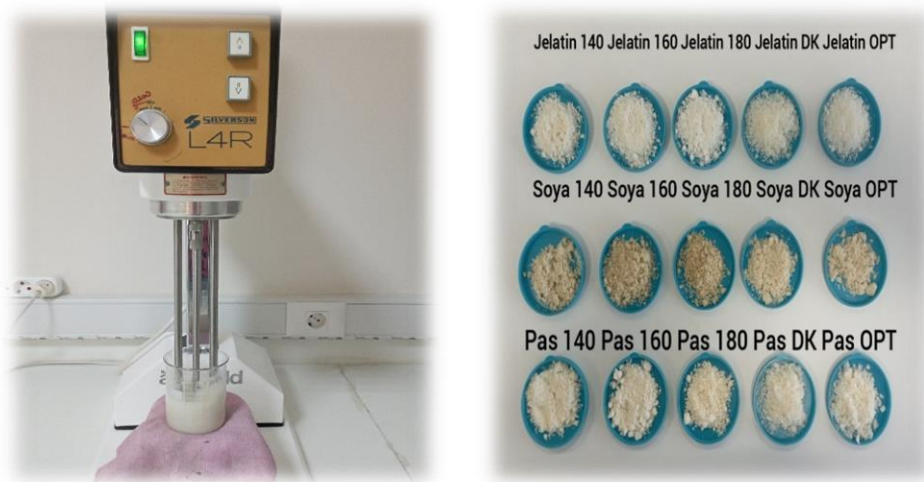
3.2.2.2 Enkapsölasyon Çalışması Deneme Planı

DK ile Jel, Pas ve soya proteini ile ayrı ayrı olarak optimizasyon çalışması yapılmıştır. Optimizasyon çalışmasında JMP programı kullanılarak Yanıt Yüzey Yöntemi ve Merkezi Karma Tasarım ile deneme deseni oluşturulmuştur. Deneme deseni

3 düzey ve 2 tekrarlı olmak üzere 18 örnekten oluşmaktadır. Çalışmada kaplama oranı ve karıştırma süresi bağımsız değişkenlerdir. Kaplama oranı 1:1, 2:1 ve 3:1 (Protein: Emülsiyon); karıştırma süresi ise 2.5, 5 ve 7.5 dak olarak seçilmiştir. Bağımlı değişkenler ise enkapsülasyon etkinliği, suda çözünürlük ve Hausner oranı verileridir. Deneme desenine göre kapsüller üretilip enkapsülasyon etkinliği, suda çözünürlük ve Hausner oranı sonuçları kaydedilmiştir.



Şekil 3.8 DK cihazı



Şekil 3.9 Kapsül üretimi öncesi emülsiyon oluşumu ve elde edilen kapsüller

3.2.2.3 Enkapsülasyon Verimi

Enkapsülasyon işleminden sonra elde edilen mikrokapsüllerin enkapsülasyon verimi Eşitlik 3.5'e göre hesaplanmıştır.

$$EV (\%) = \frac{M}{KM} \times 100 \quad (3.5)$$

Burada;

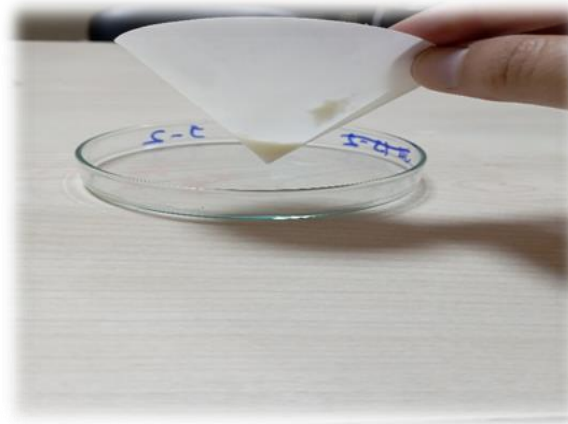
EV: Enkapsülasyon verimi (%)

M: Ürün miktarı (g)

KM: Emülsiyondaki kuru madde miktarını (g) ifade etmektedir.

3.2.2.4 Yüzey Yağı Miktarı

Mikrokapsüllerin yüzey yağının belirlenmesi için behere 0.5 g toz örnek tartılıp üzerine 5 mL petrol eteri eklenmiş ve 3 dak süre ile karıştırılmıştır. Ardından 14-18 µm gözenek çaplı filtre kâğıdı kullanılarak petri kaplarına süzölmüştür. Daha sonra filtre kağıdında kalanları için aynı işlem yapılmıştır. Ardından 70°C'de etüvde 30 dak bekletilmiş ve desikatörde soğutulup tartılmıştır (Tonon vd., 2011). Şekil 3.10'da yüzey yağı miktarı analizine ait bir görüntü verilmiştir.



Şekil 3.10 Yüzey yağı miktarı analizi

3.2.2.5 Enkapsülasyon Etkinliği

Yüzey yağı ve toplam yağ miktarı hesaplandıktan sonra enkapsülasyon etkinliği (EE) Eşitlik 3.6'ya göre hesaplanmıştır (Velasco vd., 2006).

$$EE (\%) = \frac{TY - YY}{TY} \times 100 \quad (3.6)$$

TY: Toplam yağ (g/100 g toz)

YY: Yüzey yağı (g/100 g toz)

3.2.2.6 Protein Tayini

Örneklerinin ham protein miktarı Kjeldahl yöntemiyle belirlenmiştir. 1 g örnek tartılarak üzerine 12 mL sülfürik asit ve 1 adet Kjeldahl tableti ilave edilmiştir. Yakma işlemi yapıldıktan sonra tüpler soğutulup üzerine 75 mL saf su ve 75 mL %33'lük NaOH eklendikten sonra destilasyon ünitesine bağlanmıştır. Destilasyon ünitesinin (Şimşek Labortechnik, TÜRKİYE) diğer tarafına daha önceden hazırlanmış %4'lük borik asit ve metil kırmızısı ile metilen mavisi içeren çözeltiden 25 mL erlene aktarılıp bağlanmıştır. 150 mL destilat toplandıktan sonra 0.1 N HCl ile titre edilmiştir. Ham azot miktarı aşağıdaki Eşitlik 3.7'ye göre hesaplanmıştır (AOAC, 1990). Jel için 5.4, Pas için 6.38, soya proteini için ise 6.25 dönüşüm faktörleri kullanılmıştır.

$$Toplam\ azot\ (\%) = \frac{(A - B) \times N \times 0.014}{M} \times 100 \quad (3.7)$$

A: Titrasyonda harcanan 0.1 N HCl (mL)

B: Kör deneme için harcanan 0.1 N HCl (mL)

N: HCl'nin normalitesi (0.1 N)

M: Örnek miktarı

3.2.2.7 Termo Gravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Kapsüllerin termal özellikleri DSC kullanılarak belirlenmiştir. Film örnekleri tartılarak 10°C/dak hızla sıcaklık artışı yapılmış ve 20°C'den 450°C'ye sıcaklık taraması yapılmıştır. TGA analizi için 3 mg kapsül örneği tartılarak 10°C/dak hızla 40°C'den 600°C'ye ısıtılarak termal bozulma sıcaklığı tespit edilmiştir (Anbinder vd.,2011).

3.2.2.8 Çözünürlük

Çözünürlük analizi Cano-Chauca vd. (2005) tarafından uygulanan yöntemde bazı değişiklikler yapılarak gerçekleştirilmiştir. 0.50 g örnek tartılarak üzerine 50 mL su eklenmiştir ve 30 dak çalkalamalı inkübatörde 150 rpm'de çalkalanmıştır. Ardından örnekler tüplere alınarak 3000 g hızında 5 dak santrifüj edilmiştir. Santrifüj işleminden sonra üstte kalan fazdan 25 mL önceden darası alınan petrilere aktarılarak 70°C'de sabit tartıma gelene kadar bekletilmiş ve çözünürlük (%) ağırlık farkından hesaplanmıştır.

3.2.2.9 Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk

Kapsül örneklerinin yığın yoğunluğunu belirlemek amacıyla 50 mL'lik ölçülü silindir içerisine hava boşluğu kalmayacak şekilde ve herhangi bir basınç uygulamadan 2 g örnek tartılmıştır. Ardından kütle/hacim oranından yığın yoğunluğu hesaplanmıştır (Bhandari vd., 1992).

Sıkıştırılmış yoğunluk ise 2 g örneğin tartıldığı silindirik kabın 20 defa sert bir zemine vurulduktan sonraki hacim okunarak yine kütle/hacim oranından hesaplanmıştır (Beristain ve Vernon-Carter, 2001).

3.2.2.10 Hausner Oranı ve Carr İndeksi

Kapsüllerin Hausner (HO) ve Carr indeksi (CI) Eşitlik 3.8 ve Eşitlik 3.9'a göre yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluktan yararlanarak hesaplanmıştır.

$$CI = \frac{YY - SY}{SY} \times 100 \quad (3.8)$$

$$HO = \frac{SY}{YY} \quad (3.9)$$

YY: Yığın yoğunluğu

SY: Sıkıştırılmış yoğunluk

3.2.2.11 Islanabilirlik

Mikrokapsüllerin ıslanabilirlik analizini ölçmek amacıyla 250 mL'lik bir behere 100 mL saf su aktarılmıştır. Beherdeki su yüzeyinin 10 cm üzerinden 0.1 g mikrokapsül suya bırakılıp aynı anda zaman ölçülmüştür. Partiküller tamamen ıslanmaya kadar geçen zaman (s) kaydedilmiştir (Jinapong vd., 2008).

3.2.2.12 Kuru Madde

Kurumadde analizi için ilk olarak kurutma kapları 105°C'de 15 dak tutulup desikatöre alınmıştır. Ardından kurutma kaplarının darası alınmış ve kurutma kabına yaklaşık 5 g örnek tartılıp ve 12 saat 105°C'de kurutulmuştur. Oluşan ağırlık kaybından kuru madde oranı hesaplanmıştır (AOAC, 1990).

3.2.2.13 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Kapsüllerin yüzey görüntülerinin incelenmesi için SEM görüntüleri alınmıştır. Örnekler altın ile kaplanarak 2 kV ivmelenme gerilimi altında incelenmiştir (Picciho vd., 2018).

3.2.3 Depolama Çalışması

Depolama aşamasında optimizasyon çalışması sonucunda elde edilen optimum koşullarda üretilen TE, ÇE, BY kapsülleri ve saf BY depolanmıştır. Örnekler iki farklı

sıcaklıkta depolanmıştır (60°C, 4 gün ve oda sıcaklığında 1 ay). TE, ÇE ve BY kapsüllerinden yağ ekstrakte edilerek bazı analizler yapılmıştır. Depolama aşamasında SYA, peroksit değeri (PD), tiyobarbütirik asit (TBA), p-anisidin değeri (p-AD), konjuge dien-trien analizleri gerçekleştirilmiştir. Söz konusu analizler 60°C’de 0. saat, 1. saat, 3. saat, 5. saat, 8. saat, 24. saat, 48. saat, 72. saat ve 96. saatte; 25°C’de 0. gün, 1. gün, 3. gün, 7. gün, 15. gün ve 30. günde gerçekleştirilip takip edilmiştir. Şekil 3.11’de depolanana örneklerai görüntüler verilmiştir.



Şekil 3.11 Depolama aşaması

3.2.3.1 Yağın Ekstraksiyonu

Emülsiyonlardan yağ ekstraksiyonu, Eisinaıt vd. (2020) tarafından uygulanan yöntemegöre gerçekleştirilmiştir. Emülsiyonlar, doymuş sodyum klorür çözeltisi ile 1:1 oranında karıştırılmıştır. Karışım 30 dak 40°C’de tutulmuş ve 10 dak 6000 rpm’de santifürüj edilmiştir. Üstte ayrılan lipid tabakası tekrar aynı prosedüre göre ekstrakte edilmiştir. Ekstrakte edilen yağ SYA, TBA, PD, konjuge dien-trien ve p-AD analizlerinde kullanılmıştır.

Kapsüllerden yağ ekstraksiyonu Dominian ve Wasak’ın (2008) belirttiğı yöntemegöre yapılmıştır. Toz örnekler üzerine 60 mL kloroform ve 30 mL metanol eklenip 30 dak boyunca manyetik karıştırıcı yardımı ile karıştırılmıştır. Ardından 10 mL saf su eklenip faz ayrımından yararlanıp yağ-çözücü karışımı ayrıştırılmıştır. Ardından evaporatör yardımı ile çözücü uzaklaştırılıp örnek etüvde 70°C’de 2 saat bekletilerek yağ elde edilmiştir.

3.2.3.2 SYA

Örneklerden 0.5 g örnek tartılarak üzerine 50 mL dietileter: etanol (1:1) ilave edilmiştir. Ardından üzerine 1 mL %1'lik fenolfitalein indikatörü eklenmiştir. Daha sonra 0.1 M sodyum hidroksit ile kalıcı pembe renk oluşana kadar (en az 15 s) titrasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. SYA (%) Eşitlik 3.10'a göre oleik asit cinsinden hesaplanmıştır (AOAS, 1994).

$$SYA (\% \text{ oleik asit}) = \frac{(A - B) \times 2.805}{m} \quad (3.10)$$

A: Örnek için harcanan 0.1 M NaOH (mL)

B: Şahit için harcanan 0.1 M NaOH (mL)

m: Örnek ağırlığı

2.805: Dönüşüm faktörü

3.2.3.3 PD

Yaklaşık 2.5-5 g yağ örneği tartılarak üzerine 30 mL asetik asit/kloroform (3:2) çözeltisi eklenmiştir. Daha sonra 1 mL doymuş potasyum iyodür eklenip 2 dak boyunca çalkalanmıştır. Ardından 100 mL saf su ve 1 mL %1'lik nişasta çözeltisi üzerine eklenmiştir. Karıştırıldıktan sonra 0.01 N sodyum tiyosülfat ile titrasyon işlemi yapılmıştır. Sonuç Eşitlik 3.11'e göre hesaplanmıştır (Woyewoda vd., 1986).

$$PD \left(\frac{meq O_2}{kg \text{ yağ}} \right) = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 1000}{M} \quad (3.11)$$

V₂: Örnek için harcanan sodyum tiyosülfat (mL)

V₁: Kör için harcanan sodyum tiyosülfat (mL)

M: Örnek miktarı

3.2.3.4 TBA

TBA analizi standart AOCS metoduna göre gerçekleştirilmiştir. Söz konusu metoda göre; 25 mL’lik balon jojelere 0.50 g yağ örneği tartılıp, üzerine bir miktar 1-bütanol eklenerek çözündürülmüştür. Ardından 1-bütanol ile 25 mL’ye tamamlanmıştır. Bu karışımdan 5 mL alınarak tüplere aktarılıp üzerine taze hazırlanmış 2-TBA çözeltisinden 5 mL konularak, tüpün ağzı sıkıca kapatılıp 95°C’lik su banyosunda 2 saat bekletilmiştir. Ardından tüpler oda sıcaklığına kadar soğutularak oluşan renkli kompleksin UV spektrofotometresinde 532 nm’de absorbansı ölçülmüştür. MAD miktarı $A = \epsilon \cdot b \cdot c$ formülünde (Lambert-Beer formülü) MAD-TBA kompleksi için molar absorbans katsayısı: $\epsilon = 1.56 \times 10^5 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$, $b = 1 \text{ cm}$ ve $A =$ okunan absorbans olacak şekilde yerlerine konularak “c” konsantrasyon değeri hesaplanmıştır.

3.2.3.5 p-AD

p-AD ise AOCS (2017b) metoduna göre tespit edilmiştir. Ekstrakte edilen yağdan 25 mL’lik falkon tüplerine yaklaşık 0.5 g tartılmıştır. Üzerine 10 mL izooktan eklenip karıştırılmıştır. Daha sonra bu çözeltiden 2.5 mL alınıp üzerine 0.5 mL p-AD çözeltisi eklenmiş ve 10 dak bekletilmiştir. Kör için 2.5 mL izooktan ve 0.5 mL p-AD çözeltisi karıştırılıp 10 dak bekletilip 350 nm dalga boyunda okuma gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerler Eşitlik 3.12’ye göre yerleştirilip hesaplama yapılmıştır.

$$p - AD = \frac{1.2 \times (As - Ab) \times 10}{m} \quad (3.12)$$

As: Yağ çözeltisinin p-AD ile reaksiyonu sonrası absorbans değeri

Ab: Yağ çözeltisinin absorbansı

m: Örnek miktarı (g)

3.2.3.6 Konjuge Dien-Trien

Konjuge dienler ve trienler AOCS Ch5-91 (1989) yöntemine göre belirlenmiştir. Yağ örneği izooktan ile seyreltilmiştir. Daha sonra spektrometrede ile 232 nm’de ve 268 nm’de okuma yapılmıştır. Eşitlik 3.13’e göre hesaplama yapılmıştır.

$$K\lambda = \frac{E\lambda}{C \times S} \quad (3.13)$$

$K\lambda$ =232 ya da 270 nm’deki özgül soğurma değeri

$E\lambda$ =232 ya da 270 nm’de okunan absorbans değeri

C =Çözeltinin konsantrasyonu (g/100 mL)

S =Işık yolu uzunluğu (cm)

3.2.4 İstatistiksel Analizler

Elde edilen veriler JMP istatistik programı (SAS Institute Inc., Cary, North Carolina, USA) kullanılarak değerlendirilmiş ve optimum emülsiyon koşulları belirlenmiştir. Depolama çalışmasında elde edilen veriler ANOVA ve Tukey-Kramer testleri ile değerlendirilerek $P<0.05$ güvenlik sınırları dahilinde istatistiksel olarak önemli farklılıklar analiz edilmiş ve hangi örnekler arasındaki farkın önemli olduğu belirlenmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Emülsiyon ile İlgili Sonuçlar

4.1.1 Emülsiyon Üretim Sonuçları

Bu çalışmada üç farklı emülsiyon üretim yöntemi çalışılmış ve bu yöntemler zeta potansiyeli ve damlacık boyutu sonuçlarına göre değerlendirilmiştir. Çalışmada elde edilen damlacık boyutu ve zeta potansiyeli sonuçları Çizelge 4.1’de verilmiştir. Bir emülsiyonun stabilitesi hem bileşimine hem de damlacık boyutuna bağlıdır. Damlacık boyutu küçük olan emülsiyonların stabilitesi artar (Fernandez vd., 2004). Emülsiyonların reoloji, görünüm, stabilite ve kimyasal reaktivite gibi fizikokimyasal özellikleri damlacık boyutuna bağlıdır (McClements, 1996). Damlacık boyutu küçüldükçe emülsiyonlar daha kararlı hale gelir (San Martin-Gonza’lez vd., 2009). Genel olarak, belirli bir emülsiyondaki damlacık boyutu, emülsiyon bileşenlerine, homojenizasyon tekniğine ve çevresel koşullara göre değişir (Dapčević Hadnađev vd., 2013). Zeta potansiyeli, bir emülsiyon sisteminin potansiyel stabilitesinin bir göstergesidir (Shanmugam ve Ashokkumar, 2014). Zeta potansiyelinde -30-+30 mV dışındaki değerler daha kararlı kabul edilir. Yani 30 mV’tan daha büyük veya -30 mV’tan daha küçük potansiyele sahip parçacıklar kararlı olarak kabul edilir (Larsson vd., 2012).

Damlacık boyutu sonuçları değerlendirildiğinde ÇE üretiminde tek adımlı ve membran yönteminde elde edilen değerlerin daha düşük ve birbirine oldukça yakın olduğu görülmektedir. TE üretiminde ise membran yönteminde en düşük damlacık boyutu değeri elde edilirken en yüksek değer iki adımlı yöntemde elde edilmiştir. Zeta potansiyeli sonuçları değerlendirildiğinde, en iyi sonuçların tek adımlı yöntem ile elde edildiği görülmektedir. Damlacık boyutu sonuçları değerlendirildiğinde ise membran yöntemi TE’da en iyi iken ÇE’da tek adımlı yöntem ile beraber en iyi yöntem olarak gözlenmektedir. Fakat tüm bunlarla birlikte membran yöntemi ile emülsiyon üretimi oldukça uzun bir sürede gerçekleştirilmektedir. Bu yönden tek adımlı emülsiyon üretimi daha pratik ve hızlı bir yöntem olarak seçilmiştir. Ayrıca tek adımlı emülsiyon yöntemi zaman ve üretim maliyeti açısından daha verimlidir (Carlotti vd., 2005). Morais vd.

(2009), kanola, soya fasulyesi yağı, tutku meyvesi yağı, buğday tohumu yağı, hint yağı, zeytinyağı, silikon ve mineral yağları ile tek adımlı emülsiyon yöntemi kullanarak ÇE üretmiştir. Bu ÇE’larda emülgatör olarak Span 80 ve KremophorRH40 kullanılmıştır. Çalışmada, başarılı çoklu emülsiyonlar elde edilmiş, bu ÇE’ların geçici olmadığı ve 60 günlük test periyodunda stabil kaldıkları belirlenmiştir. Çalışmamızda elde edilen veriler ışığında tek adımlı emülsiyon yöntemi seçilerek ÇE üretilmiş ve optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir.

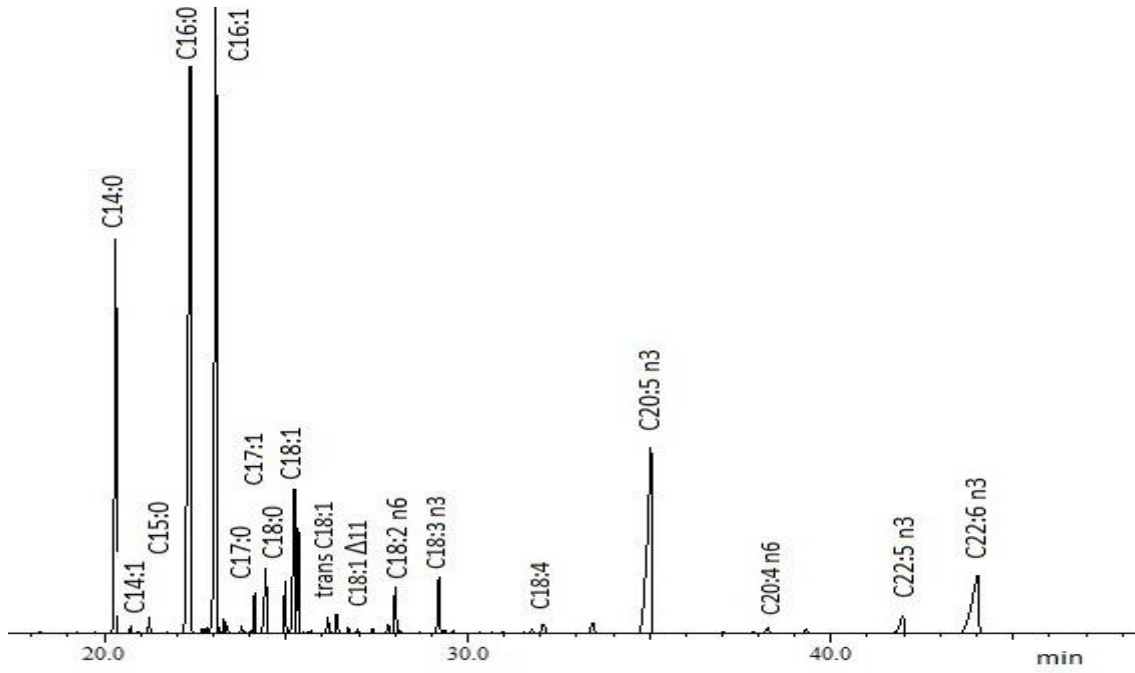
Çizelge 4.1 Farklı yöntemlerle üretilen emülsiyonların sonuçları

YÖNTEM	ÇOKLU EMÜLSİYON		TEKLİ EMÜLSİYON	
	Damlacık Boyutu (nm)	Zeta Potansiyeli (mV)	Damlacık Boyutu (nm)	Zeta Potansiyeli (mV)
TEK ADIMLI	247.9±8.0 ^B	-41.05±0.76 ^C	253.6±23.2 ^{AB}	-41.74±1.96 ^C
İKİ ADIMLI	337.5±35.3 ^A	-35.77±1.40 ^B	271.5±24.7 ^A	-25.07±0.54 ^B
MEMBRAN	248.2±8.1 ^B	-27.74±0.63 ^A	219.7±8.1 ^B	-20.32±0.19 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.1.2 Ringa Balığı Yağının Yağ Asidi Bileşimi

BY’nın yağ asidi bileşimi Şekil 4.1’de ve Çizelge 4.2’de verilmiştir. Ringa balığı yağında toplam tekli doymamış yağ asidi %26.64±0.09, toplam n-3 %26.79±0.21, toplam n-6 %2.53±0.51 oranında bulunmuştur. Ayrıca EPA (C20:5n3) %13.78±0.16, DHA (C22:6n3) %9.06±0.09 oranında bulunmuştur. Diğer yüksek oranda bulunan yağ asitlerinden C14:0 %6.80±0.14, C16:0 %17.16±0.17, C16:1 %13.69±0.03 ve C18:1 %10.38±0.12 oranlarında bulunmuştur. Çalışmamızda kullanılan ringa balığı yağının yağ asidi kompozisyonu, O’neal ve Kohler (2008) ve Mederios vd., (2006) tarafından tespit edilen değerler ile benzerdir.



Şekil 4.1 Ringa balığı yağının yağ asidi bileşimi

Çizelge 4.2 Ringa balığı yağının yağ asidi bileşimi

Yağ Asidi	%
C14:0	6.80±0.14
C14:1	0.31±0.00
C15:0	0.73±0.00
C16:0	17.16±0.17
C16:1	13.69±0.03
C18:0	3.53±0.09
Trans C18:1	1.15±0.01
C18:1	10.38±0.12
C18:1 (Δ11)	1.11±0.01
C18:2 n6	2.03±0.00
C18:3 n3	1.85±0.04
C18:4	1.55±0.02
C20:5n3	13.78±0.16
C20:4 n6	0.50±0.00
C22:5n3	2.10±0.01
C22:6n3	9.06±0.09
Toplam tekli doymamış	26.64±0.09
Toplam n3	26.79±0.21
Toplam n6	2.53±0.51

4.1.3 Emülsiyon Optimizasyonu

Tek adımlı yöntem kullanılarak üretilen ÇE'larda toplam 27 deneme yapılarak optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon çalışmasında damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi verileri bağımlı değişken olarak seçilmiştir. Optimizasyon çalışmasına ait sonuçlar Çizelge 4.3'te verilmiştir. Optimizasyon çalışması sonucunda homojenizasyon hızının damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi üzerindeki etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($P<0.05$). Homojenizasyon hızı arttıkça damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi azalmıştır. Homojenizasyon süresinin etkisi her iki bağımlı değişken için de önemli değildir. Yağ oranındaki artış damlacık boyutunu arttırmıştır ve istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($P<0.05$). Daha yüksek homojenizasyon oranlarında, çözeltiye daha yüksek enerji yoğunluğu uygulanır ve bu da emülsiyonun damlacık boyutunu doğrudan azaltır (Mulia vd., 2019). Homojenizasyon sırasında damlacık boyutunu azaltmak için yüksek kesme kuvveti ile yüksek enerji girişinin uygulanması gerekir (Yong vd., 2017). Benzer şekilde, yüksek yağ oranı her iki bağımlı değişkenin değerlerinde belirli bir seviyeye kadar düşmeye neden olurken, yüksek yağ oranı beklendiği gibi daha büyük damlacık boyutuna yol açmıştır. Emülgatör miktarının tüm yağ damlacıklarını kaplamaya yetmemesi nedeniyle emülsiyonlarda yağ oranı arttıkça damlacık boyutu da artar (Dapčević Hadnađev vd., 2013). Çalışma sonucunda elde edilen optimum koşullar Çizelge 4.4'te verilmektedir. Optimizasyon denemelerinde damlacık boyutu 126.5-817.1 nm, polidispersidite indeksi ise 0.128-0.518 arasında değişmiştir. Yıldırım vd. (2016), ayçiçeği yağı kullanarak yüksek hızlı homojenizasyon ve ultrasonik homojenizasyon yöntemleri ile ürettikleri S/Y/S emülsiyonunda yüksek hızlı homojenizasyonun daha küçük damlacıklar oluşturduğunu tespit etmiştir. Bou vd. (2014), zeytinyağı ve domuz yağı kullanarak S/Y/S emülsiyonu oluşturmuştur. Üretilen emülsiyonda damlacık boyutu dağılımının homojenizasyon niteliklerine, ikili emülsiyonun bileşimine, bileşenlerin viskozitesine ve ayrıca emülsiyonun konsantrasyonuna ve türüne bağlı olduğu belirtilmiştir. Dapčević Hadnađev vd. (2013), mısır yağı kullanarak ürettikleri Y/S emülsiyonunda yağ fazı oranı ve emülgatör oranının damlacık boyutu dağılımına etkisini araştırmıştır. Elde edilen sonuçlara göre

yağ oranının artması ile polidispersidite indeksinin arttığı, emülgatör oranının artması ile polidispersidite indeksinin azaldığı tespit edilmiştir.

Çizelge 4.3 Emülsiyon üretimi optimizasyon sonuçları

Yağ Oranı (%)	Emülgatör Oranı (%)	Homojenizasyon Hızı (rpm)	Homojenizasyon Süresi (dak)	Damlacık Boyutu (nm)	Polidispersidite İndeksi
30	6	15000	7.5	138.6	0.212
20	8	15000	10	126.5	0.258
30	6	10000	7.5	159.1	0.181
20	4	15000	5	133.2	0.262
30	6	7500	7.5	430	0.29
20	8	7500	5	523.2	0.322
30	4	10000	7.5	138.9	0.284
20	8	15000	5	132.5	0.241
30	6	10000	7.5	164.7	0.194
20	4	15000	10	162.3	0.277
40	8	15000	5	284.4	0.214
30	8	10000	7.5	149.2	0.178
30	6	10000	7.5	152.4	0.178
20	6	10000	7.5	131.9	0.28
30	6	10000	5	180.7	0.128
20	4	7500	5	641	0.378
40	4	15000	5	336.6	0.224
40	8	15000	10	269.8	0.186
20	4	7500	10	495.7	0.308
40	4	7500	5	897	0.518
40	8	7500	10	817.1	0.498
40	8	7500	5	653.13	0.393
40	6	10000	7.5	762.47	0.24
30	6	10000	10	136.1	0.26
40	4	15000	10	257.8	0.179
40	4	7500	10	763.67	0.403
20	8	7500	10	523.2	0.322

Optimizasyonda elde edilen tahmini değerler ile optimum koşullarda elde edilen deneysel veriler Çizelge 4.5'te verilmiştir. Bu koşullarda üretilen BY ve zeytinyağı emülsiyonlarında analizler gerçekleştirilmiştir.

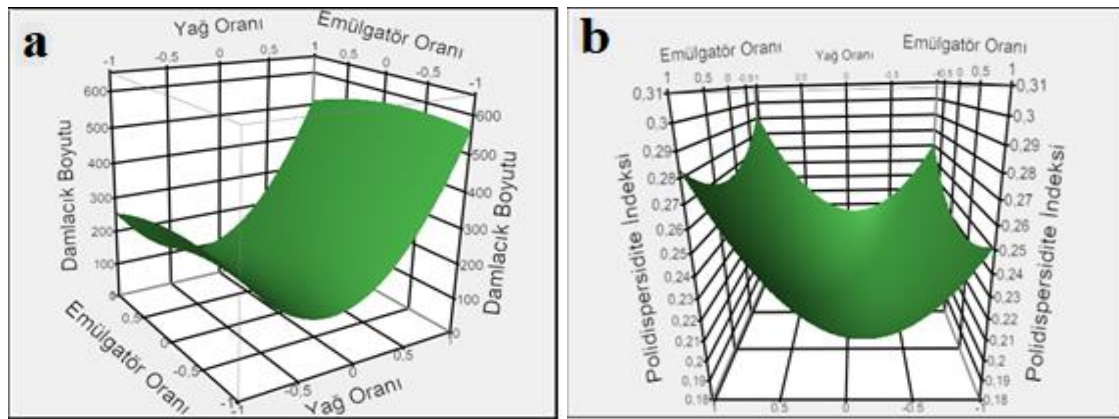
Emülsiyon optimizasyon çalışmasında elde edilen yanıt yüzey grafikleri Şekil 4.2'de verilmiştir.

Çizelge 4.4 Optimum emülsiyon koşulları

Değişkenler	Düzy	Değer
Yağ oranı	0.51	%35.1
Emülgatör oranı	0.45	%6.9
Homojenizasyon hızı	1	15000 rpm
Homojenizasyon süresi	-1	5 dak

Çizelge 4.5 Optimum koşullarda elde edilen tahmini ve deneysel veriler

Damlacık Boyutu (nm)		Polidispersidite İndeksi	
Tahmini	Deneysel	Tahmini	Deneysel
177.81±1.53 ($R^2=0.94$)	180.7±6.6	0.14±0.08 ($R^2=0.88$)	0.13±0.01



Şekil 4.2 Damlacık boyutu (a) ve polidispersidite indeksi (b) grafiği

Emülsiyon optimizasyonu sonucu elde edilen regresyon denklemi damlacık boyutu (DB) için eşitlik 4.1, polidispersidite indeksi (PI) için Eşitlik 4.2'de verilmiştir. Burada yağ oranı YO, homojenizasyon hızı ise HH olarak verilmiştir.

$$DB = 2.20 + (0.15 * YO) - (0.26 * HH) + YO * (YO * 0.24) + HH * (HH * 0.12) \quad (4.1)$$

$$PI = 0.20 - (0.08 * HH) - YO * (HH * 0.05) + YO * (YO * 0.06) + HH * (HH * 0.05) \quad (4.2)$$

4.1.4 pH, İletkenlik ve Asitlik Değeri

Zeytinyağı ve BY'ndan üretilen ÇE'ların pH değerleri sırasıyla 2.89 ± 0.01 ve 2.80 ± 0.01 , asitlik değerleri sırasıyla 0.75 ± 0.10 ve 0.80 ± 0.06 mg KOH/g yağ, iletkenlik değerleri ise sırasıyla 9.65 ± 0.05 ve 9.82 ± 0.11 mS/cm olarak bulunmuştur. Söz konusu değerler Çizelge 4.6'da verilmiştir.

Optimum koşullarda üretilen BY ve zeytinyağı emülsiyonlarında pH, zeytinyağı emülsiyonunda daha yüksek bulunmuştur. Her iki emülsiyonun da asidik bir karakterde olduğu görülmektedir. Her iki emülsiyonun asitlik ve iletkenlik değerleri de birbirine yakın bulunmuştur. Emülsiyonlardaki daha yüksek su içeriği, daha düşük asitliğe ve dolayısıyla daha yüksek pH değerlerine yol açar (Arla vd., 2007). Amerika Birleşik Devletleri Farmakopesi ve Balık Yağları Kodeksi Standardına göre, günlük insan tüketimi için önerilen katı veya sıvı yağların güvenli asitlik değeri 3 mg KOH/g'dan az olmalıdır (Hashim vd., 2023). Bu Çalışmada elde edilen asitlik sonuçları yukarıda belirtilen değerden düşüktür. Khor vd., (2014) dört farklı ticari zeytinyağı emülsiyonun pH değerlerini 2.52, 2.63, 2.85 ve 3.45 olarak tespit etmiştir ve bu sonuçlar mevcut çalışmayla uyumludur. Daha önce, lipofilik emülgatör içeren emülsiyonlarda pH değerinin daha yüksek ve hidrofilik emülgatör içeren emülsiyonlarda daha düşük olduğu, bunun muhtemelen emülgatörlerin polar ve apolar grupları arasındaki bağların tahrip olmasından kaynaklandığı bildirilmiştir (Macedo vd., 2006). İletkenlik, bir ortamda elektrik akımının geçişinin ne kadar kolay olduğunun ve iyonlardan ne derecede etkilendiğinin bir ölçüsüdür (Lutz vd., 2009). Moulai-Mostefa ve Bounmenir (2010), tek adımlı yöntemle elde edilen ÇE'ların iletkenliğini farklı yağ ve emülgatör oranlarında incelemiş ve iletkenlik değerlerini 5.15 ve 8.8 mS/cm arasında bulmuştur. Belirtilen değerlerin bu çalışmayla uyumlu olduğu görülmüştür. Emülsiyon üretiminde tuz kullanıldığı için emülsiyonların iletkenliği yağın kendisine göre oldukça yüksek bulunmuştur.

Çizelge 4.6 ÇE'ların pH, asitlik ve iletkenlik değerleri

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
pH	2.89±0.01 ^A	2.80±0.01 ^B
Asitlik (mg KOH/g yağ)	0.75±0.10 ^A	0.80±0.06 ^A
İletkenlik (mS/cm)	9.65±0.05 ^A	9.82±0.11 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.1.5 Viskozite

Zeytinyağı ve BY ÇE'ların viskozite değerleri sırasıyla 2.50±0.00 ve 3.75±0.00 cP olarak bulunmuştur (Çizelge 4.7). Çizelge 4.7'de görüldüğü gibi BY emülsiyonunun viskozite değeri zeytinyağı emülsiyonuna göre biraz daha yüksektir ve bu fark anlamlı bulunmuştur ($p<0.05$). Bu farkın BY emülsiyonunun polidispersidite indeksinin zeytinyağı emülsiyonuna göre daha yüksek olmasından kaynaklanmıştır. Viskozite, bir sıvının akışa karşı direncinin doğrudan ölçümüdür ve sıvı performansının (pompalanabilirlik, damlacık parçalanması, emülsiyon oluşumu, akış ve şekillendirilebilirlik) ve sıvı kalitesinin (doku, aroma salınımı, stabilite ve görünüm) birçok yönünü etkiler (Abbas vd., 2010). Jiao ve Burgess'e (2003) göre, S/Y/S emülsiyonlarının viskozitesi hacim fraksiyonuna bağlıdır. Sistemdeki birincil S/Y emülsiyonu ve iç sulu fazdan dış sürekli faza veya tam tersi su difüzyonu, S/Y'yun hacim fraksiyonunu etkiler. Daha büyük damlacık boyutuna sahip emülsiyonlar için viskozite daha yüksektir (Khadem ve Sheibat-Othman, 2019). Bu çalışmada daha küçük damlacık boyutundan dolayı viskozite nispeten düşük bulunmuştur.

Çizelge 4.7 ÇE'ların viskozite değerleri

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
Viskozite (cP)	2.50±0.00 ^B	3.75±0.00 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.1.6 Renk

ÇE'ların L, a*, b* ve bu değerlerle hesaplanan Bİ değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir. Zeytinyağı emülsiyonunun L değeri 97.93±0.04, a* değeri -7.59±0.29, b*

değeri 10.95 ± 0.18 , Bİ 87.87 ± 0.87 olarak bulunmuştur. BY emülsiyonunun ise L değeri 96.09 ± 0.82 , a^* değeri -7.77 ± 0.23 , b^* değeri 8.44 ± 0.73 ve Bİ 87.87 ± 0.87 olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.8’de görüldüğü gibi emülsiyonların L^* değerleri oldukça yüksektir. Zeytinyağı emülsiyonun L^* değeri BY emülsiyonuna göre daha yüksek bulunmuştur. Emülsiyonların a^* değerleri birbirlerine oldukça yakın iken zeytinyağı emülsiyonun b^* değeri BY emülsiyonuna göre daha yüksek bulunmuştur. Emülsiyonların Bİ birbirine oldukça yakın bulunmuş ve aradaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır ($p > 0.05$). Renk, tüketicilerin kalite algısını etkileyen en önemli özelliklerden biri olup, gıda kabulünde üstün bir konuma sahip olup, meyvelerin, içeceklerin, yağların ve hatta emülsiyonların doğrudan kalite tahmini olarak da kullanılabilmektedir (Granato ve Masson, 2009). L numunenin parlaklığını temsil ederken, a ve b renk koordinatlarını verir. Pozitif a değerleri kırmızılığı, negatif a değerleri yeşilliği, pozitif b değerleri sarılığı, negatif b değerleri ise maviliği gösterir (Mehrnia vd., 2016). Daha küçük damlacık boyutunun parlaklığın artmasına yol açtığı bildirilmektedir (Chantrapornchai vd., 1998). Çalışmamızda üretilen emülsiyonların damlacık boyutu düşük bulunduğundan emülsiyonların parlaklığı oldukça yüksek bulunmuştur. Emülsiyonların damlacık boyutları yakın olduğundan parlaklık değerleri de yakın sonuçlar sergilemiştir. Emülsiyonlarda kullanılan yağın karakteristik renginden dolayı sarılık ve yeşillik değerler elde edilmiştir. Li ve Abbaspourrad (2022), Hindistan cevizi yağı ve kanola yağını kullanarak bir S/Y/S emülsiyonu üretmiştir. Bu emülsiyonlarda lipofilik emülgatör olarak poligliserin polirisinolat, hidrofilik emülgatör olarak ise Tween 20 kullanılmıştır. Üretilen emülsiyonlara ayrı ayrı Jel, guar gam. k-karraagenan, KİT, gliserol eklenmiştir. Bu emülsiyonlarda renk ölçümü sonucu negatif a^* ve negatif b^* değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 4.8 ÇE’ların renk değerleri

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
L	97.93 ± 0.04^A	96.09 ± 0.82^B
a^*	-7.59 ± 0.29^A	-7.77 ± 0.23^A
b^*	10.95 ± 0.18^A	8.44 ± 0.73^B
Bİ	86.52 ± 0.31^A	87.87 ± 0.87^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.1.7 Zeta Potansiyeli, Damlacık Boyutu ve Polidispersidite İndeksi

ÇE'lara ait zeta potansiyeli, damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi verileri Çizelge 4.9'da verilmiştir. Zeytinyağı emülsiyonunun zeta potansiyeli -50.30 ± 1.70 mV, damlacık boyutu 180.7 ± 6.6 nm, polidispersidite indeksi 0.13 ± 0.006 olarak bulunmuştur. BY emülsiyonunun zeta potansiyeli -48.56 ± 1.06 mV, damlacık boyutu 135.7 ± 2.6 nm, polidispersidite indeksi 0.18 ± 0.01 olarak bulunmuştur. Çalışmamızda elde edilen damlacık boyutları ve polidispersidite indeksi değerleri düşük bulunmuştur. Bunun yanı sıra zeta potansiyeli değerleri de negatif bir değerde olup düşük olarak tespit edilmiştir.

Elektrokinetik potansiyel olarak da adlandırılan Zeta potansiyeli, bir elektrik alanı altında hareket eden bir kolloid parçacığının kayma düzlemindeki potansiyelidir (Bhattacharjee, 2016). Zeta potansiyeli, parçacık dağılımlarındaki elektrostatik etkileşimleri kontrol eden önemli bir parametredir ve bu nedenle kolloidal dağılımların kararlılığının anlaşılmasında önemlidir. Süspansiyon ve emülsiyon formülasyonlarını optimize etmek ve uzun vadeli stabiliteyi tahmin etmeye yardımcı olmak için kullanılabilir (Kaszuba vd., 2010). Zeytinyağı emülsiyonunun zeta potansiyeli -50.30 ± 1.70 mV, BY emülsiyonunun ise -48.56 ± 1.06 mV bulunmuştur. Zeta potansiyeli, güçlü elektrostatik itme olarak çift emülsiyonların stabilitesine katkıda bulunur. Negatif zeta potansiyeli değerleri parçacıklar arasında itici etkileşime neden olur, bu da topaklanmayı önler ve sisteme iyi fiziksel ve biyokimyasal stabilite sağlar (Kumar vd., 2022). Benzer sonuçlar daha önce Kim vd. (2016) tarafından da soya fasulyesi yağından üretilen S/Y/S emülsiyonları için rapor edilmiştir. Wang vd. (2010), soya fasulyesi yağı ile üretilen Y/S emülsiyonlarında zeta potansiyelini -30.7 ile -49.5 mV arasında tespit etmiştir.

Daha küçük nanoemülsiyon damlacıkları, eşdeğer geleneksel emülsiyonlara göre yerçekimsel ayrılma, toplanma ve birleşmeye karşı daha yüksek stabiliteye yol açar (Mayer vd, 2013). Yuan vd. (2022), nisin yüklü emülsiyonlarda benzer damlacık boyutunu elde etmiştir. Polidispersidite indeksi, bir emülsiyon numunesinin damlacık boyutuna dayalı heterojenliğinin bir ölçüsüdür (Mudalige vd, 2019). Bu indeks boyutsuzdur ve 0.05'ten küçük değerlerin öncelikle oldukça tek dağılımlı standartlarda görüneceği şekilde ölçeklendirilmiştir. 0.7'den büyük polidispersidite indeksi değerleri

numunenin çok geniş bir parçacık boyutu dağılımına sahip olduğunu gösterir. Polidispersidite indeksi temel olarak belirli bir örnek içindeki popülasyon büyüklüğü dağılımının bir temsilidir. Polidispersidite indeksinin sayısal değeri 0 (mükemmel bir örnek ve parçacık boyutu için) ile 1 arasında değişir. 0.2'den düşük değerler, polimer bazlı nanopartikül malzemeler için pratikte kabul edilebilir olarak kabul edilir (Danaei vd, 2018). Çizelge 4.8'de görüldüğü gibi emülsiyonların damlacık boyutu oldukça düşük bulunmuştur. Zeytinyağı emülsiyonunun damlacık boyutu BY emülsiyonundan daha büyük olmasına karşın polidispersidite indeksi değeri daha düşük bulunmuştur.

Çizelge 4.9 ÇE'ların zeta potansiyeli, damlacık boyutu ve polidispersidite indeksi sonuçları

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
Zeta potansiyeli (mV)	-50.30±1.70 ^A	-48.56±1.06 ^A
Damlacık boyutu (nm)	180.7±6.6 ^A	135.7±2.6 ^B
Polidispersidite İndeksi	0.13±0.006 ^B	0.18±0.01 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

Bamba vd. (2018), yaban mersini posasından polifenollerin ve antosiyaninlerin Pas proteinleri ile stabilize edip ÇE üretmiştir. Üretilen ÇE'da homojenizasyon parametrelerini incelenmiştir. Homojenizasyon koşullarını basınç 50-100-200 MPa, homojenizasyon hızı 3000-6000-12000 rpm, ikincil emülsiyon için homojenizasyon süresi 10-15-20 dak, birincil emülsiyon için homojenizasyon süresi 2-5-10 dak olacak şekilde ayarlanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre nispeten küçük parçacık boyutuna (ortalama çap 400 nm'den az), nispeten düşük polidispersidite indeksine (0.25'in altında) ve yüksek negatif yüzey yüküne (-40 mV'un altında) sahip çoklu nanoemülsiyonların 50 ve 100 MPa'da elde edildiği belirtilmiştir. Loi vd. (2019), protein ile stabilize edilmiş Y/S emülsiyonunda mono ve digliseritlerin etkisini araştırmıştır. Üretilen emülsiyonlar 28 gün boyunca depolanmıştır. 0. günde emülsiyonların damlacık boyutlarının 136.6-178.4 nm, polidispersidite indeksinin 0.169-0.223, zeta potansiyellerinin ise -28.3 ile -46.5 mV arasında olduğu tespit edilmiştir. Loi vd. (2019), mikroakışkanlaştırma yöntemi ile Y/S emülsiyonları üretmiştir. Üretilen emülsiyonlara farklı oranlarda süt proteinleri (SK, Pas) ile gliserol monooleat ilave edilmiştir. Bu emülsiyonlar 45°C'de 28 gün depolanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre emülsiyonların 0. günde damlacık

boyutları 176.1-191.3 nm, polidispersidite indeksi 0.158-0.201, zeta potansiyeli -38.1 ile -50.3 mV arasındadır. Yukarıda da görüldüğü gibi çalışmamızdaki damlacık boyutu, polidispersidite indeksi ve zeta potansiyeli sonuçları literatür ile uyumlu sonuçlar göstermektedir.

4.1.8 Kremalaşma İndeksi

Zeytinyağı ve BY ÇE'lerinin kremalaşma indeksi sırasıyla 8.02 ± 0.66 ve 13.58 ± 0.54 olarak bulunmuş ve sonuçlar Çizelge 4.10'da verilmiştir. Kremalaşma indeksi, emülsiyon stabilitesinin bir ölçüsü olarak hesaplanmıştır. Damlacık boyutu emülsiyon stabilitesi ile oldukça ilişkilidir. Stokes yasasına göre küçük boyutlu damlacıklar, emülsiyon stabilitesini artırır ve yerçekimsel ayırma için emülsiyon stabilitesini azaltır (Hong vd., 2018). Bu çalışmada nanometre boyutlu emülsiyonlar üretildiğinden kremalaşma indeksi de düşük bulunmuştur. Bu da emülsiyon stabilitesini artıran bir durumdur. Su ve yağ fazları arasındaki yoğunluk farkı, dış fazın viskozitesi, iç fazın damlacıkları arasındaki etkileşimler vb. gibi birçok faktörden etkilenir (Dima ve Dima, 2018). %0 ile %20 arasındaki kremalaşma indeksi değerleri, daha düşük serum ayrışmasını ve daha yüksek emülsiyon stabilitesini gösterir (Zungur vd., 2015). Bu çalışmada üretilen zeytinyağı ve BY emülsiyonlarının söz konusu oranlar arasında olduğu görülmektedir. Çalışmamızda bulunan değerler Li vd. (2014) tarafından daha önce bildirilen değerlerle iyi bir uyum içerisindedir. Çizelge 4.9'da görüldüğü gibi zeytinyağı emülsiyonunun kremalaşma indeksi daha düşük bulunmuştur ($p < 0.05$). Raghavendra ve Raghavarao (2010), Hindistan cevizi sütü emülsiyonlarını protein ile stabilize etmiştir. Üretilen kontrol emülsiyonlarda kremalaşma indeksi 27.7 bulunmuştur. Ghasemi vd. (2020), soya fasulyesi yağı ile S/Y/S ÇE'u üretmiştir. Bu emülsiyonlarda birincil emülsiyonlar %25, %40 ve %50 olmak üzere 3 farklı konsantrasyonda üretilmiştir. 15. günde %25 birincil emülsiyon içeren ÇE'da kremalaşma indeksi yaklaşık olarak %55, %40 birincil emülsiyon içeren ÇE'da kremalaşma indeksi yaklaşık olarak %42, %50 birincil emülsiyon içeren ÇE'da ise kremalaşma indeksi yaklaşık olarak %30 olarak tespit edilmiştir. Çalışmamızda bulunan kremalaşma indeksinin literatüre göre nispeten daha düşük olduğu görülmektedir. BY emülsiyonunun daha yüksek polidispersidite indeksine sahip olmasından dolayı

kremalaşma indeksinin zeytinyağı emülsiyonuna göre daha yüksek olduğu düşünülmektedir.

Çizelge 4.10 ÇE'lerin kremalaşma indeksi sonuçları

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
Kremalaşma İndeksi (%)	8.02±0.66 ^B	13.58±0.54 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.1.9 ÇE Verimi

Zeytinyağı ve BY ÇE'larına ait verim oranları Çizelge 4.11'de verilmiştir. Verim, başlangıçtaki birincil emülsiyonun iç su damlacıklarının hacim fraksiyonuyla karşılaştırıldığında, emülsiyonun hazırlanmasından sonra yağ fazında tutulan iç sulu fazın yüzdesi olarak tanımlanır (Oppermann vd., 2018). Zeytinyağı emülsiyonunun verimi %87.72±0.69, BY emülsiyonunun ise %87.57±1.36 olarak bulunmuştur. Bu çalışmada üretilen zeytinyağı ve BY emülsiyonlarının verimlerinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.11 ÇE'lerin verim sonuçları

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
Verim (%)	87.72±0.69 ^A	87.57±1.36 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

Su vd. (2006) tarafından yapılan bir ikili emülsiyon çalışmasında emülgatör oranının verimi önemli bir şekilde etkilediğini ve emülgatör oranının arttıkça verimin de artış gösterdiği belirlenmiştir. Oppermann vd. (2018), tween 20 ile stabilize ettikleri ÇE'da %100'e yakın bir verim elde etmiştir. Pas proteini ve Jel ile stabilize edilen ÇE'larda ise %60-%75 arasında verim bulunmuştur. Surh vd. (2007), ürettikleri ÇE'larda %96-99 arasında bir verim elde etmiştir.

4.1.10 In-vitro Sindirim

Emülsiyonların In-vitro sindirimi sonucunda salınan SYA oranı Çizelge 4.12’de verilmiştir. Zeytinyağı emülsiyonunun %SYA oranı 78.07 ± 0.57 , BY emülsiyonunun ise 72.75 ± 0.87 olarak tespit edilmiştir. Çoğu In-vitro model, emülsiyonların, gıda sindiriminin ana aşamalarını (ağız, mide ve ince bağırsak) temsil eden koşullara maruz kaldığında geçirdiği fizikokimyasal değişiklikleri ölçer. Literatür modelleri, bu biyolojik sıvıların bileşiminin yanı sıra bir veya daha fazla sindirim aşamasının, alıkonma sürelerinin, pH değerinin ve konsantrasyonların dahil edilmesi açısından farklılık gösterir (Maldonado-Valderrama, 2019). Çalışmamızda emülsiyonların sindirimleri yüksek bulunmuştur. Marze vd. (2014), dört tip yağdan oluşan lipoliz damlacıklarını mikroakışkanlarla kaydederek gösterdiği gibi, yağın türü de lipolizi etkileyebilir. Damlacık boyutundaki azalmanın hızı zeytinyağı>BY sırasını takip etmiştir. Bunun nedeni, daha uzun yağ asitlerinin lipaz aktivitesini azalttığı trigliseritlerdeki lipaz özgülüğü ve toplu ölçümler ve önceki arayüzey gerilim çalışmaları ile uyumlu olarak farklı çözünürlüktür (Reis vd., 2009). Önceki çalışmalar uzun zincirli yağ asitli emülsiyonlarının orta zincirli yağ asitli emülsiyonlarından daha yavaş sindirildiğini bildirmiştir (Sek vd, 2006; Yang ve McClements, 2013). Bu etki, uzun zincirli emülsiyonlarının sindirim ürünlerinin yağ-su arayüzünde birikme eğiliminde olması ve dolayısıyla lipazın damlacık yüzeylerine erişimini kısıtlaması gerçeğine atfedilmiştir. Tersine, orta zincirli emülsiyonlarının sindirim ürünleri suya karşı daha yüksek bir afiniteye sahiptir ve bu nedenle hızla çevredeki sulu faza doğru hareket eder, böylece lipid yüzeylere lipaz tarafından erişim daha kolay hale gelir (Devraj vd., 2013). Naso vd. (2023), laktoglobulin (%4.95) ile stabilize ettikleri zeytin yağı emülsiyonunda %80’e yakın bir SYA oranı elde etmişlerdir. Rahmani-Manglano vd. (2022), emülsifiyer olarak %6 oranında Pas proteini kullanarak ürettikleri BY emülsiyonunda %70 civarında SYA oranı tespit etmişlerdir. Çalışmamızda literatürde de belirtildiği gibi BY emülsiyonu zeytinyağı emülsiyonundan daha düşük bir sindirime sahip olmuştur. Çalışmamızda elde edilen sonuçlar literatür ile uyumlu sonuçlar göstermiştir.

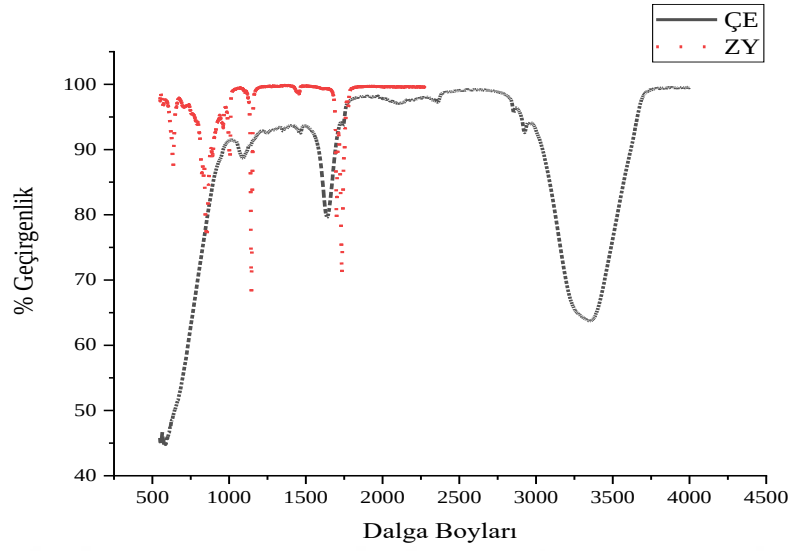
Çizelge 4.12 ÇE'ların In-vitro sindirim sonuçları

	Zeytinyağı Emülsiyonu	BY Emülsiyonu
SYA (%)	78.07±0.57 ^B	72.75±0.87 ^A

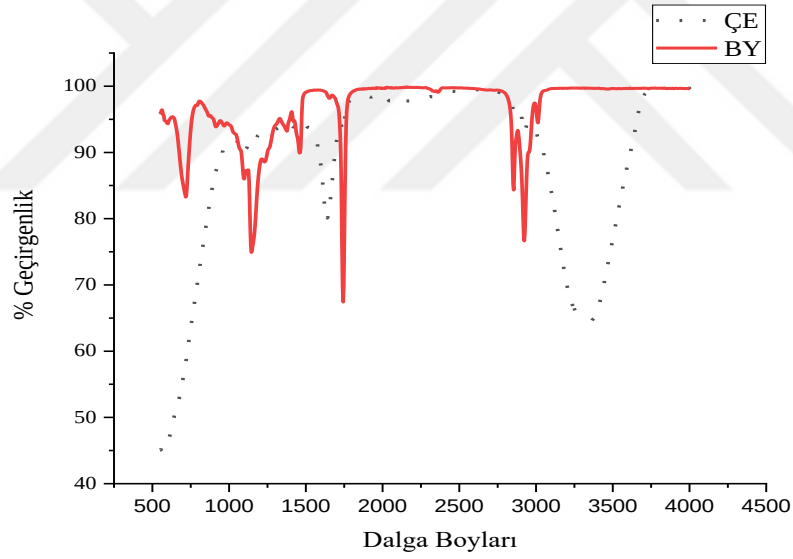
Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.1.11 FTIR

FTIR, gıda bileşenlerinin tanımlanması ve kantitatif analizi için hızlı ve güçlü bir analitik teknik olarak ortaya çıkmıştır. FTIR spektrumları parmak izi analitik tekniğidir, dolayısıyla belirli bir bölgenin seçilmesiyle gıda numunelerindeki ilgili analit(ler)in tanımlanması, doğrulanması ve kantitatif analizi gibi bazı analitik amaçlara ulaşılabilir (Indrayanton ve Rohman, 2020). Zeytinyağı ve zeytinyağı emülsiyonuna ait FTIR grafiği sırasıyla Şekil 4.3'te verilmiştir. BY ve BY emülsiyonuna ait FTIR grafiği sırasıyla ise Şekil 4.4'te verilmiştir. Emülsiyonların FTIR görüntülerine bakıldığında, ikili emülsiyonda 3347 cm⁻¹'de görülen pik O-H gerilmesine aittir. 1637 cm⁻¹'de gözlemlenen pik, -COOH gruplarının simetrik ve asimetrik gerilme titreşimleriyle ilişkilidir (Ding vd., 2022). 1091 cm⁻¹'de görülen pik C-O geriliminden kaynaklanmaktadır (Shaddel vd., 2018). Zeytinyağında görülen 2922 ve 2853 cm⁻¹'deki pikler metilen (-CH₂) grubunun asimetrik ve simetrik esneme titreşiminden kaynaklanmaktadır. 1744 cm⁻¹'deki pik, trigliseritlerin ester karbonil fonksiyonel grubuna bağlıdır. 1461cm⁻¹'deki pikler, CH₂ ve CH₃ alifatik gruplarının bükülme titreşimlerinden, 1376 cm⁻¹'deki pikler CH₂ ve CH₃ alifatik gruplarının bükülme titreşimlerinden, 1236 ve 1160 cm⁻¹'deki pikler C-O gerilmesinden, 1117 ve 1095 cm⁻¹'deki pikler C-O ester grubunun gerilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. 721 cm⁻¹'deki pik metilenin (-CH₂) sarsılma titreşiminden ve cis-disüstitüe olefinlerin düzlem dışı titreşiminin üst üste binmesinden kaynaklanmaktadır (Rohman ve Man, 2010). 2360 cm⁻¹'de görülen sinyal oldukça düşüktü (Hirri vd., 2016). Zeytinyağında görülen pikler emülsiyonda da küçük sinyaller olarak görüldü. Zeytinyağının aksine, 1637.88 ve 3347.14 cm⁻¹'de görülen pik sırasıyla span 80 ve tween 20'den kaynaklanmaktadır (Khan vd., 2015).



Şekil 4.3 Zeytinyağının (ZY) ve zeytinyağı emülsiyonunun FTIR grafiği

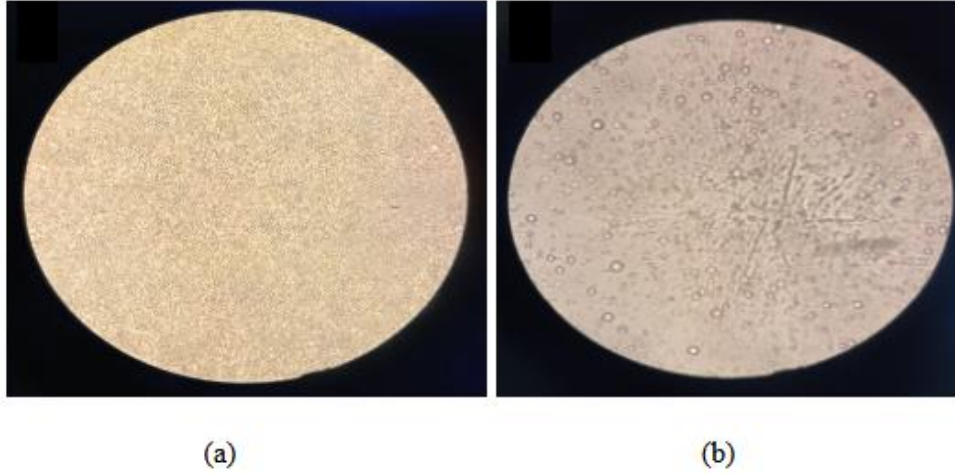


Şekil 4.4 BY'nın ve BY emülsiyonunun FTIR grafiği

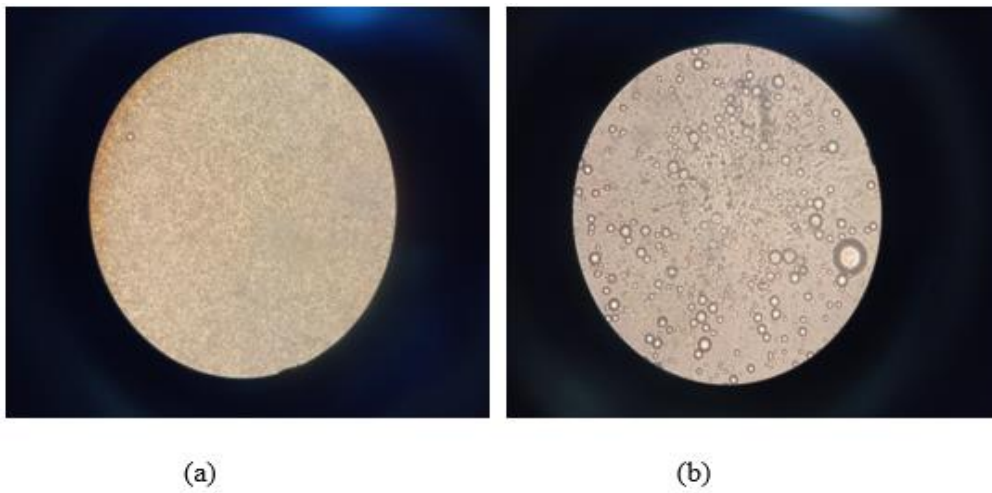
4.1.12 Emülsiyon Morfolojisi

Emülsiyonların morfolojisinin incelenmesi amacıyla optik görüntüleri alınmıştır. Zeytinyağı emülsiyonuna ait mikroskop görüntüsü Şekil 4.5'te verilmiştir. BY emülsiyonuna ait mikroskop görüntüsü ise Şekil 4.6'da verilmiştir. Emülsiyonların optik görüntüsüne bakıldığı zaman damlacıklar oldukça homojen bir şekilde dağıldığı

görülmektedir. Ayrıca, S/Y/S ikili emülsiyonunun yapısı, çift emülsiyonun başarılı bir şekilde oluşturulduğunu gösteren görüntülerde açıkça görülebilmektedir. Birden fazla yapı ve birkaç küçük iç su damlacığı içeren yağ kürecikleri gözlenmiştir. Benzer şekilde trans-resveratrol içeren S/Y/S ÇE’u üreten Matos vd. (2014), tarafından da gözlenmiştir. Karakaş vd. (2022), *Lactobacillus plantarum* ELB90 suşunu, elektrospreyleme yoluyla ürettikleri aljinat tanecikleri yüklü ikili emülsiyon (S/Y/S) içerisine kapsüllemiş ve bu çalışmada elde edilen görüntülere benzer S/Y/S görüntüleri elde etmiştir. Benichou vd. (2007), B1 vitamini yüklü, Pas ve polisakkarit kompleksi ile stabilize ettikleri S/Y/S ÇE’unda da benzer mikroskobik görüntüler elde etmiştir.



Şekil 4.5 Zeytinyağı emülsiyonunun mikroskop görüntüsü (400× (a) ve 1000× (b))



Şekil 4.6 BY emülsiyonunun mikroskop görüntüsü (400× (a) ve 1000× (b))

4.2 Enkapsülasyon ile İlgili Sonuçlar

4.2.1 Kapsül Üretim Yöntemleri

PK ve DK yöntemleri ile elde edilen kapsüllerde verim, etkinlik, protein, damlacık boyutu, DSC, TGA, FTIR, analizleri yapılmıştır. PK’da 3 farklı sıcaklık ile çalışılmıştır. Kapsüllerin verim sonuçları Çizelge 4.13, enkapsülasyon etkinliği sonuçları Çizelge 4.14, protein oranı sonuçları Çizelge 4.15’te verilmiştir. Kapsüllerin L değeri Çizelge 4.16, a* değeri Çizelge 4.17, b* değeri ise Çizelge 4.18’de verilmiştir.

Çizelge 4.13 Enkapsülasyon verimi sonuçları

Enkapsülasyon Verimi (%)				
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	42±1.9 ^{Bc}	58.3±2.9 ^{Ab}	60.7±0.9 ^{Ab}	95±1.4 ^{Aa}
Pas	60.6±0.9 ^{Ab}	60.8±0.2 ^{Ab}	55±2.4 ^{Ab}	95.8±1.1 ^{Aa}
Soya	27.9±0.8 ^{Cb}	26.6±0.4 ^{Bb}	27.9±0.2 ^{Bb}	94.0±1.4 ^{Aa}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Optimum koşullara üretilen emülsiyonlardan hem DK hem de PK ile kapsüller elde edilmiş ve bu yöntemler bazı analizler ile karşılaştırılmıştır. Çizelge 4.13 ve 4.14’te görüldüğü gibi hem etkinlik hem de verim sonuçlarında DK yönteminde en yüksek değerler bulunmuştur. Enkapsülasyon etkinliği, çekirdek malzemenin ne kadar başarılı bir şekilde kapsüllendiğinin bir ölçüsüdür. Bu nedenle, toz parçacıkları üzerindeki yüzey yağının daha düşük olması, daha iyi enkapsülasyon etkinliği anlamına gelir (Yaman vd., 2023).

Çizelge 4.14 Enkapsülasyon etkinliği sonuçları

Enkapsülasyon Etkinliği (%)				
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	85.2±0.8 ^{Ac}	91.9±1.5 ^{Ab}	98.3±0.7 ^{Aa}	95.4±0.5 ^{Aa}
Pas	77.4±0.4 ^{Bb}	69.2±0.7 ^{Bc}	63.7±1.0 ^{Bd}	95.1±0.6 ^{Ba}
Soya	42.0±1.3 ^{Cb}	36±2.7 ^{Cbc}	32.00±1.3 ^{Cc}	93.1±1.2 ^{Ca}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Quispe-Condori vd. (2011) keten yağını zein ile püskürterek ve DK yöntemi ile zein proteini kullanarak kapsül üretmiştir ve DK'da daha yüksek verim elde etmiştir. Benzer şekilde Tan vd. (2009) ve Parris vd. (2005) DK'da daha yüksek verim elde etmiştir. Ayrıca Quispe-Condori vd. (2011) DK'da PK'dan daha yüksek enkapsülasyon etkinliği sonucu bulmuşlardır. PK ile elde edilen Jel kapsüllerinde sıcaklık arttıkça hem verim hem de etkinlik oranı artış göstermiştir ve bu sonuç protein oranı ile paralellik göstermiştir. Pas proteini kapsüllerinde ise PK'da sıcaklık arttıkça verim ve etkinlikte azalma görülmüştür. Yine bu durum protein oranı ile paralellik göstermiştir. Soya proteininde ise sıcaklık arttıkça verim değerleri pek değişmezken etkinlik düşüş göstermiştir. Benzer şekilde sıcaklık arttıkça protein oranı da düşüş göstermiştir (Çizelge 4.15). Kapsüllerin protein oranı %23.89 ile %50.83 arasında değişmektedir. PK 140, 160, 180°C'de ve DK ile elde edilen Jel kapsüllerinin protein oranı sırasıyla 39.75 ± 0.66 , 43.40 ± 0.43 , 48.54 ± 0.86 , 46.87 ± 1.51 bulunmuştur. PK 140, 160, 180°C'de ve DK ile elde edilen pas proteini kapsüllerinin protein oranı sırasıyla 43.77 ± 0.50 , 41.62 ± 1.51 , 36.71 ± 0.38 , 50.83 ± 1.14 bulunmuştur. PK 140, 160, 180°C'de ve DK ile elde edilen soya proteini kapsüllerinin protein oranı sırasıyla 32.12 ± 1.11 , 24.61 ± 0.15 , 23.89 ± 0.13 , 42.09 ± 1.12 bulunmuştur.

Çizelge 4.15 Kapsüllerin protein oranı sonuçları

	Protein Oranı (%)			
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	39.75 ± 0.66^{Bc}	43.40 ± 0.43^{Abc}	48.54 ± 0.86^{Aa}	46.87 ± 1.51^{ABab}
Pas	43.77 ± 0.50^{Ab}	41.62 ± 1.51^{Ab}	36.71 ± 0.38^{Bc}	50.83 ± 1.14^{Aa}
Soya	32.12 ± 1.11^{Cb}	24.61 ± 0.15^{Bc}	23.89 ± 0.13^{Cc}	42.09 ± 1.12^{Ba}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Protein oranı en yüksek DK yöntemi ile üretilen Pas proteini kapsüllerinde bulunmuştur. Di Girgio vd. (2019), BY'nı soya fasulyesi proteini ile PK yoluyla kapsüllemiştir. Kapsülleme işleminden önce emülsifikasyonu ultratüraks ve ultratüraks+ultrases dalgaları olmak üzere iki farklı şekilde gerçekleştirilmiştir. 1:1 oranda kaplanan BY kapsüllerinde protein oranı ultratüraks yönteminde 52.36 ± 1.12 , ultratüraks+ultrases dalgaları yönteminde 38.78 ± 0.39 olarak tespit edilmiştir.

Kapsüllerin L* değerlerine bakıldığı zaman PK'da sıcaklık arttıkça Jel ve Pas proteini kapsüllerinde azalma görülmüştür. Soya proteininde ise 160°C'de artış görülmüş, 180°C'de tekrar düşüş görülmüştür. 140 ve 160°C'de en yüksek L* değeri Pas proteininde, 180°C'de Jel'de, DK'da ise Pas proteininde bulunmuştur. Kapsüllerin a* değerinde ise Jel'de sıcaklık arttıkça düşüş görülürken Pas ve soya proteinlerinde dalgalanmalar elde edilmiştir. Kapsüllerin b* değerinde ise PK'da sıcaklık arttıkça Jel kapsüllerinde düşüş gözlenirken soya proteini kapsüllerinde artış görülmüştür. Pas proteininde ise 160°C'de düşüş gösterip 180°C'de tekrar artmıştır.

Çizelge 4.16 Kapsüllerin L değeri

	L			
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	60.13±1.78 ^{Ba}	56.94±0.78 ^{Bb}	58.20±0.25 ^{Aab}	52.99±0.80 ^{Bc}
Pas	63.98±0.87 ^{Aa}	60.49±0.76 ^{Ab}	55.16±1.10 ^{Bc}	58.32±0.84 ^{Ab}
Soya	46.10±0.42 ^{Cb}	50.10±0.87 ^{Ca}	46.40±1.30 ^{Cb}	51.04±1.18 ^{Ba}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Çizelge 4.17 Kapsüllerin a* değeri

	a*			
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	2.83±0.14 ^{Bab}	2.59±0.06 ^{Bbc}	2.32±0.03 ^{Cc}	3.29±0.33 ^{Ba}
Pas	2.44±0.05 ^{Cb}	2.36±0.02 ^{Bb}	3.70±0.27 ^{Ba}	1.73±0.22 ^{Cc}
Soya	5.58±0.18 ^{Aa}	5.32±0.16 ^{Aa}	5.70±0.25 ^{Aa}	5.28±0.17 ^{Aa}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Çizelge 4.18 Kapsüllerin b* değeri

	b*			
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	8.61±0.04 ^{Ca}	8.15±0.18 ^{Cb}	7.00±0.10 ^{Cc}	8.35±0.16 ^{Bab}
Pas	11.16±0.14 ^{Bab}	10.29±0.03 ^{Bb}	11.61±0.26 ^{Ba}	8.98±0.63 ^{Bc}
Soya	12.57±0.19 ^{Ab}	13.77±0.11 ^{Aa}	13.78±0.07 ^{Aa}	12.47±0.16 ^{Ab}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Guo vd. (2021), Jel ve GA ile kapladıkları yağ mikrokapsüllerinde L* değerini 50-55, a* değerini 2-4, b* değerini ise 12-18 arasında bulmuştur. Chitprasert ve Ngamekaue (2017), fesleğen uçucu yağını Jel ile kapsüllemişlerdir ve b* değerini 0. günde 5-14 arasında olduğunu belirtmiştir. Comunian vd. (2020), nar çekirdeği yağını Pas proteini ve modifiye nişasta ile kapsüllemiş ve 0. günde a* değerini 0.37, b* değerini ise 11.22 olarak tespit etmiştir. Rusli vd. (2006), Pas proteini ve soya proteini ile beraber kapladıkları tuna balığı yağını püskürterek kaplamış ve L* değerini 64.8-67, a* değerini -1.3 ile -1.1 ve b* değerini de 4.1-4.6 arasında tespit etmiştir. Di Giorgio vd. (2019), PK yöntemi ile soya proteinini kullanarak 1:1 oranda kaplanan BY mikrokapsüllerinde a* değerini 0.46, b* değerini ise 11.10 olduğunu belirtmiştir. Çalışmamızda üretilen kapsüllerde pozitif a* ve pozitif b* değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 4.19 Kapsüllerin damlacık boyutu sonuçları

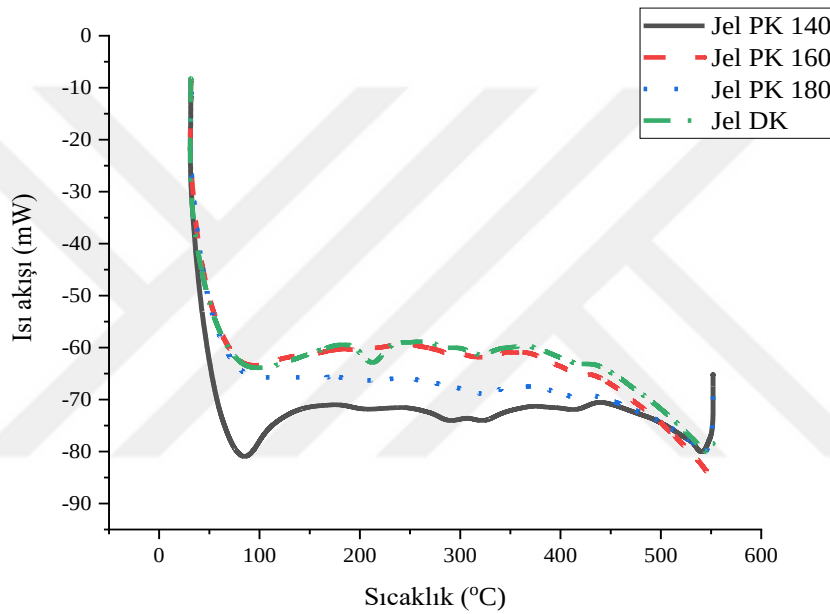
	Damlacık Boyutu (µm)			
	PK 140°C	PK 160°C	PK 180°C	DK
Jel	0.69±0.08 ^{Bbc}	0.54±0.02 ^{Bc}	1.77±0.15 ^{Bb}	8.91±0.66 ^{Aa}
Pas	0.47±0.08 ^{Bc}	1.37±0.23 ^{Ba}	0.85±0.08 ^{Cb}	1.60±0.10 ^{Ca}
Soya	2.13±1.03 ^{Ab}	8.96±2.86 ^{Aa}	5.67±0.33 ^{Aab}	5.48±2.73 ^{Bab}

Büyük harfler proteinler arasındaki farkı, küçük harfler ise proteinlerin kendi arasındaki farkı göstermektedir.

Bir diğer önemli özellik ise tozun stabilitesini ve akış özelliklerini etkilediği için parçacık boyutudur (Hernandez vd., 2020). PK ve DK yöntemleri ile elde edilen kapsüllere ait damlacık boyutu sonuçları Çizelge 4.19’da verilmiştir. Jel kapsülü için PK 140, 160 ve 180°C ve DK için sırasıyla 0.69±0.08, 0.54±0.02, 1.77±0.15, 8.91±0.66 µm’dir. Pas proteini kapsülü için PK 140, 160 ve 180°C ve DK için sırasıyla 0.47±0.08, 1.37±0.23, 0.85±0.08, 1.60±0.10 µm bulunmuştur. Soya proteini kapsülü için PK 140, 160 ve 180°C ve DK için sırasıyla 2.13±1.53, 8.96±2.86, 5.67±0.33, 5.48±2.73 µm olarak tespit edilmiştir. PK yöntemi ile üretilen kapsüllerde en yüksek damlacık boyutları soya kapsüllerinde elde edilmiştir. DK yöntemi ile üretilen kapsüllerde ise en yüksek boyut Jel’de, en düşük boyut ise Pas proteini kapsülünde elde edilmiştir. PK ve DK karşılaştırıldığında ise Jel ve Pas proteininde DK’da daha yüksek damlacık boyutu elde edilmiştir. Zhu vd. (2021), üretilen mikrokapsüllerde DK’da PK’ya göre daha

yüksek damlacık boyutu değeri elde etmiştir. Bu çalışmada soya proteininde ise PK 160°C’de en yüksek damlacık boyutu sonucu elde edilmiştir. Soya örneklerinde PD’da yüksek damlacık boyutlarının elde edilmesinin düşük verim sonuçlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

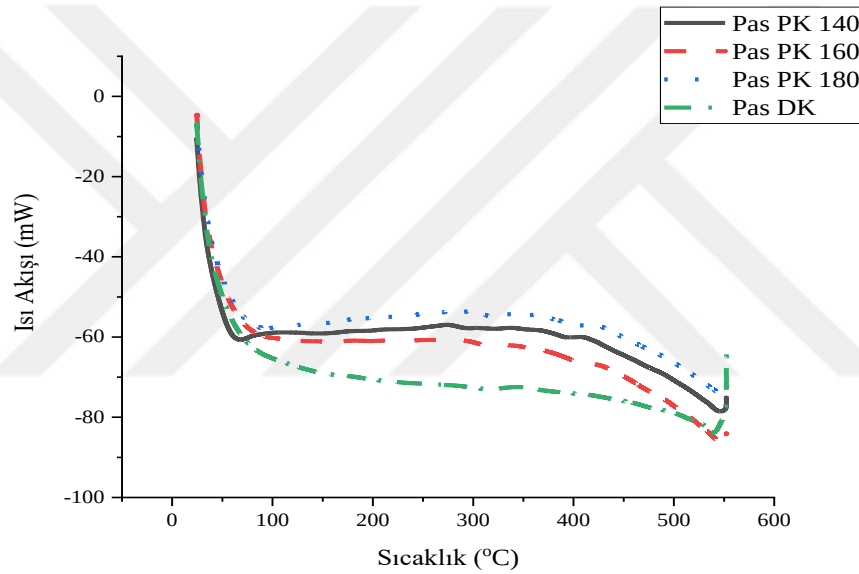
PK ve DK yöntemiyle elde edilen Jel kapsüllere ait DSC grafiği Şekil 4.7’de, Pas proteinlerine ait DSC grafiği Şekil 4.8, soya proteinin DSC grafiği ise Şekil 4.9’da verilmiştir. DSC termogramları CGS ve özgül ısı kapasitesini (ΔC_p) vermektedir.



Şekil 4.7 Jel kapsüllerine ait DSC grafiği

CGS değerinin altındaki sıcaklıklarda depolama genellikle daha uzun depolama sürelerine yol açabilir. Sıcaklık CGS’nin üzerine çıktığında moleküler uyarılma artar ve yapışkanlık ve kristalleşme gibi termodinamik, kimyasal ve yapısal dönüşüme katkıda bulunur (Wang vd., 2020). Materyal depolama koşulları CGS’nin altında tutulduğu sürece yağın hapsolması korunur (Karel ve Lund, 2003). Bir malzemenin ısı kapasitesi son derece önemli bir termal özellik olmasına rağmen, kantitatif C_p ölçümleri nadiren yapılır, ancak bu, bir DSC ile kabul edilebilir bir zaman aralığı içinde mümkün olur (Mathot ve Pijpers, 1989). C_p , malzemenin birim kütlesi başına sıcaklığının 1°C/K artması için emdiği ısı/enerji miktarıdır. Malzemelerin temel termofiziksel

özelliklerinden biridir. Aynı zamanda doğası gereği termodinamiktir. Endüstriyel ortamlarda geniş uygulamalara sahiptir. Çoğu durumda proses ve ekipman tasarımı ve optimizasyonunda enerji dengelerini kurmak için kullanılır, ancak aynı zamanda entalpi, entropi ve diğer termodinamik fonksiyonları elde etmek için de kullanılır. Spesifik ısı kapasitesi, moleküller arası etkileşim, termal iletkenlik, faz kararlılığı ve enerji depolama kapasitesi dahil olmak üzere birkaç faktör tarafından belirlenebilir. Gıda ürünlerinin özgül ısı kapasitesi, gıda endüstrisindeki ısı transfer proseslerinin ve üretim ekipmanlarının modellenmesinde ve tasarımında, gıdaların diğer temel termofiziksel özelliklerinin yanı sıra büyük önem taşımaktadır (Zhu, 2015).

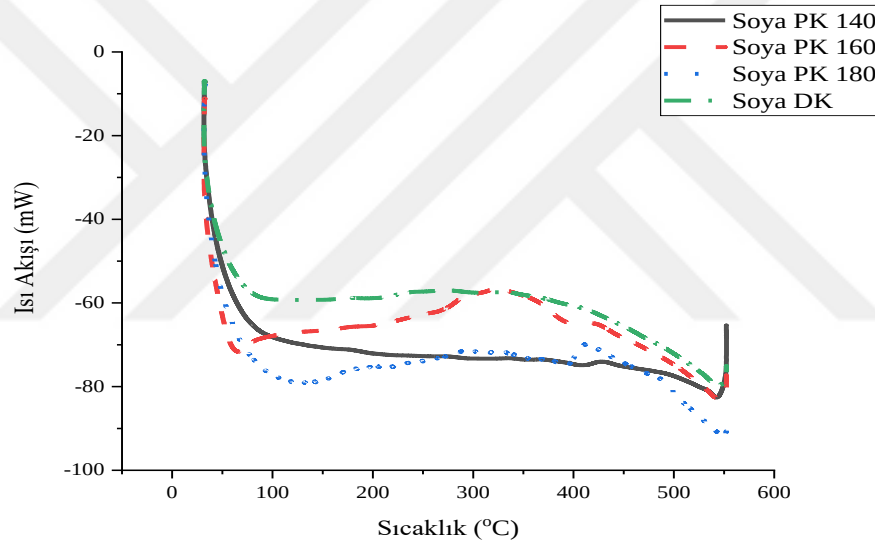


Şekil 4.8 Pas proteini kapsüllerine ait DSC grafiği

PK 140°C'de üretilen Jel için CGS 45.185°C, Cp 6.145 mW, Pas için CGS 37.235°C, Cp 4.847 mW, soya için CGS 47.374°C, Cp 6.382 mW olarak tespit edilmiştir. PK 160°C'de üretilen Jel için CGS 59.333°C, Cp 0.248 mW, Pas için CGS 40.332°C, Cp 8.577 mW, soya için CGS 39.916°C, Cp 6.21 mW olarak tespit edilmiştir. PK 180°C'de üretilen Jel için CGS 84.933°C, Cp 0.384 mW, Pas için CGS 40.365°C, Cp 2.819 mW, soya için CGS 46.537°C, Cp -8.69 mW olarak tespit edilmiştir. DK'da üretilen Jel için CGS 38.649°C, Cp 5.298 mW, Pas için CGS 41.732°C, Cp 15.006 mW, soya için CGS 43.063°C, Cp 2.543 mW olarak tespit

edilmiştir. Genellikle PK'da sıcaklık artışı ile CGS'nın da artış gösterdiği gözlenmektedir. CGS kurutma sırasında parçacık nem içeriğindeki değişikliklerden güçlü bir şekilde etkilenir. Düşük nem içeriğine sahip katı bileşenler daha yüksek CGS sıcaklığına sahiptir (Islam vd., 2010). Daha yüksek sıcaklıkta daha fazla kuruma olacağından çalışmamızda yüksek sıcaklıklarda daha yüksek CGS elde edilmiştir.

Diğer taraftan erime sıcaklığı Jel PK 140 için 45.15°C, Jel PK 160 için 57.54°C, Jel PK 180 için 84.88°C, Jel DK için ise 38.62°C bulunmuştur. Pas PK 140, Pas PK 160, Pas PK 180 ve Pas DK örnekleri için erime sıcaklığı sırasıyla 37.20, 40.29, 40.12 ve 41.69°C olarak tespit edilmiştir. Soya PK 140, Soya PK 160, Soya PK 180 ve Soya DK örnekleri için erime sıcaklığı sırasıyla 47.18, 39.84, 41.71 ve 42.69°C bulunmuştur.



Şekil 4.9 Soya proteini kapsüllerine ait DSC grafiği

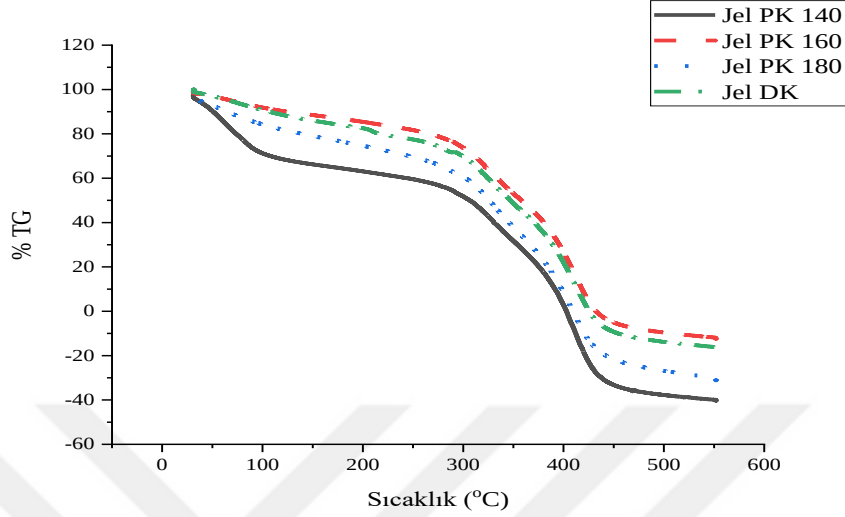
PK ile elde edilen Jel kapsüllerinde sıcaklık artıkcça CGS da artmıştır. Benzer durum Pas proteini kapsüllerinde de görölmüştür. Jel kapsülleri arasında en düşük CGS DK yönteminde, Pas proteininde ise PK 140°C'de elde edilen kapsülde bulunmuştur. Soya proteini kapsüllerinde ise PK 160°C'de en düşük, 140°C'de ise en yüksek CGS tespit edilmiştir. Tang ve Li (2013), soya yağını soya proteini veya laktoz ile 1:1 oranda PK ile kapsüllemiştir. Bazı örneklere ön ısıtma uygulayıp bazılarına uygulamamıştır. Elde edilen kapsüllerde CGS değerlerini 43.44-54.2°C arasında olduğu gözlenmiştir. Frascareli vd. (2012), kahve yağını Pas proteini ile PK yöntemi ile kapsüllemiştir.

Mikrokapsüllerin 0.113 su aktivitesinde 55.73°C, 0.226 su aktivitesinde 50.97°C, 0.328 su aktivitesinde 49.49°C, 0.432 su aktivitesinde 44.87°C, 0.529 su aktivitesinde 43.44°C, 0.689 su aktivitesinde 38.71°C, 0.753 su aktivitesinde 33.24°C, 0.843 su aktivitesinde 27.19°C CGS değerlerine sahip olduklarını belirlemiştir. Malacrida vd. (2014), Jel ve nişasta kullanarak kapsüllenen zerdeçal oleorezin mikrokapsüllerinde farklı su aktivitelerindeki CGS değerlerini belirlemiştir. 0.112 su aktivitesinde 71.9°C, 0.225 su aktivitesinde 70.9°C, 0.320 su aktivitesinde 69.6°C, 0.432 su aktivitesinde 68.8°C, 0.529 su aktivitesinde 54.6°C, 0.645 su aktivitesinde 23.5°C, 0.755 su aktivitesinde 10.8°C CGS değerleri tespit edilmiştir.

PK ve DK sonucu elde edilen Jel kapsüllerinin TGA grafiği 4.10'da, Pas proteini kapsüllerinin TGA grafiği Şekil 4.11'de, soya proteininin TGA grafiği Şekil 4.12'de verilmiştir. TGA, mikrokapsüllerin ısı stabilitesini belirlemek için kullanılır (Tang vd., 2017). TGA, numuneyi kontrollü bir atmosfere ve sıcaklık programına tabi tutarken, bir numunenin kütle değişimini zamanın veya sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçmek için kullanılan bir yöntemdir. Numunenin kesin kütle değişimi gözlemlenerek numune içinde meydana gelen ayrışma, kristalleşme, yanma, indirgeme, oksidasyon, buharlaşma, desorpsiyon ve adsorpsiyon gibi çeşitli reaksiyonlar titizlikle araştırılabilir (Hatakyema vd., 2000).

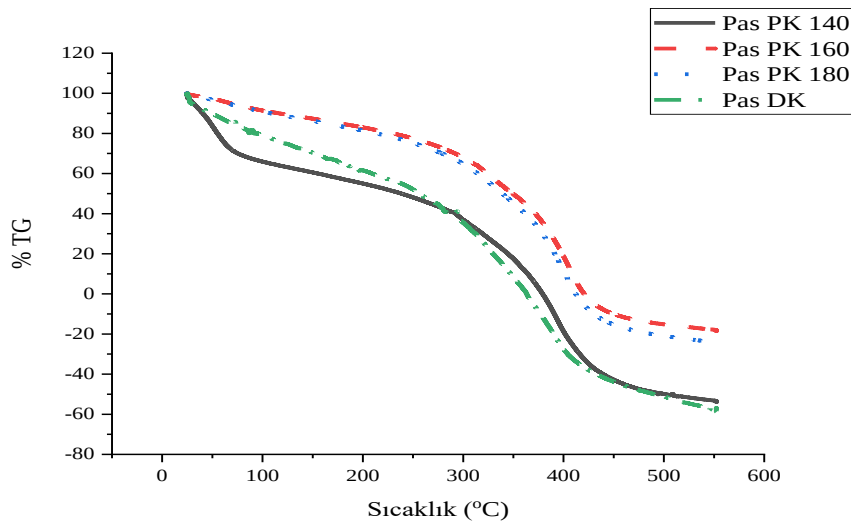
PK 140°C'de üretilen Jel kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 31.60-402.90°C, Pas kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 25.12-379.13°C, soya kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 32.91-415.03°C arasında tespit edilmiştir. PK 160°C'de üretilen Jel kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 32.83-431.98°C, Pas kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 24.55-420.60°C, soya kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 25.13-364.48°C arasında olduğu belirlenmiştir. PK 180°C'de üretilen Jel kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 35.63-409.48°C, Pas kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 30.40-411.89°C arasında olduğu gözlenmiştir. PK 180°C'de üretilen soya kapsüllerinin ağırlık kaybının ise başlangıç sıcaklığı 27.77°C, ancak 552.22°C sıcaklığında bile %1.73 oranında kütesinin kaldığı belirlenmiştir. DK yöntemi ile üretilen Jel kapsüllerinin ağırlık kaybı için başlangıç sıcaklığı 23.56°C, bitiş sıcaklığı 425.44°C, Pas kapsülleri için başlangıç sıcaklığı 24.85°C, bitiş sıcaklığı 363.71°C, soya

kapsülleri için ise başlangıç sıcaklığı 27.79°C, bitiş sıcaklığı 377.73°C olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.10 Jel kapsüllerinin TGA grafiği

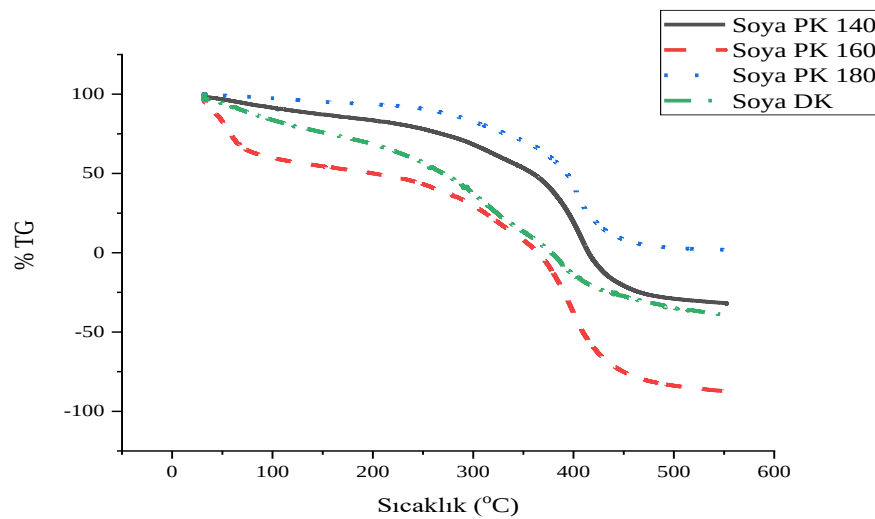
Şekil 4.10’da görüldüğü gibi PK 140°C’de üretilen Jel kapsüllerinin ağırlık kaybı diğer Jel kapsüllerine göre daha hızlı gerçekleşmiştir. Ardından daha hızlı ağırlık kayıpları sırasıyla PK 180°C, DK ve PK 160°C’de üretilen Jel kapsüllerinde tespit edilmiştir. Jel kapsüllerinde 100°C’de ağırlık kayıpları şu şekildedir: PK 140°C’de %28.77, PK 160°C’de %8.09, PK 180°C’de %15.68, DK’da ise %8.88’dir.



Şekil 4.11 Pas proteini kapsüllerinin TGA grafiği

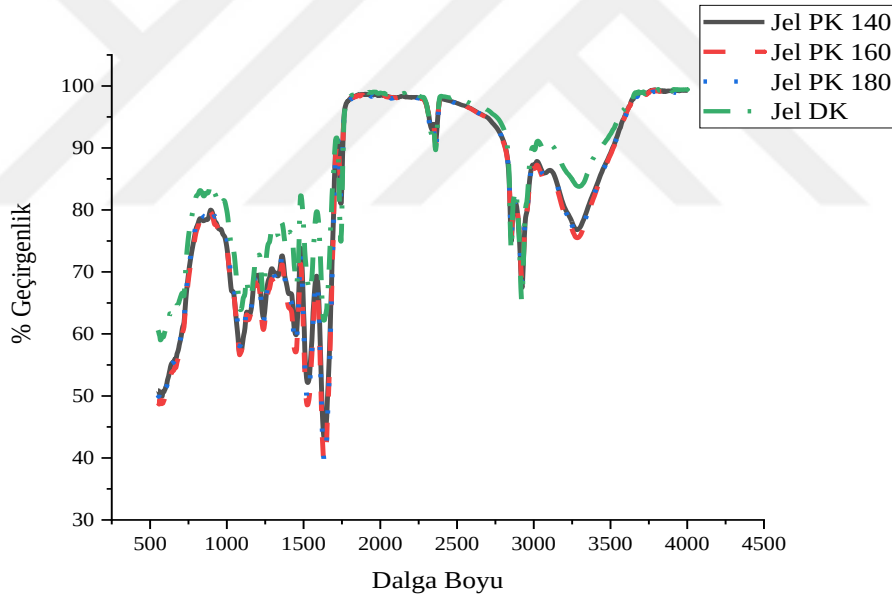
Şekil 4.11’de görüldüğü gibi PK 140°C’de üretilen Pas kapsüllerinin ağırlık kaybı diğer Pas kapsüllerine göre daha hızlı gerçekleşmiştir. Ardından daha hızlı ağırlık kayıpları sırasıyla DK, PK 180°C ve PK 160°C’de üretilen Pas kapsüllerinde tespit edilmiştir. Pas kapsüllerinde 100°C’de ağırlık kayıpları şu şekildedir: PK 140°C’de %34.05, PK 160°C’de %8.56, PK 180°C’de %9.32, DK’da ise %21.28’dir. Şekil 4.12’de görüldüğü gibi PK 160°C’de üretilen soya kapsüllerinin ağırlık kaybı diğer soya kapsüllerine göre daha hızlı gerçekleşmiştir. Ardından daha hızlı ağırlık kayıpları sırasıyla DK, PK 140°C ve PK 180°C’de üretilen Jel kapsüllerinde tespit edilmiştir. Soya kapsüllerinde 100°C’de ağırlık kayıpları şu şekildedir: PK 140°C’de %8.52, PK 160°C’de %39.95, PK 180°C’de %2.59, DK’da ise %16.19’dur.

Jel kapsüllerine ait FTIR grafiği Şekil 4.13’te, Pas proteini kapsüllerine ait FTIR grafiği Şekil 4.14’te, soya proteini kapsüllerine ait FTIR grafiği ise Şekil 4.15’te verilmiştir. FTIR Spektroskopisi, gıda kimyasından klinik uygulamaya kadar farklı alanlarda elde edilen numunelerin analizinde yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Titreşimsel spektroskopi, belirli bir bileşiğin kimyasal bağları ile kızılötesi (IR) radyasyon arasındaki etkileşimden yararlanır. Bu, analiz edilen numunenin parmak izi olan bir kızılötesi spektrum üretecektir. Bir IR spektrumu 3 alt bölgeye ayrılabilir: uzak IR ($< 400 \text{ cm}^{-1}$), orta IR ($4000-400 \text{ cm}^{-1}$) ve yakın IR ($13000-4000 \text{ cm}^{-1}$). Tipik olarak biyolojik numunelerin analizi için orta IR bölgesi kullanılır (Magalhaes vd., 2021).



Şekil 4.12 Soya proteini kapsüllerinin TGA grafiği

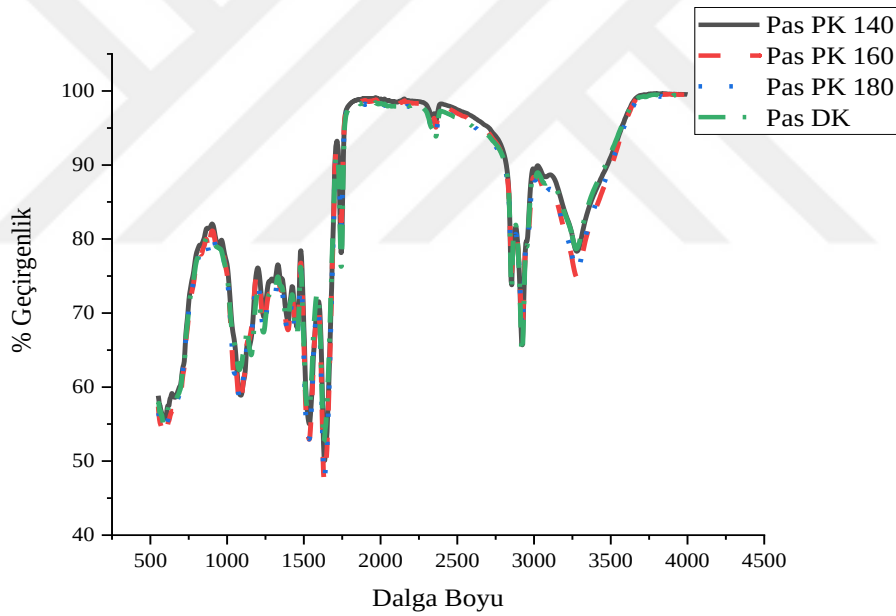
Kapsüllerim FTIR sonuçlarına bakıldığı zaman PK ve DK'da Jel kapsüllerinin spektrumları oldukça benzer çıkmıştır. Benzer durum Pas ve soya proteininde de gözlenmiştir. Jel kapsüllerinde görülen 3228 cm^{-1} 'deki bant, amid A olarak adlandırılan amid gruplarının N-H gerilme titreşimlerini temsil etmektedir. Jel kapsüllerinde 2922 ve 2853 cm^{-1} 'de gözlenen bantlar $-\text{CH}_2-$ 'deki asimetrik ve simetrik C-H gerilme titreşimlerini göstermektedir (Sutaphanit ve Chitprasert, 2014). 2360 cm^{-1} 'deki pik span 80'e ait aromatik halkadan kaynaklanmaktadır (Khan vd. 2015). 1635 ve 1527 cm^{-1} 'deki bantlar alken/aromatik $-\text{C}=\text{C}-$ gerilme titreşimlerinden kaynaklanmıştır. $-\text{CH}_3$ 'teki asimetrik ve simetrik C-H bükülme titreşimleri 1451 cm^{-1} 'de gözlemlenmiştir. Amit III bandını temsil eden küçük tepe noktası da 1238 cm^{-1} 'de bulunmuştur (Sutaphanit ve Chitprasert, 2014). 1084 - 1095 cm^{-1} arasındaki pikler C-O ester grubunun gerilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır (Çakmak-Arslan, 2022).



Şekil 4.13 Jel kapsüllerinin FTIR grafiği

Jel kapsülünden farklı olarak Pas proteini ve soya kapsülünde görülen 1535 - 1536 cm^{-1} 'deki pik amid II titreşimleri ve C-N titreşiminden, 1395 - 1397 cm^{-1} 'deki pik CH_3 deformasyonu ya da COO^- gerilmesinden, 3277 - 3279 cm^{-1} 'deki pik ise moleküller arasındaki hidrojen bağları veya su ile interaksiyondan kaynaklanmaktadır (Tan vd., 2019; Kim vd., 2023).

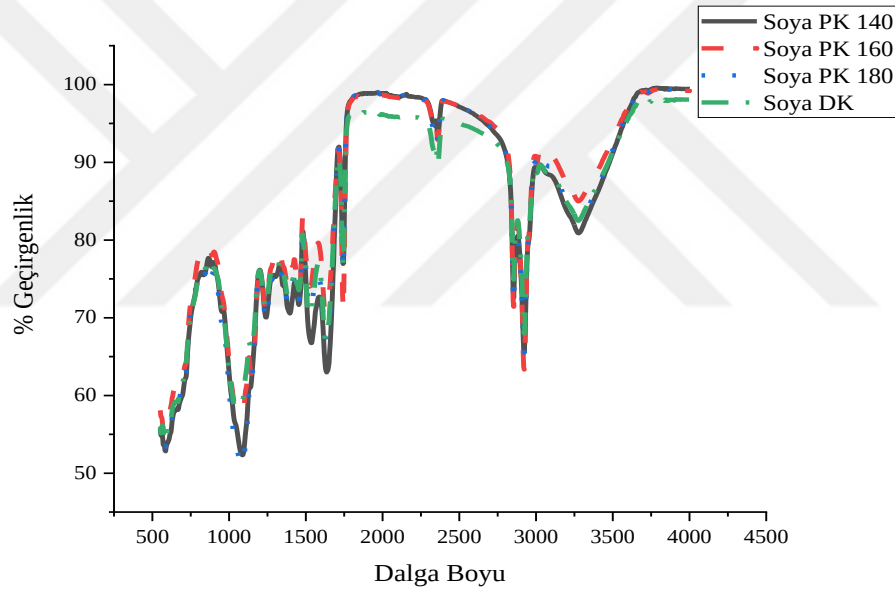
Kapsül üretim yöntemlerinin kapsüllerin kimyasal yapısı üzerinde çok yüksek bir farklılığa sebep olmadığı gözlenmektedir. Bu da enkapsülasyon tekniklerinin kapsüllerin yapısında bir hasara sebep olmadığını göstermektedir. Yoha vd. (2020), *Lactobacillus plantarum*'u (NCIM 2083) fruktooligasakkarit, Pas ve MD ile PK ve püskürterek-DK yöntemi ile kapsüllemiştir. Bu kapsüllerde FTIR analizi sonuçları çalışmamızda da olduğu gibi benzer çıkmıştır. Yani PK ve DK yöntemlerinde kapsüllerin kimyasal bağ yapıları benzer sonuçlara sahip olmuştur. Aynı zamanda her iki enkapsülasyon yönteminde de *Lactobacillus plantarum*'un var olduğunu belirlenmiştir. Baltacıoğlu vd. (2024), kırmızı lahanayı MD ile PK ve DK yöntemleri ile kapsüllemiştir. Elde edilen FTIR sonuçlarına göre her iki yöntemin benzer FTIR spetrumlarına sahip oldukları tespit edilmiştir.



Şekil 4.14 Pas proteini kapsüllerinin FTIR grafiği

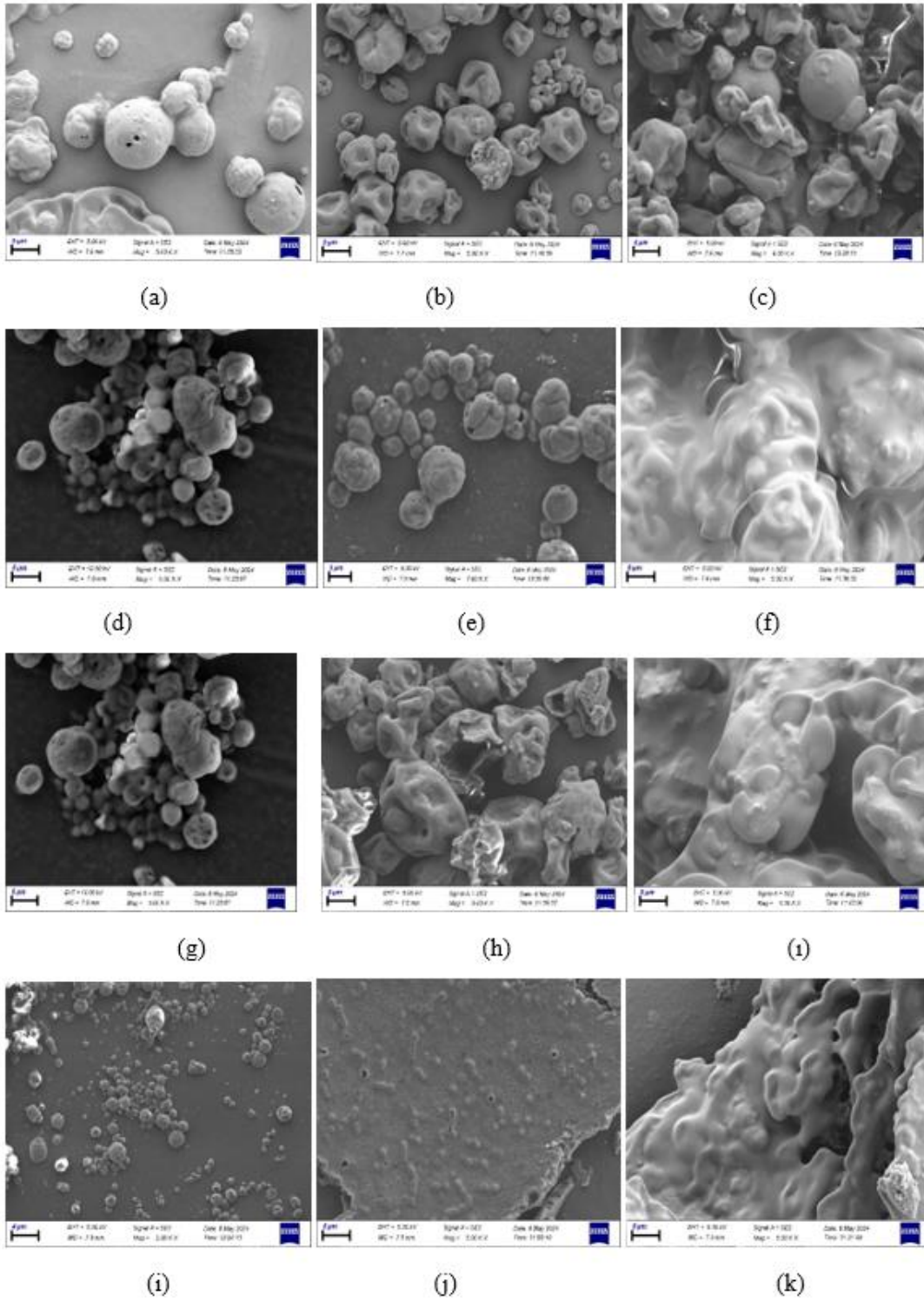
Kapsüllerin SEM görüntüleri Şekil 4.16'da verilmiştir. Jel ile hazırlanmış olan mikrokapsüllerin görüntüleri incelendiği zaman kıvrımlı, pürüzlü ve küresel şekilli oldukları gözlenmektedir. Jel mikrokapsüllerinin görüntülerinin benzer olduğu görülmektedir. Jel kapsüllerine ait benzer görüntüler Sutaphanit ve Chitpraset (2014) tarafından da elde edilmiştir. PK yöntemi ile elde edilen Pas proteini kapsüllerinde

büzülmüş küresel ve pürüzlü gözenekler görülmektedir. DK ile elde edilen Pas proteini kapsüllerinde düzensiz yapılar ve yüzeyinde çatlaklar görülmektedir. Bu boşluklar, DK işlemi sırasında emülsiyonun dondurulması aşamasında buz kristallerinin oluşumu sırasında ortaya çıkmış olabilir (Anandharamakrishnan vd., 2010). Benzer bir mikro yapı, DK ile elde edilen ve Pas protein konsantresi ve MD ile kapsüllenmiş buğday tohumu yağı mikropartiküllerinde gözlenmiştir (Yazıcıoğlu vd., 2014). Silva vd. (2016), Pas proteini kullanarak püskürterek ve DK ile üretilen mikrokapsüllerde benzer görüntüler elde etmiştir. Soya proteini kapsülleri için elde edilen görüntülerde görüldüğü gibi parçacıklarda birleşme söz konusudur. Ayrıca düzensiz şekiller olduğu görülmektedir. Benzer görüntüler Xue vd. (2019), soya proteini ve akasya sakızı konjugatlarını kullanarak kaplanan esansiyel yağlarda elde etmiştir.



Şekil 4.15 Soya proteini kapsüllerinin FTIR grafiği

Enkapsülasyon yöntemleri için yukarıda verilen bilgiler ışığında DK yönteminin verim, etkinlik değerlerinin daha iyi sonuç verdiği belirlenmiştir. Bunun yanısıra protein oranı sonuçları da genel olarak DK yönteminde daha yüksek bulunmuştur. Enkapsülasyon yöntemlerinin FTIR açısından önemli bir fark yaratmadığı görülmüştür. Kapsüllerin CGS'nın ise PK yönteminde daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlardan sonra DK yöntemi ile çalışmaya devam edilmiştir.



Şekil 4.16 Enkapsüle edilen örneklerin SEM görüntüleri

Şekil 4.16’da; Jel PK 140 (a), Pas PK 140 (b), Soya PK 140 (c), Jel PK 160 (d), Pas PK 160 (e), Soya PK 160 (f), Jel PK 180 (g), Pas PK 180 (h), Soya PK 180 (i), Jel DK (j), Pas DK (k), Soya DK (l) örneklerinin SEM görüntüleri verilmiştir.

4.2.2 Enkapsülasyon Optimizasyonu

Kapsül üretim yöntemleri karşılaştırıldıktan sonra DK yöntemi seçilmiş ve 3 proteinde de optimizasyon çalışması yapılmıştır. DK ile Jel, Pas ve soya proteini ile ayrı ayrı olarak optimizasyon çalışması yapılmıştır. Optimizasyon çalışmasında JMP programı kullanılarak Yanıt Yüzey Yöntemi ve Merkezi Karma Tasarım ile deneme deseni oluşturulmuştur. Deneme deseni 3 düzey ve 2 tekrarlı olmak üzere 18 örnekten oluşmaktadır. Çalışmada kaplama oranı, karıştırma süresi bağımsız değişkenlerdir. Kaplama oranı 1:1, 2:1 ve 3:1 (Protein: Emülsiyon); karıştırma süresi ise 2.5, 5 ve 7.5 dak olarak seçilmiştir. Kaplama oranı enkapsülasyon işlemlerinde en düşük oran olarak 1:1 kullanılmaktadır. Çalışmamızda daha az duvar materyali ile başarılı kapsüller elde edebilmek için 1:1 oranı kullanılmış ve 2:1, 3:1 oranları ile kıyaslama yapılmıştır. Karıştırma süresi ise yapılan denemeler sonucu belirlenmiştir. 2.5 dak karıştırma süresinden daha az sürelerde başarılı besleme çözeltisi elde edilmemiştir. Bu yüzden 2.5 dak'dan başlanmış ve 5-7.5 dak ile kıyaslama yapılmıştır. Bağımlı değişkenler ise enkapsülasyon etkinliği, suda çözünürlük ve Hausner oranı verileridir. Deneme desenine göre kapsüller üretilip enkapsülasyon etkinliği, suda çözünürlük ve Hausner oranı sonuçları kaydedilmiştir. Jel'e ait optimizasyon verileri Çizelge 4.20'de, Pas proteinine ait veriler Çizelge 4.21'de, soya proteinine ait veriler ise Çizelge 4.22'de verilmiştir.

Yağların ve aromaların başarılı bir şekilde enkapsülasyonu için minimum yüzey yağı içeriği ve çekirdek malzemenin özellikle uçucu maddelerin maksimum düzeyde tutulması gerekmektedir (Jafari vd., 2008). Enkapsülasyon işleminin başarısını değerlendirmek için ortak bir parametre, kapsüllenmiş yağ miktarının toplam yağ yüküne oranı olarak tanımlanan enkapsülasyon etkinliğidir. Başlangıçtaki yağ yükünü hesaba katan, kapsüllenmemiş yağ konsantrasyonunun dolaylı bir ölçüsüdür. Çeşitli çalışmalarda kapsüllü sistemlerin raf ömrünü uzatmak için serbest yağ miktarının azaltılması ve kapsülleme işleminin optimize edilerek çekirdek malzemenin kapsüllenmesinin maksimum düzeye çıkarılması amaçlanmaktadır. Emülsiyon bileşimi, besleme emülsiyonu özellikleri ve atomizasyon koşullarının yanı sıra deneysel veriler, kurutma koşullarının kapsülleme verimliliğini etkilediğini göstermiştir (Linke vd., 2021). Enkapsülasyon etkinliği, enkapsülasyon işleminde en

önemli parametrelerden biri olduğundan bağımlı değişken olarak seçilmiştir. Optimizasyon çalışmasında DK ile üretilen Jel kapsüllerinin enkapsülasyon etkinliği %76.3-95.7 arasında değişmiştir. Pas kapsüllerinin enkapsülasyon etkinliği sonuçları %83.2-99.11 arasında değişmiştir. Soya kapsüllerinin enkapsülasyon etkinliği ise %87.48-98.95 arasında değişim göstermiştir.

Çizelge 4.20 Jel kapsüllerinin optimizasyon verileri

Kaplama Oranı	Karıştırma Süresi (dak)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)	Hausner Oranı	Suda Çözünürlük (%)
2:1	2.5	83.73	1.05	5.77
2:1	7.5	81.27	1	25.43
1:1	7.5	76.3	1.02	22.74
1:1	7.5	77.23	1.02	22.15
2:1	5	95	1.02	7.99
3:1	2.5	76.05	1.04	5.9
3:1	5	95.5	1.02	15.23
1:1	5	92.85	1.02	13.5
1:1	2.5	79.03	1.1	5.05
2:1	2.5	83.73	1.06	5.49
2:1	7.5	80.81	1	25.28
1:1	5	93.15	1.02	13.48
2:1	5	94.54	1.03	7.92
1:1	2.5	78.58	1.1	4.78
3:1	7.5	83.15	1	25.22
3:1	5	95.7	1.02	14.77
3:1	2.5	76.5	1.05	6.16
3:1	7.5	83.65	1.01	24.4

Bir tozun sıkıştırılabilirliği akışkanlığın yaygın olarak kullanılan bir göstergesidir ve genellikle tozun sıkıştırılmış ve gevşek paketlenmiş yığın yoğunlukları arasındaki oran olan Hausner oranı kullanılarak ifade edilir (Hausner, 1967). Akışkanlık, granüler katıların ve tozların akma yeteneğidir. Akış davranışı doğası gereği çok boyutludur ve birçok fiziksel özelliğe bağlıdır. Yığın katıların ve tozların akışkanlığını etkileyen faktörlerden bazıları parçacık boyutu, nem içeriği, nem, akış ajanları, sıcaklık ve basıncı içerir (Abdullah vd., 2010). Hausner oranı ölçümü, basitliği ve hızlı olması nedeniyle toz karakterizasyonunda çok popülerdir (Lumay vd., 2012). Enkapsülasyon işleminde elde edilen tozların akış özellikleri bir diğer önemli

parametre olduğundan bağımlı değişken olarak seçilmiştir. Carr indeksi ve Hausner oranın toz akışkanlığı ile ilişkisi Çizelge 4.23'te verilmiştir. Çizelgeye göre tozların akış özellikleri Hausner oranı 1.00-1.11 arası ise mükemmel, 1.12-1.18 arası ise iyi, 1.19-1.25 arası ise makul, 1.26-1.34 arası ise fena değil, 1.35-1.45 arası ise zayıf, 1.46-1.59 arası ise çok zayıf, >1.60 ise çok çok zayıf olarak değerlendirilmektedir. Optimizasyon çalışmasında Jel kapsüllerinin Hausner oranı 1-1.1 arasında değişmiştir. Pas kapsüllerinin Hausner oranı sonuçlarının 1.28-1.37 arasında olduğu tespit edilmiştir. Soya kapsüllerinin Hausner oranı ise 0.97-1.16 arasında değişmektedir.

Çizelge 4.21 Pas proteini kapsüllerinin optimizasyon verileri

Kaplama Oranı	Karıştırma Süresi (dak)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)	Hausner Oranı	Suda Çözünürlük (%)
2:1	2.5	97.77	1.31	36.63
2:1	7.5	96.08	1.32	42.06
1:1	7.5	84	1.28	41.21
1:1	7.5	84	1.29	41.31
2:1	5	99	1.32	43.13
3:1	2.5	86.9	1.33	37.73
3:1	5	96.7	1.34	41.25
1:1	5	91.78	1.28	44.6
1:1	2.5	83.2	1.28	34.29
2:1	2.5	97.75	1.31	38.17
2:1	7.5	96.35	1.33	42.18
1:1	5	92.03	1.28	44.63
2:1	5	99.11	1.32	43.18
1:1	2.5	86	1.28	35.69
3:1	7.5	90.3	1.36	38.23
3:1	5	96.8	1.35	41.87
3:1	2.5	86.8	1.33	37.97
3:1	7.5	90.35	1.37	38.85

Tüketiciler için toz ürünlerin hızlı ve eksiksiz bir şekilde sulandırılması ana kalite göstergelerinden biridir. Tozların çözünürlüğü, püskürtülerek kurutulacak ham maddenin başlangıç bileşimleri, taşıyıcı maddeler, basınçlı hava akış hızları ve düşük besleme hızları gibi birçok parametreden etkilenebilir (Jafari vd., 2017). Sulu bir ortamda kontrollü ve sürekli çekirdek salınımı için mikrokapsüllerin suda çözünürlüğü, bu mikrokapsüllerin işlevselliği açısından büyük önem taşımaktadır (Lee ve Rosenberg,

2000). Çözünürlük, sulu fazda ürün davranışını değerlendirmede önemli bir kriterdir. Çözünürlük değeri, kapsülün kimyasal bileşimi ve fiziksel durumu ile alakalıdır. Kapsüllerin kullanılabilirliğinin ve fonksiyonelliğinin artması için çözünürlük özelliklerinin iyi olması gerekir (Çalışkan ve Dirim, 2013). Yukarıda anlatıldığı gibi toz ürünlerin çözünürlüğü oldukça önemli olduğundan bir diğer bağımlı değişken olarak seçilmiştir. Optimizasyon çalışmasında Jel kapsüllerinin suda çözünürlük değeri %4.78-25.43 arasında değişmektedir. Pas kapsüllerinin suda çözünürlük sonuçları %34.29-44.63 arasında değişmiştir. Soya kapsüllerinin suda çözünürlük sonuçları ise %11.89-25.23 arasında değişmiştir.

Çizelge 4.22 Soya proteini kapsüllerinin optimizasyon verileri

Kaplama Oranı	Karıştırma Süresi (dak)	Enkapsülasyon Etkinliği (%)	Hausner Oranı	Suda Çözünürlük (%)
2:1	2.5	93.92	1.09	12.47
2:1	7.5	96	1.07	23
1:1	7.5	96.38	1.11	13.01
1:1	7.5	96.15	1.11	13.07
2:1	5	94.46	1.04	16.12
3:1	2.5	95.45	1.04	13.4
3:1	5	96.9	1.03	14.54
1:1	5	91.63	1.12	12.56
1:1	2.5	87.48	1.16	12.24
2:1	2.5	94.16	1.07	14.08
2:1	7.5	96	1.06	21.39
1:1	5	91.93	1.11	13.42
2:1	5	94.62	1.05	15.95
1:1	2.5	87.63	1.13	11.89
3:1	7.5	98.75	1.01	24.81
3:1	5	96.95	1.02	16.63
3:1	2.5	95.3	1.04	13.28
3:1	7.5	98.95	0.97	25.23

Çizelge 4.23 Carr İndeksi ve Hausner oranının toz akışkanlığı ile ilişkisi (Gorle ve Chopade, 2020)

Carr İndeksi	Akış Özelliği	Hausner Oranı
≤ 10	Mükemmel	1.00-1.11
11-15	İyi	1.12-1.18
16-20	Makul	1.19-1.25
21-25	Fena Değil	1.26-1.34
26-31	Zayıf	1.35-1.45
32-37	Çok Zayıf	1.46-1.59
>38	Çok Çok Zayıf	>1.60

Jel için optimizasyon sonucunda karıştırma süresi 6 dak 26 s (0.54), kaplama oranı ise 2.9:1 (0.93) olarak çıkmıştır. Pas proteini kapsülleri için karıştırma süresi 5 dak 7.5 s (0.092), kaplama oranı 1.825:1 (-0.34) olarak tespit edilmiştir. Soya proteininde ise karıştırma süresi 7.5 dak (1), kaplama oranı ise 3:1 (1) olarak bulunmuştur. Optimizasyon sonucunda elde edile düzey ve değerler Çizelge 4.24'te verilmiştir. Optimizasyonda elde edilen tahmini veriler ise Çizelge 4.25'te verilmiştir.

Çizelge 4.24 Optimizasyon sonucunda elde edilen düzey ve değerler

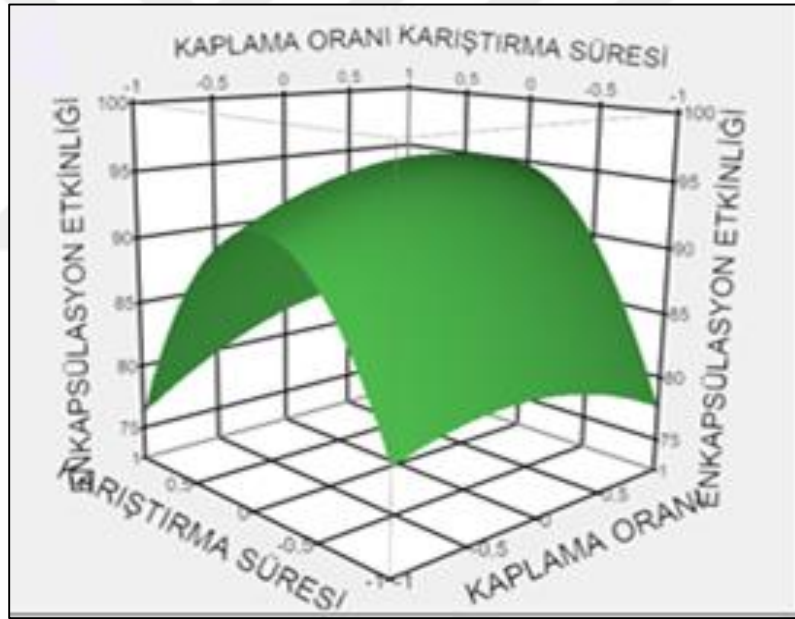
	Karıştırma Süresi		Kaplama Oranı	
	Düzy	Değer (dak)	Düzy	Değer
Jel	0.54	6.4	0.93	2.9:1
Pas	0.092	5.125	-0.34	1.825
Soya	1	7.5	1	3:1

Çizelge 4.25 Optimizasyon sonucu tahmini değerler

Örnek	Enkapsülasyon Etkinliği (%)	Suda Çözünürlük (%)	Hausner Oranı
Jel	92.13 $\pm$ 1.59 ($R^2=0.97$)	19.22 $\pm$ 2.10 ($R^2=0.96$)	1.00 $\pm$ 0.01 ($R^2=0.91$)
Pas	99.80 $\pm$ 1.99 ($R^2=0.93$)	44.06 $\pm$ 1.10 ($R^2=0.92$)	1.31 $\pm$ 0.01 ($R^2=0.98$)
Soya	98.19 $\pm$ 1.36 ($R^2=0.93$)	24.79 $\pm$ 1.81 ($R^2=0.92$)	1.02 $\pm$ 0.02 ($R^2=0.95$)

Jel proteini kapsüllerine ait optimizasyon sonucunda elde edilen grafikler Şekil 4.17, 4.18, 4.19'da, Pas için Şekil 4.20, 4.21, 4.22'de, soya için Şekil 4.23, 4.24 ve 4.25'te verilmiştir. Optimizasyon çalışmasında Jel kapsüllerinin kaplama oranı arttıkça enkapsülasyon etkinliği artmış, Hausner oranı ise azalmıştır. Suda çözünürlük ise orta

düzeyden sonra artmıştır. Jel kapsüllerinde karıştırma süresi arttıkça Hasuner oranı düşmüş, suda çözünürlük ise artmıştır. Enkapsülasyon etkinliği ise orta düzeye kadar artmış ardından düşmüştür. Pas proteini kapsüllerinde kaplama oranı arttıkça Hausner oranı artmış, suda çözünürlük düşmüştür. Enkapsülasyon etkinliği ise orta düzeye kadar artmış, orta düzeyden sonra düşmüştür. Pas proteini kapsüllerinde karıştırma süresi arttıkça Hausner oranı artmış, suda çözünürlük ve enkapsülasyon etkinliği orta düzeye kadar artıp ardından düşmüştür. Soya kapsüllerinde kaplama oranı arttıkça enkapsülasyon etkinliği ve suda çözünürlük artmış, Hausner oranı düşmüştür. Soya kapsüllerinde karıştırma süresi arttıkça enkapsülasyon etkinliği ve suda çözünürlük artmış Hausner oranı düşmüştür. Optimizasyon sonucunda elde edilen deneysel veriler Çizelge 4.26’da verilmiştir.



Şekil 4.17 Jel kapsülü optimizasyon sonucu enkapsülasyon etkinliği grafiği

Jel örneklerinin optimizasyonu sonucu elde edilen regresyon denklemi enkapsülasyon etkinliği (EE) için Eşitlik 4.3, Hausner oranı (HO) için Eşitlik 4.4, suda çözünürlük (SÇ) için Eşitlik 4.5’te verilmiştir. Burada kaplama oranı KO, karıştırma süresi ise KS olarak verilmiştir.

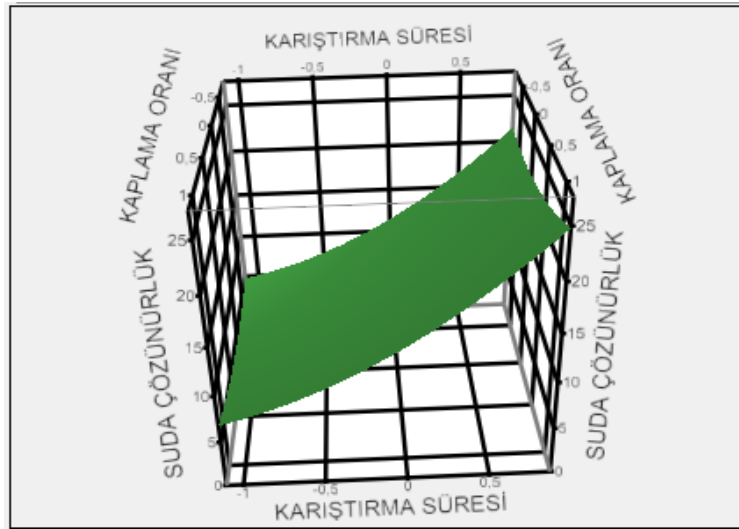
$$EE = 96.15 + (1.12 * KO) + KO * (KS * 2.29) - KO * (KO * 2.54) - KS * (KS * 14.45) \quad (4.3)$$

$$HO = 1.02 - (0.01 * KO) - (0.03 * KS) + KO * (KS * 0.01) + KS * (KS * 0.02) \quad (4.4)$$

$$SÇ = 12.15 + (9.34 * KS) + KS * (KS * 2.72) \quad (4.5)$$



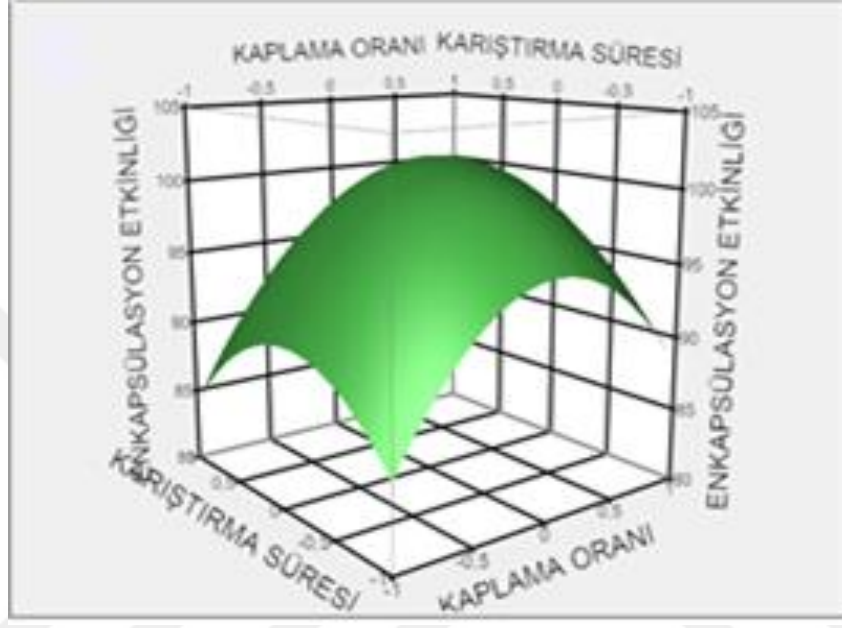
Şekil 4.18 Jel kapsülü optimizasyon sonucu Hausner oranı grafiği



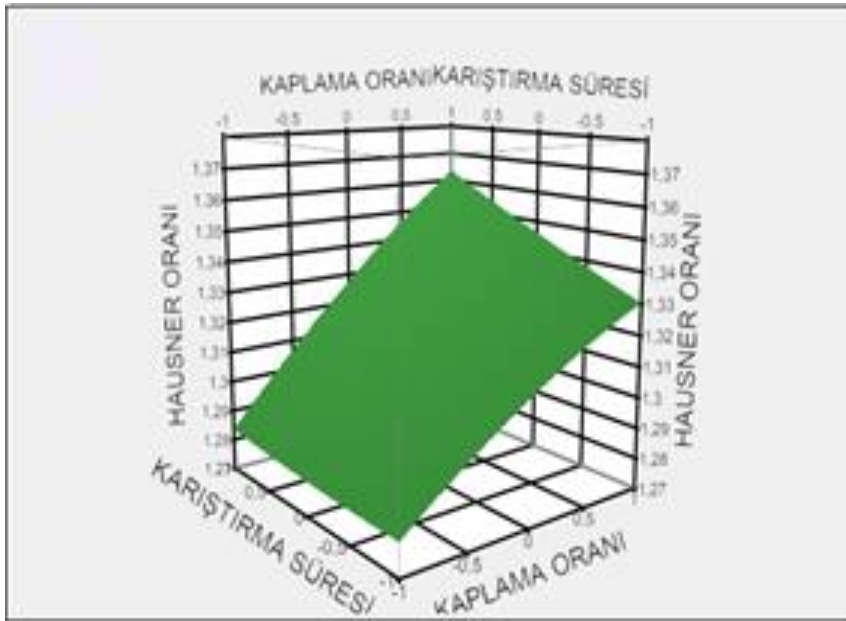
Şekil 4.19 Jel kapsülü optimizasyon sonucu suda çözünürlük grafiği

Optimum koşullarda üretilen kapsüllerde ayrıca damlacık boyutu, TGA, DSC analizleri de yapılmıştır. Damlacık boyutu sonuçları Çizelge 4.27’de verilmiştir.

Optimum kořullarda üretilen Jel kapsülünün damlacık boyutu $8.12 \pm 0.66 \mu\text{m}$, Pas proteini kapsülünün damlacık boyutu $1.60 \pm 0.10 \mu\text{m}$, soya kapsülünün damlacık boyutu ise $5.48 \pm 0.73 \mu\text{m}$ olarak tespit edilmiştir. Pas proteini kapsüllerinde damlacık boyutu diğeri iki protein kapsüllerine göre daha düşük bulunmuştur.



Şekil 4.20 Pas proteini kapsülü optimizasyon sonucu enkapsülasyon etkinliği grafiğı



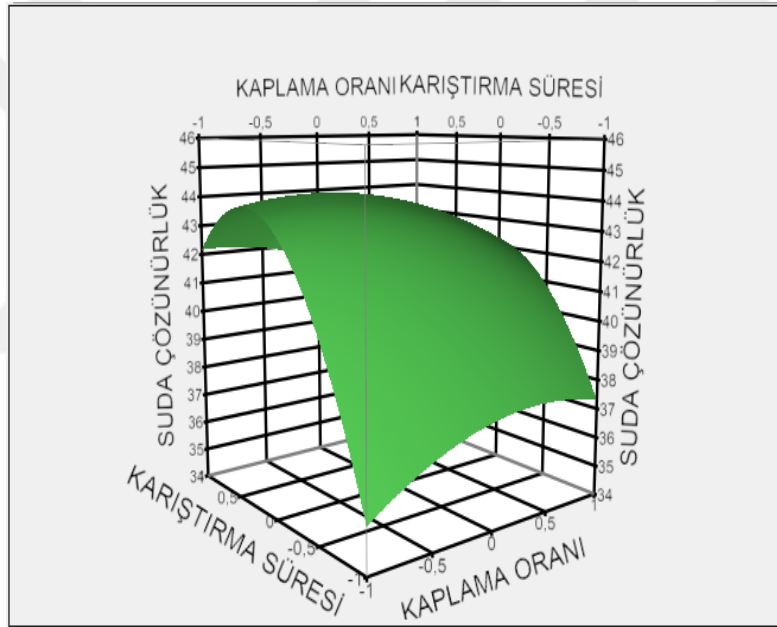
Şekil 4.21 Pas proteini kapsülü optimizasyon sonucu Hausner oranı grafiğı

Pas örneklerinin optimizasyonu sonucu elde edilen regresyon denklemi enkapsülasyon etkinliği (EE) için Eşitlik 4.6, Hausner oranı (HO) için Eşitlik 4.7, suda çözünürlük (SÇ) için Eşitlik 4.8’de verilmiştir. Burada kaplama oranı KO, karıştırma süresi ise KS olarak verilmiştir.

$$EE = 101.64 + (2.24 * KO) - KO * (KO * 8.61) - KS * (KS * 5.95) \quad (4.6)$$

$$HO = 1.32 + (0.03 * KO) + (0.01 * KS) + KO * (KS * 0.01) \quad (4.7)$$

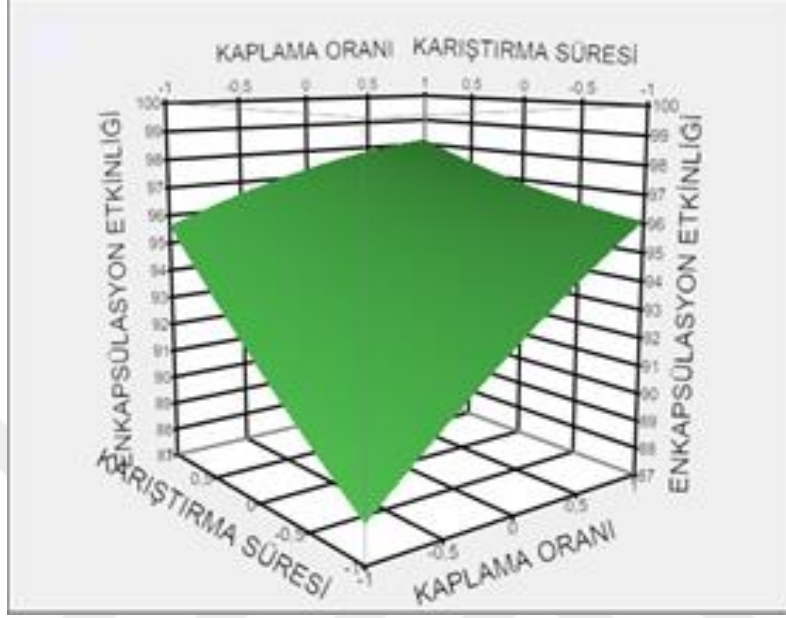
$$SÇ = 43.11 + (1.95 * KS) - KO * (KS * 1.40) - KS * (KS * 4.42) \quad (4.8)$$



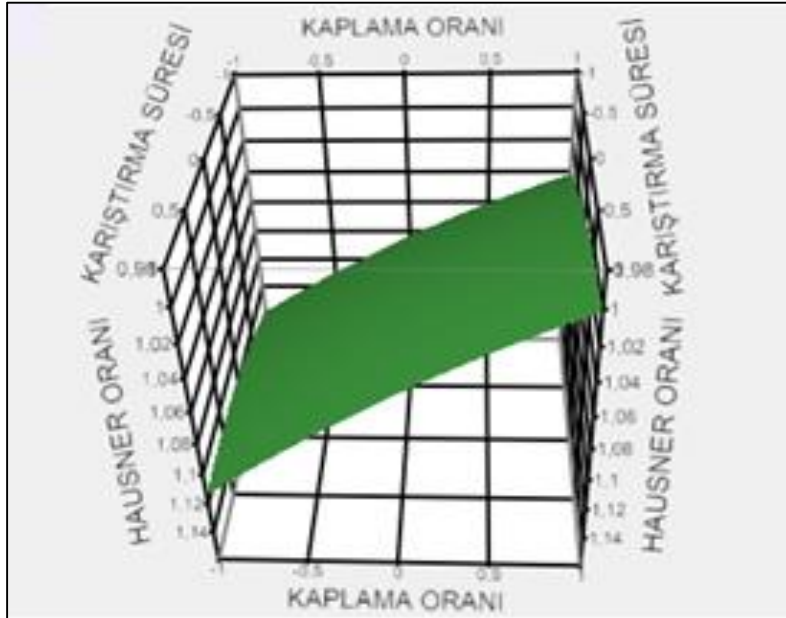
Şekil 4.22 Pas proteini kapsülü optimizasyon sonucu suda çözünürlük grafiği

Optimum koşullarda üretilen kapsüllere ait TGA grafiği Şekil 4.26’da verilmiştir. Optimum koşullarda üretilen Jel kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 23.44-425.44°C, Pas kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklıkları 24.03-394.77°C, soya kapsüllerinin ağırlık kaybının başlangıç ve bitiş sıcaklığı 23.10-425.85°C olarak tespit edilmiştir. Optimum koşullarda üretilen Jel kapsülünün 100°C’de ağırlık kaybı %8.88 oranında olduğu tespit edilmiştir. Pas kapsülünün 100°C’deki ağırlık kaybı %13.88 olarak bulunmuştur. Optimum koşullarda

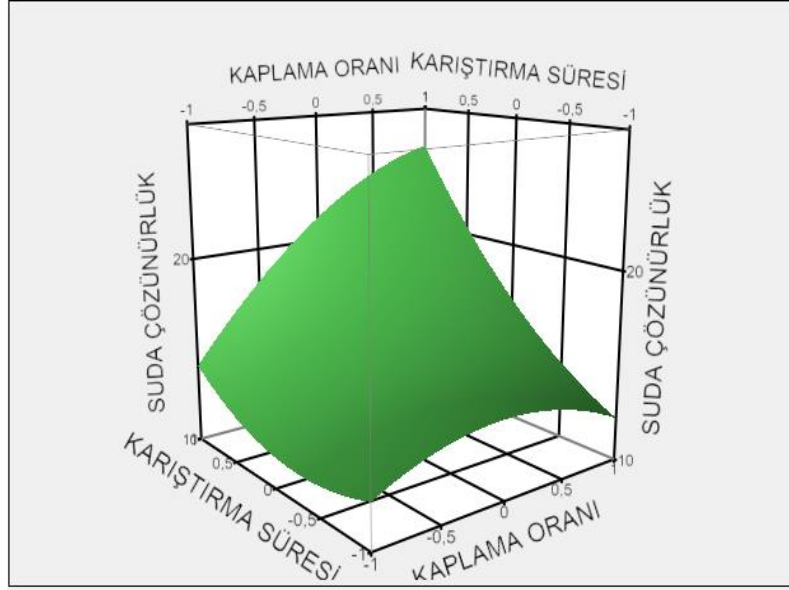
üretileen soya kapsülünün 100°C’de oluşaan ağırlık kaybı ise %11.84 olarak tespit edilmiştir. 100°C’de en az ağırlık kaybının Jel kapsülünde, en çok ağırlık kaybının ise Pas kapsülünde olduğu görülmektedir.



Şekil 4.23 Soya proteini kapsülü optimizasyon sonucu enkapsülasyon etkinliği grafiği



Şekil 4.24 Soya proteini kapsülü optimizasyon sonucu Hausner oranı grafiği



Şekil 4.25 Soya proteini kapsülü optimizasyonu sonucu suda çözünürlük grafiği

Soya örneklerinin optimizasyonu sonucu elde edilen regresyon denklemi enkapsülasyon etkinliği (EE) için Eşitlik 4.9, Hausner oranı (HO) için Eşitlik 4.10, suda çözünürlük (SÇ) için Eşitlik 4.11’de verilmiştir. Burada kaplama oranı KO, karıştırma süresi ise KS olarak verilmiştir.

$$EE = 94.59 + (2.59 * KO) + 2.36 * KS - KO * (KS * 1.31) \quad (4.9)$$

$$HO = 1.07 - (0.05 * KO) - (0.02 * KS) \quad (4.10)$$

$$SÇ = 17.17 + (2.64 * KO) + 3.60 * KS + KO * (KS * 2.68) - KO * (KO * 1.83) \quad (4.11)$$

Optimum koşullarda üretilen kapsüllere ait DSC grafiği Şekil 4.27’de verilmiştir. Optimum koşullarda üretilen Jel kapsüllerinin CGS 54.88°C, Cp -2.459 mW olarak tespit edilmiştir. Optimum koşullarda üretilen Pas proteini kapsüllerinin CGS 39.981°C, Cp 2.425 mW, soya kapsüllerinin ise CGS 38.577°C, Cp 1.113 mW olarak tespit edilmiştir.

Optimum koşullarda üretilen kapsüllerin termal özellikleri değerlendirildiğinde CGS’nın en yüksek Jel kapsülünde, en düşük soya kapsülünde olduğu gözlenmektedir. En düşük Cp değeri Jel kapsülünde, en yüksek ise Pas kapsülünde olduğu görülmüştür. Kapsüllerin sıcaklık ile beraber değişen ağırlık kayıplarına bakıldığı zaman ilk

100°C’de Pas proteinin daha fazla ağırlık kaybı gösterdiği gözlenmiştir. Jel kapsülünün ise ilk 100°C’de diğer iki protein kapsülüne göre daha az ağırlık kaybı gösterdiği tespit edilmiştir. Diğer taraftan kapsüllerde erime sıcaklığı Jel için 45.82°C, Pas için 39.95°C, Soya için ise 38.54°C bulunmuştur.

Çizelge 4.26 Optimum koşullarda elde edilen deneysel veriler

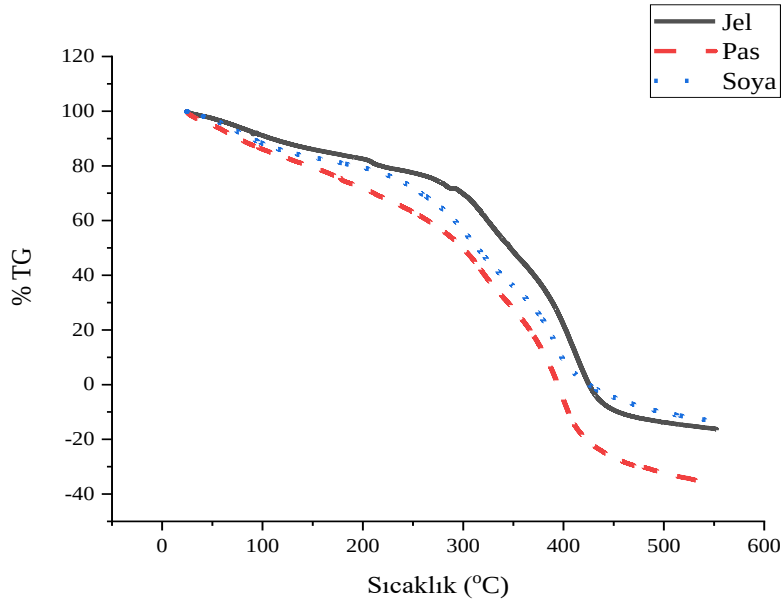
Örnek	Enkapsülasyon Etkinliği (%)	Suda Çözünürlük (%)	Hausner Oranı
Jel	92.0±0.2 ^B	18.7±0.5 ^C	1.01±0.01 ^A
Pas	98.6±0.2 ^A	44.2±0.4 ^A	1.32±0.01 ^B
Soya	97.3±0.5 ^A	25.1±0.2 ^B	1.03±0.01 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

Çizelge 4.27 Optimum koşullarda üretilen kapsüllerin damlacık boyutu sonuçları

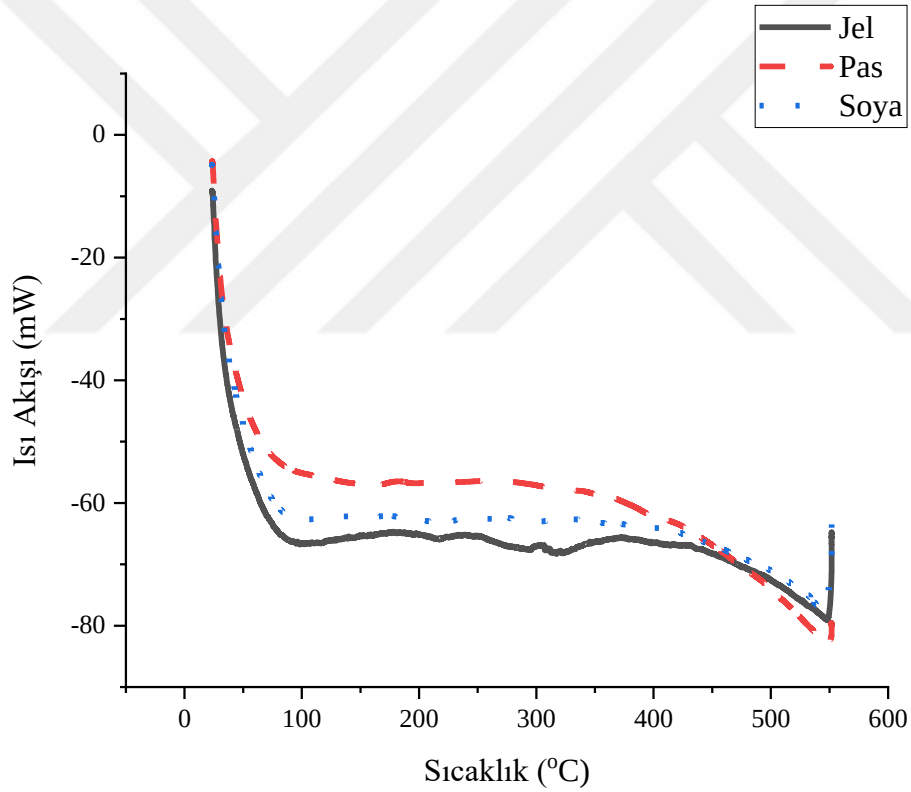
	Jelatin	Pas	Soya
Damlacık boyutu (µm)	8.12±0.66 ^A	1.60±0.10 ^C	5.48±0.73 ^B

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.26 Optimum koşullarda üretilen Jel, Pas ve soya kapsüllerinin TGA grafiği

Optimizasyon sonucunda çıkan optimum koşullarda üretilen kapsüllerin sonuçlarına bakıldığı zaman etkinlik ve çözünürlük değerleri Pas proteini kapsülünde en yüksek olarak bulunmuştur. Hausner oranı ise Pas proteininde en yüksek bulunmuştur. Çizelge 4.24'e göre Jel ve soya proteini kapsüllerinin akış özelliği mükemmel, Pas proteini kapsüllerinin akış özelliği fena değildir. Ayrıca Pas proteini kapsüllerinin damlacık boyutu da en düşük bulunmuştur. Bu sonuçlara göre değerlendirme yapıp Pas proteini kapsüllerinin daha iyi sonuç verdiği belirlenmiştir. Sonuç olarak hem Zeytinyağı emülsiyonu hem de BY emülsiyonu kullanılarak Pas proteini ile DK yöntemi ile enkapsülasyon işlemi yapıp bazı özellikleri belirlenmiştir.



Şekil 4.27 Optimum koşullarda üretilen Jel, Pas ve soya kapsüllerinin DSC grafiği

4.2.3 Yüzey Yağı Miktarı

Optimum koşullara göre üretilen zeytinyağı kapsülünün yüzey yağı miktarı $\%1.39 \pm 0.23$, BY kapsülünün ise $\%1.79 \pm 0.07$ olarak bulunmuştur (Çizelge 4.28). Tozun

yüzeyinde yağın bulunması, tozun en istenmeyen özelliğidir çünkü oksidasyona kolayca duyarlıdır (Makouie vd., 2021). Legako ve Dunford (2010), balık yağın PK ve DK yöntemleri ile Pas proteini kullanarak kapsüllemiştir. PK’da 3 farklı nozul (2 sıvılı basınç nozulu ile püskürtmeli kurutma, 3 sıvılı basınç nozulu ile PK ve 2 kanallı ultrasonik nozulla püskürtmeli kurutma) kullanılmıştır. Yüzey yağın, 2 sıvılı basınç nozulu ile püskürtmeli kurutmada %2.6, 3 sıvılı basınç nozulu ile PK’da %4.4, 2 kanallı ultrasonik nozulla püskürtmeli kurutmada %6.8, DK’da ise %5.3 olarak tespit edilmiştir. Wang vd. (2017), şakayık tohumu yağından emülsiyon oluşturup bu emülsiyonlara farklı oranlarda lesitin eklemiştir. Üretilen emülsiyon Pas proteini kullanılarak püskürterek kurutulmuştur. Elde edilen kapsüllerde yüzey yağı oranı %6.65-7.40 arasında olduğu tespit edilmiştir. Çalışmamızda yüzey yağı oranının oldukça düşük bulunduğu gözlenmektedir.

Çizelge 4.28 Kapsüllerin yüzey yağı miktarı sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Yüzey yağı miktarı (%)	1.39±0.23 ^A	1.79±0.07 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.2.4 Enkapsülasyon Etkinliği

Yüzey yağına bağlı olarak değişen enkapsülasyon etkinliği iki kapsülde de benzer sonuçlara sahiptir. Zeytinyağı kapsülünde %98.61±0.23, BY kapsülünde ise %98.22±0.07 olarak bulunmuş ve sonuçlar Çizelge 4.29’da verilmiştir. Taşıyıcı ve çekirdek malzemelerinin özelliklerinden, ilk emülsiyonun özelliklerinden ve giriş ve çıkış hava sıcaklığı, nem, hava akış hızı ve atomizasyon tipi gibi püskürtmeli kurutma işleminin parametrelerinden doğrudan etkilenir. Enkapsülasyon etkinliği daha iyi bir çekirdek stabilitesi ve daha uzun raf ömrü ile ilişkili olduğundan, optimum taşıyıcı tipini seçerek ve çekirdek-taşıyıcı oranının kurutma yöntemlerinin diğer ilgili işlem değişkenleriyle kombinasyonunu seçerek enkapsülasyon etkinliğini artırmak her zaman arzu edilir (Čulina vd., 2023). Her iki kapsülde de yüzey yağı oranı ve etkinlik oranı birbirine yakın bulunmuştur ve aradaki farklar anlamsız bulunmuştur ($p>0.05$). Pas proteininin, yağ/su arayüzlerinde iyi emülsifikasyon özellikleri ve aroma bileşikleri için

iyi bağlanma kapasitesi olduğu rapor edilmiştir (Dickinson, 2009). Bu da çalışmamızda yüksek enkapsülasyon etkinliği ile sonuçlanmıştır.

Çizelge 4.29 Kapsüllerin enkapsülasyon etkinliği sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Enkapsülasyon Etkinliği (%)	98.61±0.23 ^A	98.22±0.07 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.2.5 Islanabilirlik

Optimum koşullarda üretilen zeytinyağı kapsülünün ıslanabilirlik değeri 16.51±0.37 s, BY kapsülünün ise 20.70±0.41 s olarak tespit edilmiş ve sonuçlar Çizelge 4.30’da verilmiştir. Zeytinyağı kapsülünün ıslanabilirlik değeri BY kapsülüne göre daha düşük elde edilmiş ve aradaki fark istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0.05$). Islanabilirlik, bir akışkanın yüzeye yayılma ve kalma yeteneği olarak tanımlanır (Phillips, 2018). Bir malzemenin ıslanabilirliği, malzeme yüzeyinin kimyasal bileşiminin bir özelliğidir. Bir tozun yüzey yapısındaki değişiklikler, bir yüzey aktif maddenin adsorpsiyonundan etkilenebilir (Coucoulas, 2003). Botrel vd. (2014), püskürtmeli kurutucuyla üretilen BY mikrokapsüllerinin (0.1 gram) ıslanabilirlik değerinin 40–253 saniye arasında olduğunu tespit etmiştir. Ayrıca, Pas proteini ve suda çözünür karbonhidratlar gibi hidrofilik bileşenlerin suya ilave edilmesiyle bu bileşenleri içeren tozların başlangıçta çok hızlı bir şekilde ıslandıkları ve dışı ıslak–içi kuru özellikte toprakları oluşturma eğiliminde oldukları belirtilmiştir.

Çizelge 4.30 Kapsüllerin ıslanabilirlik değeri sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Islanabilirlik (s)	16.15±0.37 ^B	20.70±0.41 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.2.6 Çözünürlük

Zeytinyağı kapsülünün çözünürlüğü 44.17 ± 0.43 , BY'nın ise 46.06 ± 0.58 olarak bulunmuş ve sonuçlar Çizelge 4.31'de verilmiştir. Zeytinyağı ve BY kapsüllerinin çözünürlük değerleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Toz gıda ürünlerinin suda çözünme davranışı tüketicilerin tercihini etkileyen önemli bir kalite parametresidir (Deng vd., 2014). Kontrollü çekirdek salımı uygulamaları için mikrokapsüllerin istenen özellikleri arasında, çekirdek salınımına kadar sınırlı veya gecikmeli çözünürlükleri yer alır (Lee ve Rosenberg, 2000). Ayrıca yağların hidrofobik yapısından dolayı suda çözünürlüklerini kolaylaştırmak için mikrokapsülleme işlemi işe yaramaktadır (Felix vd., 2017).

Çizelge 4.31 Kapsüllerin çözünürlük değeri sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Çözünürlük (%)	44.17 ± 0.43^B	46.06 ± 0.58^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.2.7 Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yoğunluk

Kapsüllerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk sonuçları Çizelge 4.32'de verilmiştir. Zeytinyağı ve BY kapsüllerinin yığın ve sıkıştırılmış yoğunlukları eşit bulunmuştur. Yığın yoğunlukları 0.112 ± 0.00 , sıkıştırılmış yoğunlukları ise 0.147 ± 0.00 bulunmuştur.

Çizelge 4.32 Kapsüllerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değeri sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Yığın yoğunluk	0.112 ± 0.00^A	0.112 ± 0.00^A
Sıkıştırılmış yoğunluk	0.147 ± 0.00^A	0.147 ± 0.00^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk, kapsüllenmiş tozların taşınması, paketlenmesi ve taşınmasıyla ilgili önemli fiziksel özelliklerdir (Fernandes vd., 2014). Bir malzemenin yığın yoğunluğu, kullanılmamış bir toz numunesinin kütlesinin hacmine (partiküller arası boşluk hacmi dahil) oranıdır. Tozların veya granüllerin

sıkıştırılmış yoğunluğu, numuneyi içeren bir silindire mekanik olarak vurulduktan sonra elde edilen artan kütle yoğunluğudur. Sıkıştırılmış yoğunluk, bir kabın içine sığan malzemenin ağırlığını ve miktarını belirlemek için önemli bir özelliktir; yüksek yoğunluklu malzeme, düşük yoğunluklu malzemeye göre daha küçük bir kaptaki saklanabilir (Fernandes vd., 2014). Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış toz yoğunluğunun analizi tozun sıkıştırılabilirlik indeksini ve Hausner Oranını hesaplamaya olanak sağlar ve bu parametreler tozun akışkanlığı ve sıkıştırılabilirliği hakkında bilgi verir (Akseli vd., 2019). Kapsüllerin yığın ve sıkıştırılmış yoğunluklarına bakıldığı zaman her iki sonucun da zeytinyağı ve BY kapsüllerinde eşit olduğu gözlenmiştir. Bu durumda yağların yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri üzerinde fark yaratmadığı görülmüştür. Duvar materyali büyük oranda tozların fiziksel özelliklerini etkilediğinden ve kullanılan duvar materyali ve çekirdek:duvar materyali oranının aynı olmasından dolayı yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yoğunluk eşit bulunmuştur.

4.2.8 Hausner Oranı ve Carr İndeksi

Hausner oranı zeytinyağı kapsülünde 1.32 ± 0.01 , BY kapsülünde ise 1.32 ± 0.00 olarak elde edilmiştir. Carr indeksi ise 23.81 ± 0.00 olarak bulunmuş ve sonuçlar Çizelge 4.33'te verilmiştir. İki kapsülde de Hausner oranı ve Carr İndeksinin eşit olduğu gözlenmiştir. Hausner oranı ve carr indeksi hem tozun görünen hem de sıkıştırılmış yoğunluklarına bağlı olan bir sayısal değeri temsil eder (Kaleem vd., 2020). Legako ve Dunford (2010), Pas proteini ile kaplanan BY kapsüllerinde yığın yoğunluğunu 0.18 g/mL bulmuştur. Kim ve Morr (1996), pas proteini kullanarak kapsüllenen portakal yağı kapsüllerinin yığın yoğunluğunu 0.13 g/mL olarak elde etmiştir. Portakal yağı mikrokapsüllerinin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin ise 0.21–0.46 g/mL arasında değiştiği belirlenmiştir. Dominian vd. (2017), püskürtmeli kurutucuda elde edilen mikrokapsüllerin Hausner oranının 1.21–1.54 değerleri arasında değiştiğini belirtmiştir. Premi ve Sharma (2017), püskürtmeli kurutucu ile enkapsüle edilen *Moringa oleifera* yağı kapsüllerinde duvar materyali olarak MD+Pas proteini kullanmış ve Carr İndeksini %19.67–26.78, Hausner oranını ise 1.27–1.36 arasında bulmuştur. Parthasarathi ve Anandharamakrishnan (2016), PK, DK ve püskürtmek-DK yöntemleri ile E vitaminini

Pas ile kapsüllemiştir. Bu kapsüllerde Hausner oranı ve Carr indeksi sırasıyla PK’da 1.47, 32, DK’da 1.25, 20 ve püskürterek-DK’da 1.19, 16 olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4.33 Kapsüllerin Hausner oranı ve Carr indeksi sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Hausner Oranı	1.32±0.01 ^A	1.32±0.00 ^A
Carr İndeksi	263.81±0.00 ^A	23.81±0.00 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.2.9 Kuru Madde

Kapsüllerin kuru madde oranı Çizelge 4.34’te verilmiştir. Zeytinyağı kapsülünün kuru madde oranı %98.97±0.11, BY kapsülünün ise %99.03±0.05 olarak tespit edilmiştir. Düşük nem seviyelerinde, parçacık yüzeyindeki su, sürtünmeyi azaltarak ve tozun akışkanlığını artırarak, parçacıkların birbirleri üzerinde daha kolay hareket etmesini sağlar (Alyami vd., 2017). Nem içeriği, depolama sırasında fizikokimyasal özelliklerde meydana gelen değişiklikleri önleyebildiğinden tozların raf ömrü açısından önemli bir değişkendir (Hernandez Nava vd., 2020). Nem içeriği, kurutulmuş mikrokapsüller için önemli bir fiziksel özellik olup, kurutma sonrası çekirdeğin stabilitesini etkiler ve kurutma verimliliği ile ilişkilidir. Genel olarak nem içeriği 3-10 g/100 g arasında olan gıda ürünleri depolama sırasında iyi bir stabiliteye sahiptir (Parthasarathi ve Anandharamakrishnan, 2016).

Çizelge 4.34 Kapsüllerin kuru madde sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
Kuru madde (%)	98.97±0.11 ^A	99.03±0.05 ^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

Kapsüllerin kurumadde oranları oldukça yüksek ve yakın bulunmuştur. Voli’c vd. (2022), Pas proteinini kullanarak kekik uçucu yağını DK yöntemi ile enkapsüle etmiştir. Elde edilen kapsülde kurumadde oranı %99 bulunmuştur. Parthasarathi ve Anandharamakrishnan (2016), E vitaminini PK, DK ve püskürterek-DK yöntemleri ile

Pas proteini kullanarak kapsüllemiştir. Elde edilen mikrokapsüllerde kurumadde oranı PK'da %93.01, DK'da %92.84, püskürterek-DK'da ise %94.59 olarak tespit edilmiştir.

4.2.10 Renk

Kapsüllerin renk değerleri Çizelge 4.35'te verilmiştir. Zeytinyağı kapsülünün L değeri 44.04 ± 0.41 , BY kapsülünün ise 52.21 ± 1.29 bulunmuştur. Zeytinyağı kapsülünün a^* değeri 1.03 ± 0.01 , BY kapsülünün ise 2.53 ± 0.23 'dir. Zeytinyağı kapsülünün b^* değeri 8.86 ± 0.09 , BY kapsülünün ise 12.44 ± 0.45 olarak elde edilmiştir. Zeytinyağı kapsülünün Bİ değeri 43.34 ± 0.44 , BY kapsülünün ise 50.55 ± 1.33 olduğu gözlenmiştir. Genellikle gıdalarda renk pigmentlerini değerlendirmek için CIELab renk sistemi kullanılmaktadır. Bu sistem, farklı gıda matrislerinde L^* (parlaklık, siyahtan beyaza), a^* (kırmızıdan yeşile koordinat) ve b^* (sarıdan maviye koordinat) renk koordinatlarını belirlemek için yaygın olarak kullanılmaktadır (Cortez vd., 2016). Kapsüllerin renk değerleri göz önüne alındığında BY kapsülünün L^* , a^* , b^* ve Bİ değeri Zeytinyağı kapsülünden daha yüksek bulunmuştur. Wang vd. (2022), DK ile keten tohumu yağını enkapsüle etmiş ve çalışmamıza benzer a^* ve b^* değerleri elde etmiştir.

Çizelge 4.35 Kapsüllerin renk değerleri

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
L	44.04 ± 0.41^B	52.21 ± 1.29^A
a^*	1.03 ± 0.01^B	2.53 ± 0.23^A
b^*	8.86 ± 0.09^B	12.44 ± 0.45^A
Bİ	43.34 ± 0.44^B	50.55 ± 1.33^A

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.2.11 In-vitro Sindirim Sonuçları

Kapsüllere ait In-vitro sindirim sonuçları Çizelge 4.36'da verilmiştir. Zeytinyağı kapsülünün SYA oranı $\%54.07 \pm 0.54$, BY kapsülünün ise $\%44.05 \pm 2.42$ olarak tespit edilmiştir. Önceki çalışmalar, emülsiyonların midede stabil kalması veya ince bağırsakta sindirimi geciktirmesi durumunda bağırsak hormonlarının salınabileceğini, bunun da tokluğa yol açabileceğini ve gıda alımını azaltabileceğini göstermiştir (McClements,

2010). Çalışmaların çoğu, proteinle stabilize edilmiş emülsiyonların lipolizinin kapsamı ve hızındaki azalmayı, reaksiyon için mevcut ara yüzey alanının azalmasına neden olan mide fazı sırasında damlacık birleşmesine bağlamıştır (Naso vd., 2023). Zhang vd. (2015), sindirim ve SYA salınımı arasındaki farkın: kısa zincir > uzun zincir; doymuş > doymamış olduğunu belirtmiştir. Mu ve Hqy (2004), yüksek miktarda çoklu doymamış yağ asidi içeren triaçilgliserolün, yüksek miktarda tekli doymamış yağ asidi içerenlere göre daha yavaş hidrolize edildiğini göstermiştir. Çalışmamızda da Pas proteini ile kaplanmış kapsüllerden BY'nın daha az SYA salınımı gösterdiği belirlenmiştir.

Çizelge 4.36 Kapsüllerin In-vitro sindirim sonuçları

	Zeytinyağı Kapsülü	BY Kapsülü
SYA (%)	54.07±0.54 ^A	44.05±2.42 ^B

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı gösterir.

4.3 Depolama Sonuçları

Yüksek düzeyde çoklu doymamış yağ asitleri içeren balık yağlarının oksidatif bozulmaya karşı özellikle duyarlı olduğu rapor edilmiştir (Drusch, 2007). Çalışmamızda üretilen örneklerin oksidatif stabilitesini ölçmek amacıyla BY, BY'ndan üretilen TE, ÇE ve BY kapsülü (BYK) hem 60°C'de hem de 25°C'de depolanmıştır.

4.3.1 SYA

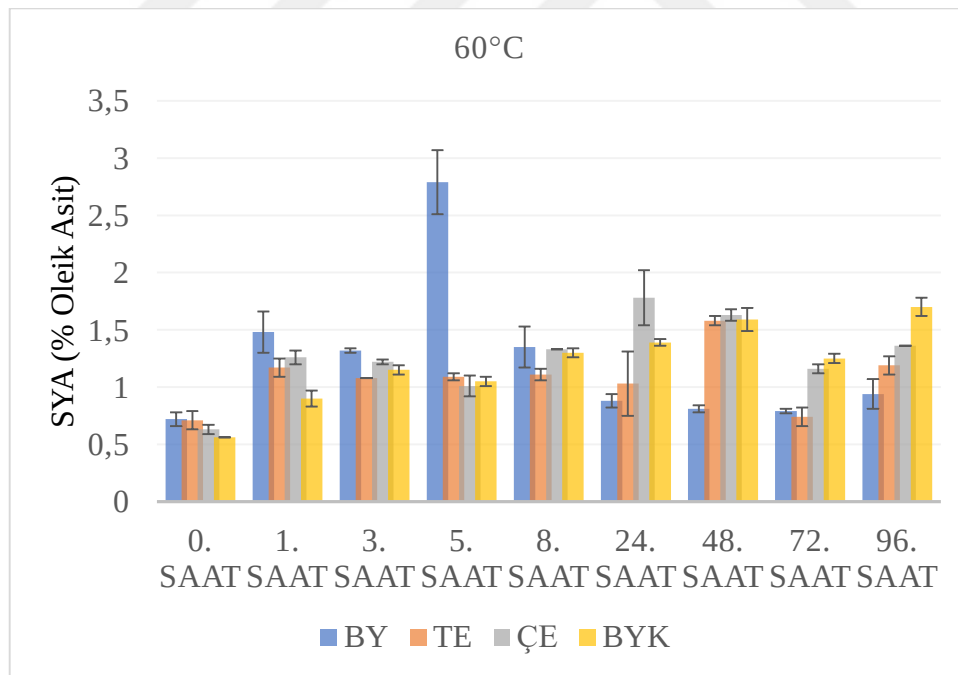
Depolanmış olan BY, TE, ÇE ve BYK örneklerine ait 60°C'de SYA oranı Çizelge 4.37 ve Şekil 4.28'de, 25°C'de SYA oranı ise Çizelge 4.38 ve Şekil 4.29'da verilmiştir. SYA, esterleşmiş lipidlerin enzimatik hidrolizi sonucu üretilir. Depolama süresine bağlı olarak SYA miktarı ile balığın tazeliği arasında bir ilişki olduğu bilinmektedir. Ayrıca SYA miktarı arttıkça yağın tadını olumsuz yönde etkileyerek acılaşmayı arttırabilmektedir. Bu nedenle, SYA içeriğindeki değişikliklerin izlenmesi, balık yağlarının lipid hidrolizi için önemli bir parametredir (Durmuş vd., 2023). SYA'lar sadece oksidasyon ürünleri açısından önemli değildir, aynı zamanda doğrudan duyuşal

etkiye sahip oldukları da rapor edilmiştir (Ashton vd., 2002). Yenilebilir yağın SYA içeriğinin %0.0-3.0 oleik asit sınırları içinde olması arzu edilir (Bassir, 1971).

Çizelge 4.37 60°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları

SYA (%Oleik asit)-60°C									
Örnekler/ Saat	0	1	3	5	8	24	48	72	96
BY	0.72± 0.06 ^{Ae}	1.48± 0.18 ^{Ab}	1.32± 0.02 ^{Abcd}	2.79± 0.28 ^{Aa}	1.35± 0.18 ^{Abc}	0.88± 0.06 ^{Bcde}	0.81± 0.03 ^{Bcde}	0.79± 0.02 ^{Bde}	0.94± 0.13 ^{Cbcde}
TE	0.71± 0.08 ^{Ad}	1.17± 0.08 ^{ABab} c	1.08± 0.00 ^{Cbcd}	1.09± 0.03 ^{Bbcd}	1.11± 0.05 ^{Abcd}	1.03± 0.28 ^{ABbc} d	1.58± 0.04 ^{Aa}	0.74± 0.08 ^{Bcd}	1.19± 0.08 ^{BCab}
ÇE	0.63± 0.04 ^{Ad}	1.26± 0.06 ^{ABc}	1.22± 0.02 ^{Bc}	1.01± 0.09 ^{Bc}	1.33± 0.00 ^{Abc}	1.78± 0.24 ^{Aa}	1.63± 0.05 ^{Aab}	1.16± 0.04 ^{Ac}	1.36± 0.00 ^{ABbc}
BYK	0.56± 0.00 ^{Ag}	0.90± 0.07 ^{Bf}	1.15± 0.04 ^{BCdd} e	1.05± 0.04 ^{Bef}	1.30± 0.04 ^{Ac}	1.39± 0.03 ^{ABbc}	1.59± 0.10 ^{Aab}	1.25± 0.04 ^{Acde}	1.70± 0.08 ^{Aa}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



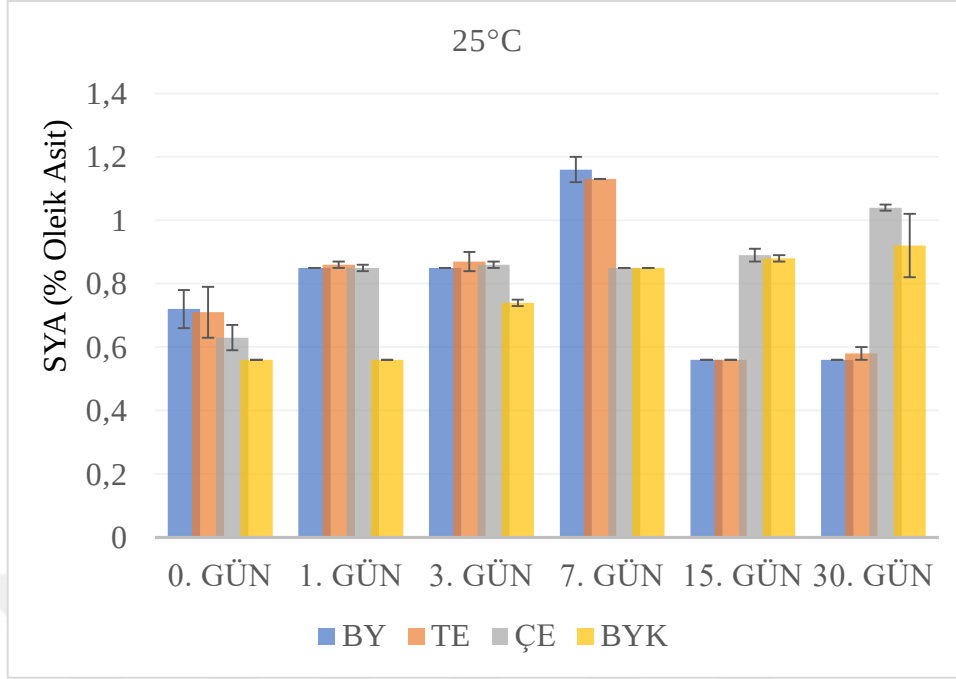
Şekil 4.28 60°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları

Çizelge 4.38 25°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları

SYA (%Oleik asit)-25°C						
Örnekler/Gün	0	1	3	7	15	30
BY	0.72±	0.85±	0.84±	1.16±	0.56±	0.56±
	0.06 ^{Ac}	0.00 ^{Ab}	0.00 ^{Ab}	0.04 ^{Aa}	0.00 ^{Bd}	0.00 ^{Bd}
TE	0.71±	0.86±	0.87±	1.13±	0.56±	0.58±
	0.08 ^{Ac}	0.01 ^{Ab}	0.03 ^{Ab}	0.00 ^{Aa}	0.00 ^{Bd}	0.02 ^{Bdc}
ÇE	0.63±	0.85±	0.86±	0.85±	0.89±	1.04±
	0.04 ^{Ac}	0.01 ^{Ab}	0.01 ^{Ab}	0.00 ^{Bb}	0.02 ^{Ab}	0.01 ^{Aa}
BYK	0.56±	0.56±	0.74±	0.85±	0.88±	0.92±
	0.00 ^{Ac}	0.00 ^{Bc}	0.01 ^{Bb}	0.00 ^{Bab}	0.01 ^{Aab}	0.10 ^{Aa}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.

60°C’de depolanan BY’nda SYA emülsiyon ve BYK örneklerine göre daha hızlı bir artış göstermiştir. BY 5. saatte en yüksek değere ulaşp ardından düşüş göstermiştir. TE ve ÇE artış ve azalışlar göstermiştir ve iki örneğin değerleri birbirine yakındır. BYK’nde ise 48. saatte kadar artış gösterip ardında düşüş göstermiştir. SYA değerlerinde görülen azalışlar diğer kimyasal dönüşümlerin SYA miktarını etkilediğini göstermektedir. Bu depolama süresi boyunca kayıp oranının triaçilgliserol hidrolizi yoluyla SYA üretim oranını aşmış olması mümkündür (Toci vd., 2013). 25°C’deki depolamada ise örneklerdeki SYA değişimi daha az gerçekleşmiştir. BY ve TE 7. güne kadar artmış ardından düşüş göstermiştir. ÇE ve BYK örnekleri ise sürekli artış göstermiştir. Durmuş vd. (2023), PK ile BY’nı kapsüllemiş ve depolama ile SYA değerinin BY’nda daha yüksek olduğunu tespit etmiştir. Depolama boyunca örneklerde dalgalanma görülmüştür. En düşük artışlar kapsülde görülmüştür. Skelbaek ve Andersen (1994), mikrokapsüllenmiş sıvı veya katı yağların SYA içeriğinin %5’in altında olduğunu belirtmiştir.



Şekil 4.29 25°C’de depolanan örneklerin SYA sonuçları

4.3.2 PD

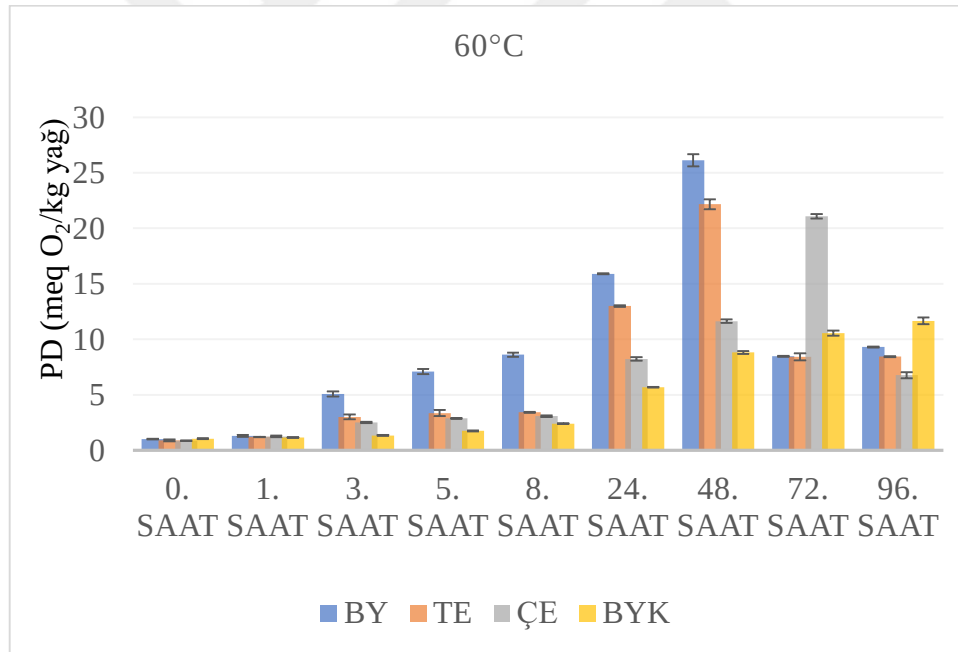
Depolanmış olan BY, TE, ÇE ve BYK örneklerine ait 60°C’deki PD Çizelge 4.39 ve Şekil 4.30’da, 25°C’deki PD ise Çizelge 4.40 ve Şekil 4.31’de verilmiştir. Yağda depolama esnasında genellikle oksidasyon zamanla artar. Oksidasyondan sonra birincil ürün olarak hidroperoksitler oluşur ve daha sonra uçucu bileşenler, malonaldehit ve p-AD gibi ikincil ürünlere dönüşür (Yang vd., 2024). PD, katı ve sıvı yağ bozulmasının başlangıç aşamasını temsil eden hidroperoksit miktarının bir ölçüsüdür ve gıda güvenliği ve kalitesini izlemek için standart bir endekstir (Wang vd., 2011). PD, katı ve sıvı yağların işleme ve depolama sonrasında oksidasyon durumunu (esas olarak birincil oksidasyon olarak) ölçmek için kullanılır (Pourashouri vd., 2014). 60°C’de depolamada BY’nda PD çok hızlı bir şekilde artmış 48. saatte maksimum seviyeye ulaşmıştır. TE maksimum seviyesine 48. saatte, ÇE ise 72. saatte ulaşmıştır. BYK örneği ise sürekli olarak bir artış göstermiştir. Ancak depolama boyunca en düşük PD’ne sahip olmuştur. 25°C’de depolamada ise PD’nde tüm örneklerde artış görülmüştür. En yüksek değerle BY’nda görülmüştür. En düşük değerler ise K örneğinde görülmüştür. ÇE örneği ise TE’den daha düşük değerlere sahip olmuştur. PD

sonuçlarında görülen azalışlar oksidasyonun birincil ürünlerinin parçalanıp ikincil ürününe dönüşümünden kaynaklanmaktadır.

Çizelge 4.39 60°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları

PD (meq O ₂ /kg yağ)-60°C									
Örnekler/ Saat	0	1	3	5	8	24	48	72	96
BY	1.00± 0.03 ^{Af}	1.29± 0.08 ^{Af}	5.06± 0.23 ^{Ae}	7.10± 0.23 ^{Ad}	8.61± 0.19 ^{Ac}	15.60± 0.04 ^{Ab}	26.13± 0.54 ^{Aa}	8.47± 0.04 ^{Cc}	9.30± 0.04 ^{Bc}
TE	0.90± 0.08 ^{Ae}	1.20± 0.01 ^{Ae}	3.01± 0.21 ^{Bd}	3.35± 0.28 ^{Bd}	3.42± 0.04 ^{Bd}	12.99± 0.08 ^{Bb}	22.17± 0.45 ^{Ba}	8.43± 0.32 ^{Cc}	8.44± 0.04 ^{Cc}
ÇE	0.88± 0.03 ^{Ag}	1.25± 0.07 ^{Ag}	2.50± 0.06 ^{Bf}	2.87± 0.04 ^{Bef}	3.07± 0.08 ^{Bf}	8.24± 0.15 ^{Cc}	11.63± 0.16 ^{Cb}	21.07± 0.20 ^{Aa}	6.77± 0.27 ^{Dd}
BYK	1.05± 0.03 ^{Ag}	1.15± 0.03 ^{Ag}	1.33± 0.04 ^{Cfg}	1.75± 0.05 ^{Cf}	2.40± 0.02 ^{Ce}	5.68± 0.04 ^{Dd}	8.82± 0.13 ^{Dc}	10.55± 0.23 ^{Bb}	11.66± 0.30 ^{Aa}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.30 60°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları

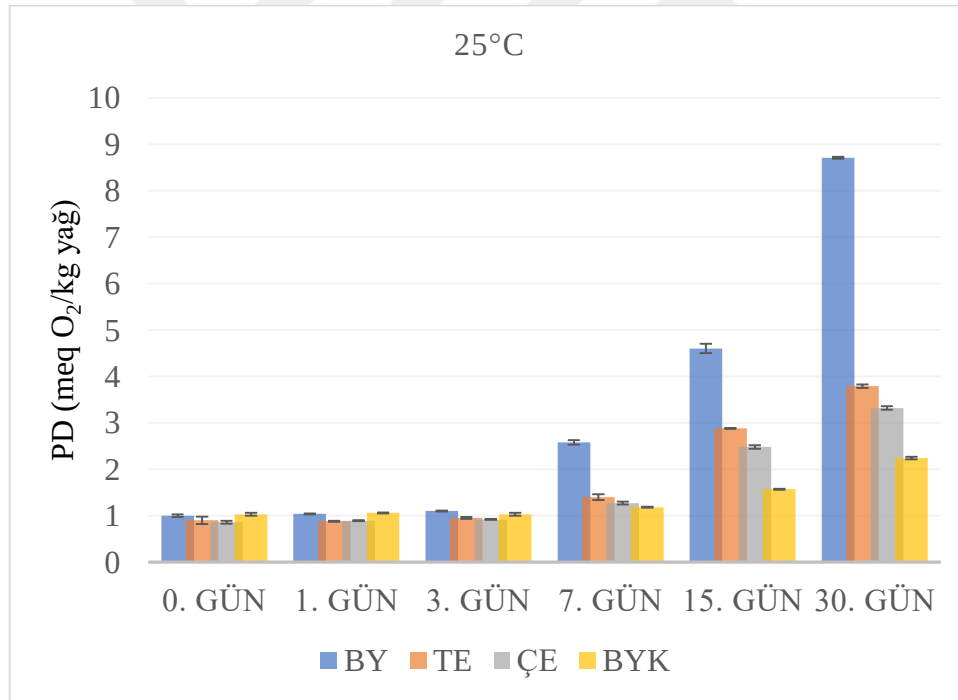
PD’nde kabul edilebilir sınır 10 meq/kg yağ olarak kabul edilir (Bannenberg vd., 2017). Öte yandan 5 meq/kg yağın altındaki PD, yağın oksitlenmediğini gösterirken, 5 ila 10 meq/kg arasındaki PD, ekşimişliği gösterir (Grace vd., 1999). 72. saate kadar BYK örneğinin bu sınırı aşmadığı görülmektedir. Pourashouri vd. (2014), BY’nı Jel, maltodekstrin, transglutaminaz ve kitosan ile farklı kombinasyonlar ile püskürterek

kurutmuştur. 20°C’de 60 günlük depolama süresinde kapsüllenmemiş BY’nın PD kapsüllenmiş örneklere göre oldukça yüksek seviyelere (~70 meq/kg yağ) çıkmıştır.

Çizelge 4.40 25°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları

PD (meq O ₂ /kg yağ)-25°C						
Örnekler/Saat	0	1	3	7	15	30
BY	1.00± 0.03 ^{Ad}	1.04± 0.01 ^{Ad}	1.10± 0.01 ^{Ad}	2.58± 0.05 ^{Ac}	4.60± 0.10 ^{Ab}	8.71± 0.02 ^{Aa}
TE	0.90± 0.08 ^{Ad}	0.88± 0.01 ^{Bd}	0.95± 0.02 ^{Bd}	1.40± 0.06 ^{Bc}	2.88± 0.01 ^{Bb}	3.79± 0.04 ^{Ba}
ÇE	0.88± 0.03 ^{Ad}	0.89± 0.01 ^{Bd}	0.92± 0.01 ^{Bd}	1.27± 0.03 ^{BCc}	2.48± 0.04 ^{Cb}	3.32± 0.04 ^{Ca}
BYK	1.05± 0.03 ^{Ad}	1.06± 0.01 ^{Ad}	1.03± 0.03 ^{Ad}	1.18± 0.01 ^{Cc}	1.57± 0.01 ^{Db}	2.24± 0.03 ^{Da}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.31 25°C’de depolanan örneklerin PD sonuçları

Dima ve Dima (2018), üretilen ÇE’ları 14 gün 25°C’de depolamıştır. Bu süreçte PD en yüksek 10 meq/kg yağ olarak tespit edilmiştir. Charles vd. (2021), DK yöntemi ile elde edilen BY kapsüllerinde 25°C’de 90 gün depolama yapmıştır ve depolama süresince PD’nin kabul edilebilir sınırdan olduğunu tespit etmiştir. Wang vd. (2011),

BY'nı arpa proteini ile farklı oranlarda püskürterek kurutarak kapsüllemiştir. Üretilen kapsüller ve BY 40°C'de 8 hafta depolanmıştır. Depolama süresince BY'nın kapsüllere göre oldukça yüksek PD değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Tüm mikrokapsüllenmiş BY'larının, 8 haftalık depolamanın ardından düşük oksidatif seviyelere (PD<30 meq peroksit/kg yağ) sahip olduğu belirtilmiştir. Çalışmamızda 25°C'de emülsiyon ve kapsüllerde elde edilen PD sonuçlarının depolama süresince kabul edilebilir sınırlarda olduğu görülmektedir.

4.3.3 TBA

Depolanmış olan BY, TE, ÇE ve BYK örneklerine ait 60°C'de TBA sonuçları Çizelge 4.41 ve Şekil 4.32'de, 25°C'de TBA sonuçları ise Çizelge 4.42 ve Şekil 4.33'te verilmiştir.

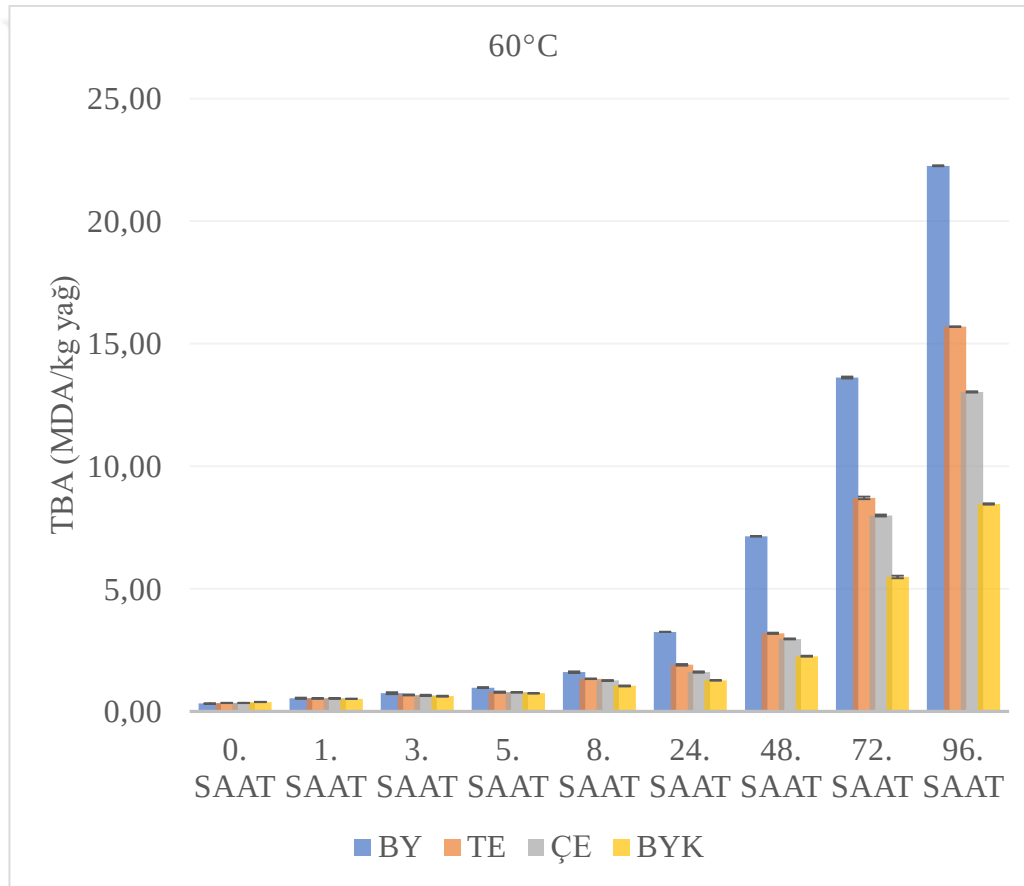
Peroksitler gibi birincil oksidatif ürünler oldukça reaktiftir ve kolaylıkla serbest radikallere parçalanır ve daha sonra aldehitler ve ketonlar gibi ikincil oksidatif ürünlere ayrışır (Liu vd., 2010). 60°C'de depolamada TBA değerlerine bakıldığı zaman tüm örneklerde artış görülmüştür. En yüksek ve en hızlı artış BY'nda elde edilmiştir. En düşük artış ise BYK'nde görülmüştür. BY'nın PD depolamanın başında 0.33 mg MDA/kg yağ iken depolamanın sonunda 22.26 mg MDA/kg yağ değerine ulaşmıştır. TE'nin PD depolamanın başında 0.35 mg MDA/kg yağ iken depolamanın sonunda 15.70 mg MDA/kg yağ değerine çıkmıştır. ÇE'nin PD depolamanın başında 0.35 mg MDA/kg iken depolamanın sonunda 13.04 mg MDA/kg yağ değerine ulaşmıştır. BYK'nün PD depolamanın başında 0.39 mg MDA/kg yağ iken depolamanın sonunda 8.46 mg MDA/kg yağ değerine yükselmiştir. TBA oksidasyonun ikincil ürünlerini temsil ettiğinden depolama boyunca sürekli artış göstermiştir.

25°C'deki depolamada ise benzer durum söz konusudur. 25°C'de BY'nda en yüksek, BYK'nde ise en düşük değerler elde edilmiştir. Charles vd. (2021), BY mikrokapsülünde benzer sonuçlar elde etmiştir. Serdaroğlu vd. (2016), zeytinyağından ÇE üretilip sığır etine ilave etmiştir. Depolama sonucunda kontrol örneğinde göre ÇE ilave edilmiş sığır etinde daha düşük oranda TBA değeri elde edilmiştir.

Çizelge 4.41 60°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları

TBA (MDA /kg yağ)-60°C									
Örnekler/ Saat	0	1	3	5	8	24	48	72	96
BY	0.33± 0.01 ^{B_i}	0.54± 0.03 ^{A_h}	0.75± 0.04 ^{A_g}	0.98± 0.02 ^{A_f}	1.61± 0.04 ^{A_e}	3.25± 0.01 ^{A_d}	7.15± 0.01 ^{A_c}	13.62± 0.04 ^{A_b}	22.26± 0.02 ^{A_a}
TE	0.35± 0.01 ^{B_i}	0.54± 0.01 ^{A_h}	0.68± 0.02 ^{A_{Bg}}	0.79± 0.03 ^{B_f}	1.34± 0.01 ^{B_e}	1.91± 0.04 ^{B_d}	3.19± 0.03 ^{B_c}	8.72± 0.05 ^{B_b}	15.70± 0.01 ^{B_a}
ÇE	0.35± 0.01 ^{A_{B_i}}	0.54± 0.02 ^{A_h}	0.66± 0.03 ^{A_{Bg}}	0.79± 0.01 ^{B_f}	1.27± 0.02 ^{B_e}	1.61± 0.03 ^{C_d}	2.96± 0.01 ^{C_c}	8.00± 0.04 ^{C_b}	13.04± 0.02 ^{C_a}
BYK	0.39± 0.01 ^{A_i}	0.52± 0.01 ^{A_h}	0.63± 0.02 ^{B_g}	0.75± 0.01 ^{B_f}	1.05± 0.02 ^{C_e}	1.27± 0.01 ^{D_d}	2.26± 0.02 ^{D_c}	5.49± 0.05 ^{D_b}	8.46± 0.03 ^{D_a}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



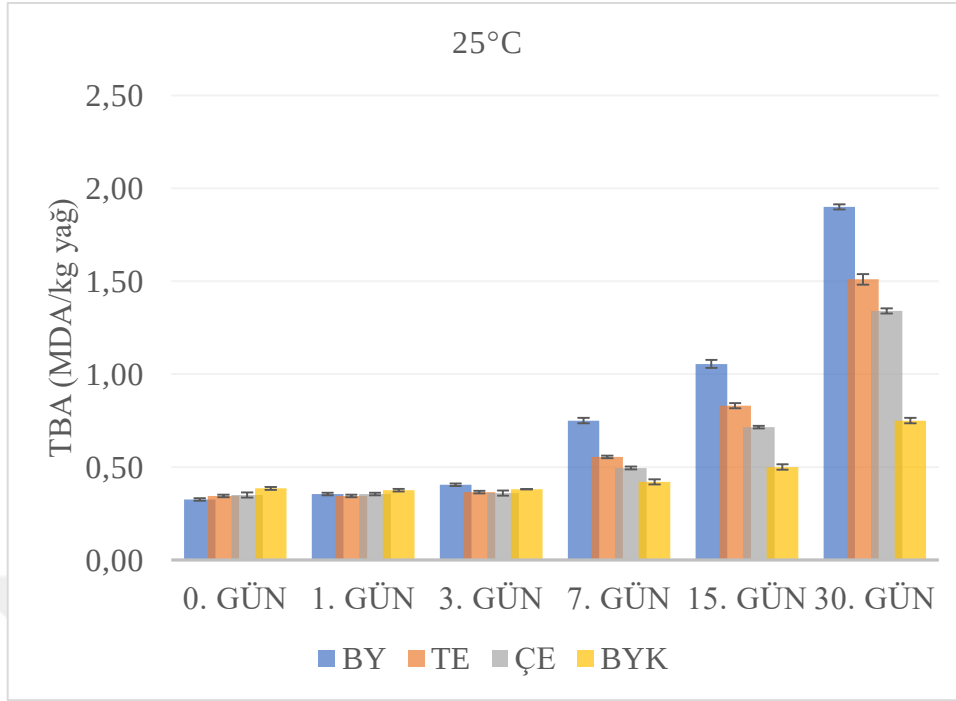
Şekil 4.32 60°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları

Çizelge 4.42 25°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları

TBA (MDA/kg yağ)-25°C						
Örnekler/Saat	0	1	3	7	15	30
BY	0.33± 0.01 ^{Be}	0.36± 0.01 ^{ABde}	0.41± 0.01 ^{Ad}	0.75± 0.01 ^{Ac}	1.06± 0.02 ^{Ab}	1.90± 0.01 ^{Aa}
TE	0.35± 0.01 ^{Bd}	0.35± 0.01 ^{Bd}	0.37± 0.01 ^{Bd}	0.56± 0.01 ^{Bc}	0.83± 0.01 ^{Bb}	1.51± 0.03 ^{Ba}
ÇE	0.35± 0.01 ^{ABd}	0.35± 0.01 ^{ABd}	0.36± 0.01 ^{Bd}	0.50± 0.01 ^{Cc}	0.72± 0.01 ^{Cb}	1.34± 0.01 ^{Ca}
BYK	0.39± 0.01 ^{Ad}	0.38± 0.01 ^{Ac}	0.38± 0.00 ^{ABcd}	0.42± 0.01 ^{Dc}	0.50± 0.01 ^{Db}	0.75± 0.01 ^{Da}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.

Jiménez-Martín vd. (2015), balık yağından ÇE ve çok katmanlı emülsiyon üretmiştir. Bu emülsiyonlar MD ile PK yoluyla enkapsüle edilmiştir. Çalışmamızda olduğu gibi daha düşük sıcaklıkta daha düşük TBA değeri elde edilmiştir. 20°C’de bir ay depolama ile ÇE’den üretilen kapsüllerde TBA değerinin ~2 MDA/kg yağ değerine ulaştığı tespit edilmiştir. 4°C’deki depolamada ise ~0.5 MDA/kg yağ değerinde ulaştığı belirlenmiştir. Huss (2011), balık yağının kalitesini ve insan tüketimi için kabul edilebilirliğini korumak amacıyla, balık yağındaki maksimum MAD konsantrasyonu olarak 7-8 mg MDA/kg yağ sınırını belirlemiştir. 25°C’de depolanan örneklerimiz bu sınırın altında sonuçlara sahiptir. 60°C’de depolanan örneklerde ise BYK örneği 96. saatte, ÇE ve TE 72. saatte, BY ise 48. saatte bu sınıra ulaşmıştır. Açıkça enkapsülasyon ve emülsiyon işlemlerinin BY’nı koruduğu gözükmemektedir. Bu sonuç, üretilen her iki tipte emülsiyon ve kapsüllerin, oda sıcaklığında, lipid oksidasyonu nedeniyle olumsuz etkilere yol açmadan bir ay boyunca saklanabileceğini göstermektedir. Ayrıca bu depolama süresi için soğutmaya ihtiyaç duymayan yapılar olduğu görülmektedir.



Şekil 4.33 25°C’de depolanan örneklerin TBA sonuçları

4.3.4 p-AD

Depolanmış olan BY, TE, ÇE ve BYK örneklerine ait 60°C’deki p-AD Çizelge 4.43 ve Şekil 4.34’te, 25°C’deki p-AD ise Çizelge 4.44 ve Şekil 4.35’te verilmiştir. P-AD, geleneksel olarak, 100 mL solvent ve reaktif karışımı içinde 1 g yağ içeren 1 cm’lik bir çözelti küvetinde 350 nm’de ölçülen optik yoğunluğunun 100 katı olarak tanımlanmaktadır. Katı/sıvı yağlardaki aldehitlerin (temel olarak 2-alkenaller ve 2,4-dienaller) miktarını belirlemek için kullanılmaktadır. Dolayısıyla p-anisidin değeri oksidasyonun geçmişini gösterir (Gan vd., 2008).

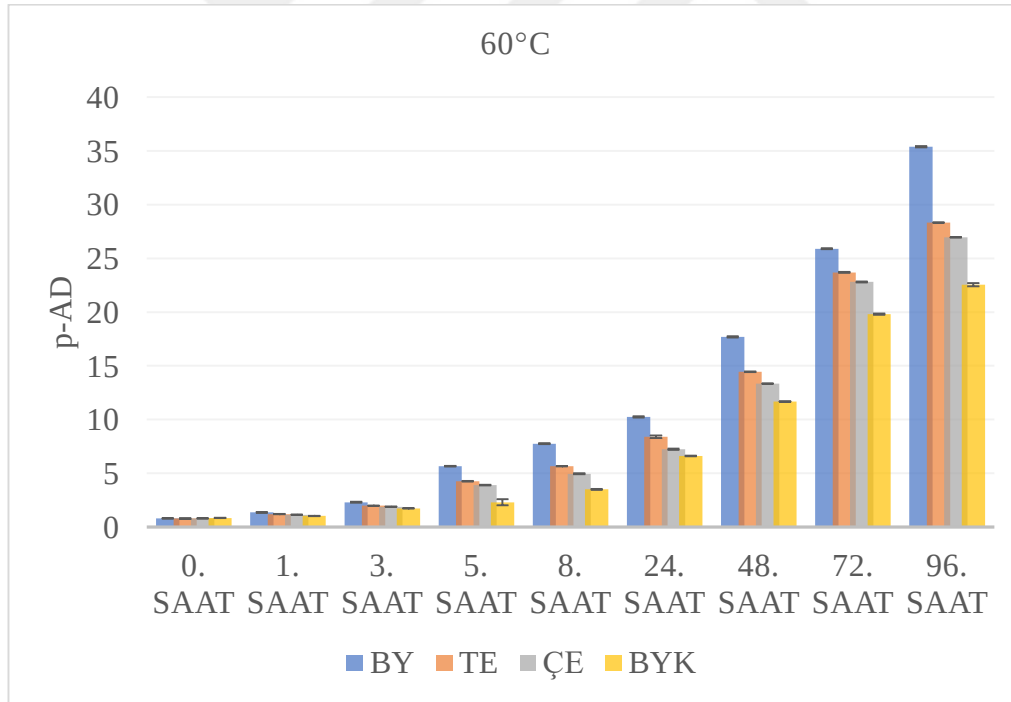
p-AD, ikincil oksidasyon ürünlerini, yani aldehitleri, ketonları ve diğer çeşitli maddeleri ölçer. Bu reaktif oksidasyon bileşikleriyle reaksiyona girer ve sarımsı bir ürün üretir (Gan vd., 2008). 60°C’de depolamada p- anisidin değerleri TBA sonuçları ile paralellik göstermiştir. En yüksek değerler sırasıyla BY, TE, ÇE ve BYK örneklerinde görülmüştür. Depolamanın başında BY’nın p-AD 0.81 iken depolamanın sonunda 35.38 değerine ulaşmıştır. Depolamanın başında TE’nin p- anisidin değeri 0.80 iken depolamanın sonunda 28.33 değerine yükselmiştir. Depolamanın başında ÇE’nun p- anisidin değeri 0.81 iken depolamanın sonunda 26.96 yağ değerine çıkmıştır.

Depolamanın başında BYK'nün p- anisidin değeri 0.85 iken depolamanın sonunda 22.55 değerine ulaşmıştır. 25°C'de ise artışlar daha az ve yavaş gerçekleşmiştir. En yüksek değerler BY, en düşük değerler ise BYK örneğinde tespit edilmiştir.

Çizelge 4.43 60°C'de depolanan örneklerin p-AD sonuçları

p-AD-60°C									
Örnekler/ Saat	0	1	3	5	8	24	48	72	96
BY	0.81± 0.02 ^{Ai}	1.36± 0.04 ^{Ah}	2.31± 0.04 ^{Ag}	5.66± 0.04 ^{Af}	7.66± 0.04 ^{Ae}	10.25± 0.06 ^{Ad}	17.70± 0.06 ^{Ac}	25.90± 0.04 ^{Ab}	35.38± 0.06 ^{Aa}
TE	0.80± 0.04 ^{Ai}	1.20± 0.01 ^{Bh}	1.99± 0.01 ^{Bg}	4.25± 0.03 ^{Bf}	5.66± 0.01 ^{Be}	8.40± 0.13 ^{Bd}	14.45± 0.04 ^{Bc}	23.69± 0.04 ^{Bb}	28.33± 0.02 ^{Ba}
ÇE	0.81± 0.02 ^{Ai}	1.15± 0.01 ^{Bh}	1.89± 0.01 ^{Cg}	3.91± 0.02 ^{Bf}	4.96± 0.04 ^{Ce}	7.24± 0.06 ^{Cd}	13.35± 0.04 ^{Cc}	2.81± 0.04 ^{Cb}	26.96± 0.04 ^{Ca}
BYK	0.85± 0.01 ^{Ah}	1.04± 0.01 ^{Ch}	1.74± 0.01 ^{Dg}	2.31± 0.28 ^{Cf}	3.51± 0.04 ^{De}	6.62± 0.04 ^{Dd}	11.69± 0.03 ^{Dc}	19.81± 0.05 ^{Db}	22.55± 0.14 ^{Da}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.34 60°C'de depolanan örneklerin p-AD sonuçları

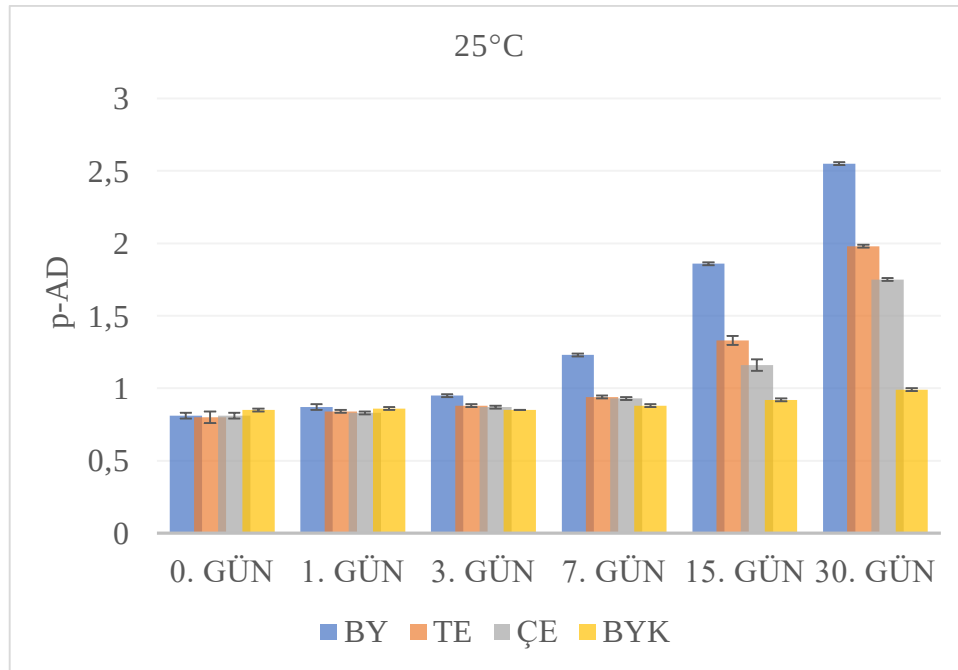
Buyukkestelli ve El (2019), 65°C'de 2 gün depolamada zeytinyağından üretilen ÇE'da zeytinyağına göre daha düşük p-AD elde etmiştir. O'Dwyer vd. (2013), BY'ndan üretilen ÇE'u 5°C'de 80 gün boyunca depolamış ve bu süreçte p-AD'in 5 civarında

olduğu tespit edilmiştir. Pourashouri vd. (2014), 20°C’de 60 günlük depolama boyunca BY mikrokapsüllerinin BY’ndan daha düşük değerlerde p-AD’e sahip olduğunu ve kapsülleme işleminin BY’nı koruduğunu tespit etmiştir. Benzer şekilde Gan vd. (2008), soya proteini, riboz ve transglutaminaz ile kapsüllenen BY’nda depolama boyunca mikrokapsüllerin BY’na göre daha düşük p-AD’ne sahip olduğunu belirlemiştir. Özyurt vd. (2013), Türkiye’de perakende satılan BY kapsülleri ve şuruplarında oksidatif stabiliteyi test etmiştir. Kapsüllerde şuruplara oranla daha düşük p-AD elde edilmiştir.

Çizelge 4.44 25°C’de depolanan örneklerin p-AD sonuçları

p-AD-25°C						
Örnekler/Saat	0	1	3	7	15	30
BY	0.81± 0.02 ^{Ae}	0.87± 0.02 ^{Ae}	0.95± 0.01 ^{Ad}	1.23± 0.01 ^{Ac}	1.86± 0.01 ^{Ab}	2.55± 0.01 ^{Aa}
TE	0.80± 0.04 ^{Ad}	0.84± 0.01 ^{Ad}	0.88± 0.01 ^{Bcd}	0.94± 0.01 ^{Bc}	1.33± 0.03 ^{Bb}	1.98± 0.01 ^{Ba}
ÇE	0.81± 0.02 ^{Ad}	0.83± 0.01 ^{Ad}	0.87± 0.01 ^{BCcd}	0.91± 0.01 ^{Bc}	1.16± 0.04 ^{Cb}	1.75± 0.01 ^{Ca}
BYK	0.85± 0.01 ^{Ac}	0.86± 0.01 ^{Ac}	0.85± 0.00 ^{Cc}	0.88± 0.01 ^{Cc}	0.92± 0.01 ^{Db}	0.99± 0.01 ^{Da}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.35 25°C’de depolanan örneklerin p-AD sonuçları

Çalışmamızda da literatürde belirtildiği gibi BYK örneğinde daha düşük p-AD değerleri elde edilmiştir. Sonuçlar literatür ile uyumludur. p-AD analizi oksidasyonun ikincil ürünlerini temsil ettiğinden çalışmamızda sürekli olarak artış göstermiştir ve TBA ile benzer bir durum söz konusudur.

4.3.5 Konjuge Dien-Trien

Çoklu doymamış yağ asitlerinde başlayan oksidasyonun birincil ürünü olan hidroperoksitler konjugasyona neden olur. Konjuge formda iki doymamış bağ arasında -CH- grubu yer alır ve çift bağlar bir atlayarak sıralanırlar. Konjuge yağ asitleri kimyasal tepkimelere çok daha yatkındırlar. Dolayısıyla bu yağlarda çok daha fazla oksidasyon ve polimerizasyon reaksiyonları gerçekleşir (Köçeroğlu vd., 2020). Depolanmış olan BY, TE, ÇE ve BYK örneklerine ait 60°C’de konjuge dien oranları Çizelge 4.45 ve Şekil 4.36’da, 25°C’de konjuge dien oranları ise Çizelge 4.46 ve Şekil 4.37’de verilmiştir. Söz konusu örneklerle ait 60°C’deki konjuge trien sonuçları Çizelge 4.47 ve Şekil 4.38’de, 25°C’deki konjuge trien sonuçları Çizelge 4.48 ve Şekil 4.39’da verilmiştir.

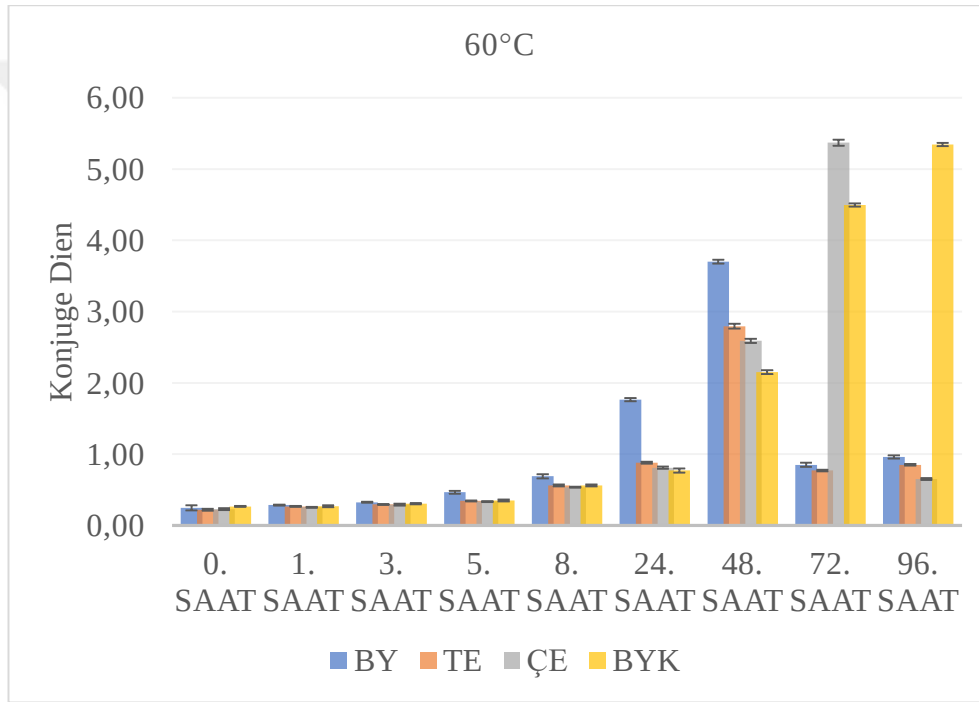
Çizelge 4.45 60°C’de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları

Konjuge dien-60°C									
Örnekler/ Saat	0	1	3	5	8	24	48	72	96
BY	0.25± 0.04 ^{Ag}	0.29± 0.01 ^{Ag}	0.33± 0.01 ^{Ag}	0.47± 0.02 ^{Af}	0.69± 0.03 ^{Ae}	1.77± 0.02 ^{Ad}	3.70± 0.03 ^{Ac}	7.45± 0.03 ^{Ab}	10.07± 0.02 ^{Aa}
TE	0.22± 0.01 ^{Ag}	0.27± 0.01 ^{Afg}	0.30± 0.01 ^{Afg}	0.35± 0.01 ^{Bf}	0.56± 0.01 ^{Be}	0.88± 0.01 ^{Bd}	2.80± 0.04 ^{Bc}	5.61± 0.02 ^{Bb}	7.69± 0.04 ^{Ba}
ÇE	0.23± 0.01 ^{Ag}	0.26± 0.01 ^{Ag}	0.29± 0.01 ^{Afg}	0.34± 0.01 ^{Bf}	0.54± 0.01 ^{Be}	0.81± 0.01 ^{BCd}	2.59± 0.03 ^{Cc}	5.4± 5.37 ^{Cb}	7.46± 0.01 ^{Ca}
BYK	0.27± 0.01 ^{Ag}	0.27± 0.01 ^{Ag}	0.31± 0.01 ^{Afg}	0.35± 0.01 ^{Bf}	0.56± 0.01 ^{Be}	0.77± 0.03 ^{Cd}	2.15± 0.03 ^{Dc}	4.48± 4.50 ^{Db}	5.35± 0.02 ^{Da}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.

60°C’de depolanan örneklerde konjuge dien oranı BY, TE ve ÇE örneklerinde artış gösterip düşmüş, BYK örneğinde ise sürekli artış göstermiştir. BY örneğinde en yüksek değerler elde edilmiştir. BY’nda konjuge dien, depolamada 0.25’ten 3.70’e çıkmış ve 48. saatte tekrar düşüş göstermiştir. TE 0.22’den 2.80’e çıkmış ve 48. saatte

tekrar düşüş göstermiştir. ÇE 0.23'ten 2.59'a çıkmıştır 72. saatte düşüş göstermiştir. BYK ise 0.27'den 2.53'e çıkmıştır. Bu sonuçlar PD sonuçları ile paralellik göstermiştir. 25°C'deki depolamada ise artışlar daha düşük düzeyde olmuştur. Yine en yüksek değerler BY'nda elde edilmiştir. Konjuge trien değerlerinde de benzer durum söz konusudur. Her iki depolama sıcaklığında da BY'nda en yüksek değerler BYK'nde en düşük değerler elde edilmiştir. Konjuge dien analizi oksidasyonun birincil ürünleri olan peroksitleri gösterdiğinden sonuçlarda azalış görülmesi peroksitlerin parçalanıp ikincil ürünlere parçalanmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.36 60°C'de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları

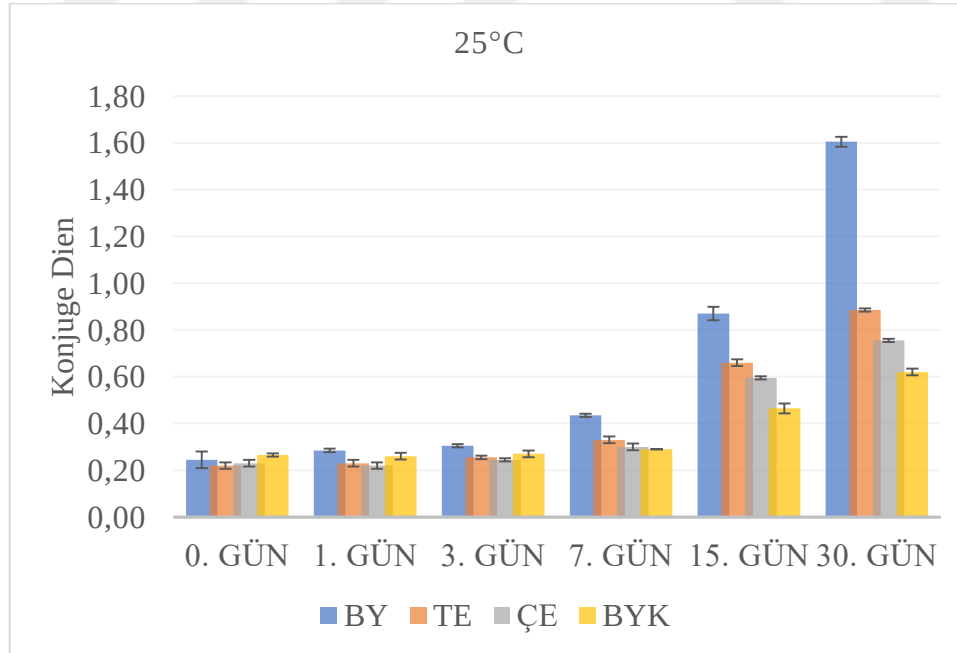
Hidroperoksit oluşumunun oksidasyonu sonucunda olumsuz koşulların devam etmesi durumunda özellikle çoklu doymamış yağ asitlerinin metil gruplarını içeren kısımlarında geometrik izomerizasyon meydana gelir. Bu nedenle çift bağların yeri değişebilir. Böylece yağ asitleri çift bağların yerlerindeki değişikliklere bağlı olarak konjuge bir yapıya dönüşür. Bu yapının belirli bir dalga boyundaki (232 ve 270 nm) UV ışınlarını absorbe ettiği belirtilmektedir. Aldehit ve keton gibi uçucu bileşenlerin (konjuge trienler) hidroperoksitlerin parçalanmasıyla çevreye salındığını söylemek mümkündür (Ceylan ve Baştürk, 2022). Konjuge dien analizi sonucunda, depolamanın

ilk zamanlarında, lipit oksidasyonunun başlangıç aşamasında hidroperoksitlerin üretiminin bir sonucu olarak konjuge diende bir artış fark edilmiştir. Sonraki günlerde konjuge hidroperoksitlerin aldehit, keton ve alkol gibi ikincil ürünlere dönüşmesi sonucu dien değerleri düşer (Dima ve Dima, 2019). Konjuge trien sonuçlarında ise 60 ve 25°C'deki sıcaklıklarda en yüksek değerler sırasıyla BY, TE, ÇE ve BYK örneklerinde elde edilmiştir.

Çizelge 4.46 25°C'de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları

Konjuge dien-25°C						
Örnekler/Saat	0	1	3	7	15	30
BY	0.25± 0.04 ^{Ad}	0.29± 0.01 ^{Ad}	0.31± 0.01 ^{Ad}	0.44± 0.01 ^{Ac}	0.87± 0.03 ^{Ab}	1.61± 0.02 ^{Aa}
TE	0.22± 0.01 ^{Ad}	0.23± 0.01 ^{Bd}	0.26± 0.1 ^{Bd}	0.33± 0.01 ^{Bc}	0.66± 0.01 ^{Bb}	0.89± 0.01 ^{Ba}
ÇE	0.23± 0.01 ^{Ad}	0.22± 0.01 ^{Bd}	0.25± 0.1 ^{Bd}	0.29± 0.01 ^{Bc}	0.60± 0.01 ^{Bb}	0.76± 0.01 ^{Ca}
BYK	0.27± 0.01 ^{Ac}	0.26± 0.01 ^{ABc}	0.27± 0.1 ^{ABc}	0.30± 0.00 ^{Bc}	0.47± 0.02 ^{Cb}	0.62± 0.01 ^{Da}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.37 25°C'de depolanan örneklerin konjuge dien değeri sonuçları

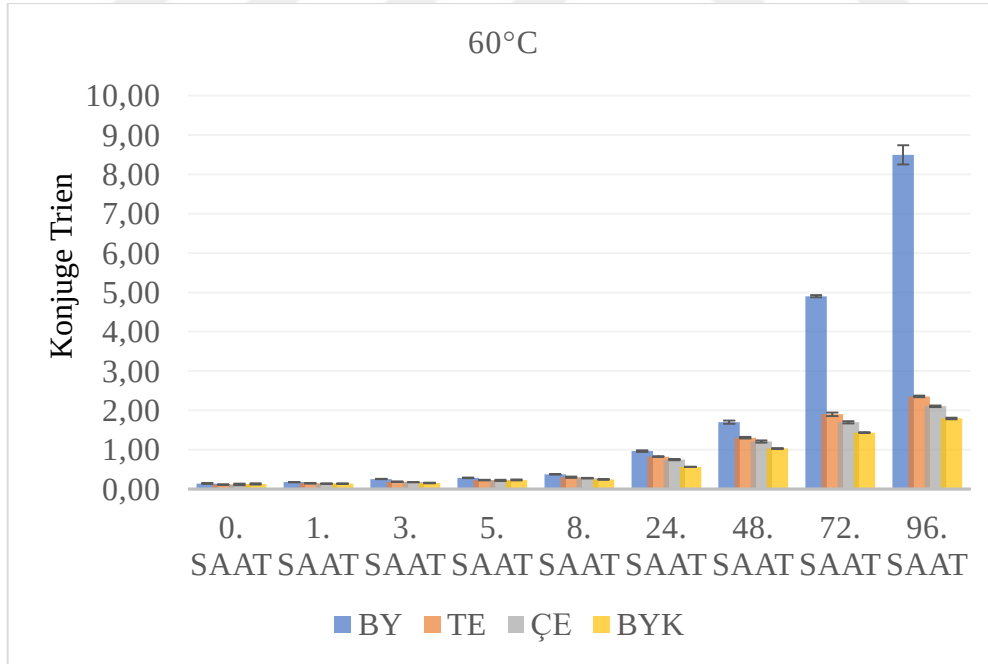
Gokoglu vd. (2012), BY'ndan üretilen emülsiyonu 4°C'de 24 gün depolamış ve konjuge dien değerinin 0.13'ten 0.17'ye çıktığını belirtmiştir. Ghiasi vd. (2022),

çoklu doymamış yağ asitlerince zengin ÇE'lar üretip 4°C'de 7 gün boyunca depolamıştır. Depolama süresince konjuge dien değerlerinin artış gösterdiği ve yaklaşık olarak 0.5'ten 6'ya kadar yükseldiği belirtilmiştir. Somacal vd. (2022), BY mikrokapsüllerinde 7°C'de 75 gün depolama ile konjuge dien değerinin 0.62'den 1.32'ye, 24°C'de 75 gün depolamada ise 0.63'ten 1.61'e çıktığını belirtmiştir.

Çizelge 4.47 60°C'de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları

Konjuge trien-60°C									
Örnekler/ Saat	0	1	3	5	8	24	48	72	96
BY	0.14± 0.01 ^{Ae}	0.18± 0.01 ^{Ae}	0.26± 0.01 ^{Ae}	0.29± 0.01 ^{Ae}	0.38± 0.01 ^{Ae}	0.97± 0.02 ^{Ad}	1.70± 0.04 ^{Ac}	4.90± 0.03 ^{Ab}	8.50± 0.25 ^{Aa}
TE	0.12± 0.01 ^{Ag}	0.15± 0.01 ^{Bg}	0.19± 0.01 ^{Bfg}	0.23± 0.01 ^{Bf}	0.30± 0.01 ^{BCe}	0.83± 0.01 ^{Bd}	1.31± 0.02 ^{Bc}	1.90± 0.04 ^{Bb}	2.36± 0.02 ^{Ba}
ÇE	0.12± 0.02 ^{Ag}	0.14± 0.01 ^{Bg}	0.18± 0.01 ^{BCfg}	0.22± 0.01 ^{Bef}	0.28± 0.01 ^{Be}	0.75± 0.01 ^{Cd}	1.21± 0.03 ^{Bc}	1.70± 0.03 ^{Cb}	2.11± 0.02 ^{BCa}
BYK	0.13± 0.01 ^{Af}	0.14± 0.01 ^{Bf}	0.16± 0.01 ^{Cf}	0.23± 0.01 ^{Be}	0.25± 0.01 ^{Ce}	0.57± 0.01 ^{Dd}	1.03± 0.01 ^{Cc}	1.44± 0.01 ^{Db}	1.80± 0.02 ^{Ca}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.38 60°C'de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları

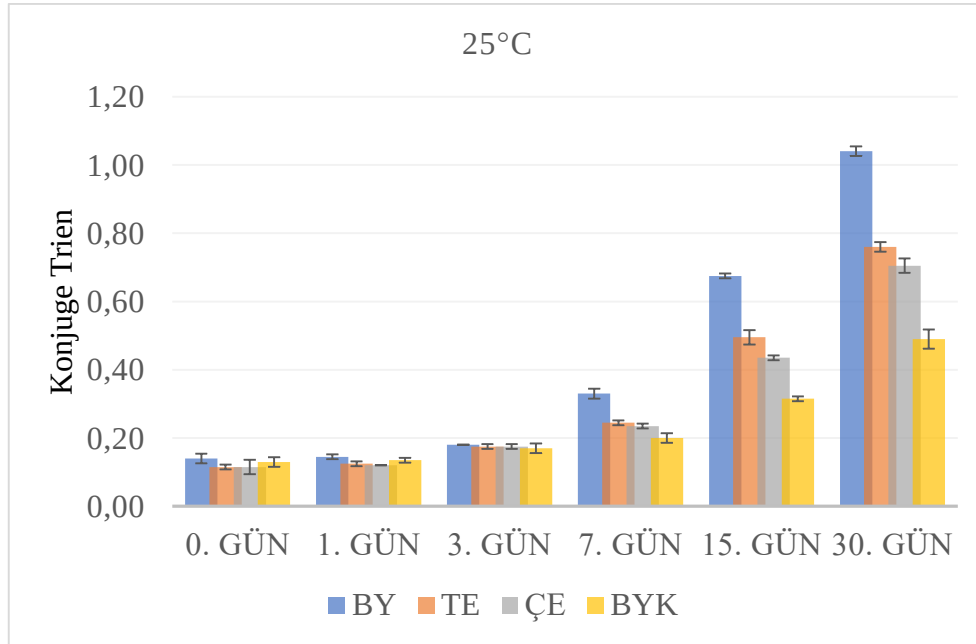
Konjuge trien, aldehit ve ketonlar gibi oksidasyonun ikinci ürünlerinin göstergesidir (Kiritsakis vd., 2022). Konjuge trien miktarı, oksidasyon sonucu aldehit ve

ketonların oluşumu sonucu yağda acılık ve istenmeyen lezzet bileşiklerinin artmasıyla birlikte artış gösterir (Tabar, 2015) Konjuge trien sonuçları göz önünde bulundurulduğu zaman her iki depolama sıcaklığında her örneğin artış gösterdiği görülmektedir. Yine en yüksek değerler sırasıyla BY, TE, ÇE, BYK örneklerinde elde edilmiştir. 60°C’de BY 0.14±0.01 değerinden 8.50±0.25 değerine kadar yükselmiştir. TE 0.12±0.01 değerinden 2.36±0.02 değerine ulaşmıştır. ÇE örneği 0.12±0.02 değerine ulaşırken BYK örneği ise 0.13±0.01 değerinden 1.80±0.02 değerine ulaşmıştır. Görüldüğü gibi BYK örneği en düşük artışı göstermiştir.

Çizelge 4.48 25°C’de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları

Konjuge trien-25°C						
Örnekler/Saat	0	1	3	7	15	30
BY	0.14± 0.01 ^{Ad}	0.15± 0.01 ^{Ad}	0.18± 0.00 ^{Ad}	0.33± 0.01 ^{Ac}	0.68± 0.01 ^{Ab}	1.04± 0.01 ^{Aa}
TE	0.12± 0.01 ^{Ae}	0.13± 0.01 ^{ABe}	0.18± 0.01 ^{Ad}	0.25± 0.01 ^{Bc}	0.50± 0.02 ^{Bb}	0.76± 0.01 ^{Ba}
ÇE	0.12± 0.02 ^{Ae}	0.12± 0.00 ^{Be}	0.18± 0.01 ^{Ad}	0.24± 0.01 ^{Bc}	0.44± 0.01 ^{Cb}	0.71± 0.02 ^{Ba}
BYK	0.13± 0.01 ^{Ad}	0.14± 0.01 ^{ABd}	0.17± 0.01 ^{Accd}	0.20± 0.01 ^{Bc}	0.32± 0.01 ^{Db}	0.49± 0.03 ^{Ca}

Büyük harfler örnekler arasındaki farkı, küçük harfler ise günler arasındaki farkı gösterir.



Şekil 4.39 25°C’de depolanan örneklerin konjuge trien değeri sonuçları

Konjuge trien 25°C'deki sonuçlar göz önüne alındığı zaman 60°C sıcaklığına göre daha düşük değerler elde edilmiştir. 60°C'de olduğu gibi 25°C'de de en yüksek konjuge trien sonuçları BY örneğinde, en düşük konjuge trien sonuçları ise BYK örneğinde tespit edilmiştir. BY depolamanın başında 0.14 ± 0.01 değerine sahip iken depolamanın sonunda 1.04 ± 0.01 değerine ulaşmıştır. TE, ÇE örneğine göre daha yüksek konjuge trien sonuçlarına sahip olmuştur. Depolamanın başında 0.12 ± 0.01 değerine sahip iken depolamanın sonunda 0.76 ± 0.01 değerine yükselmiştir. ÇE, depolamanın başında 0.12 ± 0.02 değerinde iken depolamanın sonunda 0.71 ± 0.02 değerine çıkmıştır. BYK ise yine en düşük değerler sergilemiş ve depolamanın başında 0.13 ± 0.01 iken depolamanın sonunda 0.49 ± 0.03 değerine ulaşmıştır. Literatür daha önce depolama süresi ve sıcaklığın artmasıyla konjuge dien ve trien değerlerinin de arttığını bildirmiştir (Kasımoğlu vd., 2018). Çalışmamızda da konjuge trien değerlerinin depolama ile arttığı görülmektedir.

Depolama çalışmasında yapılan kalite analizleri sonucunda enkapsülasyon işleminin BY'nı korumada oldukça etkili olduğu belirlenmiştir. Bunun yanısıra ÇE işleminin TE'a göre oksidasyonu önlemede daha iyi olduğu gözlenmektedir. BY'nın işlem uygulanmadan depolanması raf ömrünün kısalabileceği yapılan depolama çalışması ile açıkça görülmektedir. Bunun yanısıra oda sıcaklığında BY'nın kapsül formunda soğuk koşullar uygulanmadan depolanabileceği gözlenmiştir. Ayrıca daha düşük sıcaklıklarda beklendiği gibi daha yüksek sıcaklıklara göre raf ömrünün daha uzun olacağı gözlenmiştir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışma genel olarak üç aşama içermektedir. İlk aşamada ÇE üretim yöntemleri karşılaştırılmış ve ÇE optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Optimum koşullarda üretilen zeytinyağı ve BY ÇE'lerinin bazı özellikleri incelenmiştir. İkinci aşamada ise optimum koşullarda üretilen ÇE'lar PK ve DK yöntemleri ile enkapsüle edilip karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonucu DK yöntemi seçilerek çalışmaya devam edilmiş ve DK yöntemi ile optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Optimum koşullarda Jel, Pas ve soya proteinleri ile enkapsülasyon işlemi yapılmış ve bu üç proteinden Pas proteini seçilmiştir. Pas proteini ile üretilen kapsüllerin bazı özellikleri araştırılmıştır. Üçüncü ve son aşamada ise BY'dan üretilen TE, ÇE, BY kapsülleri ve saf BY depolanarak kalite analizleri gerçekleştirilmiştir.

5.1 Emülsiyonlar ile İlgili Sonuçlar

İlk aşamada zeytinyağı kullanılarak üç farklı yöntem (tek adımlı emülsiyon, çok adımlı emülsiyon ve membran emülsiyon yöntemleri) ile ÇE üretimi gerçekleştirilmiştir. ÇE yöntemleri karşılaştırılmıştır ve tek adımlı yöntemin iki adımlı ve membran emülsiyon yöntemine göre damlacık boyutu ve zeta potansiyeli açısından daha iyi sonuç verdiği belirlenmiştir. Tek adımlı emülsiyon yöntemi ile üretilen ÇE'da Yanıt Yüzey Yöntemi ve Merkezi Karma Tasarım ile deneme deseni kullanılarak 27 adet deneme yapılmıştır. Optimizasyon sonucunda elde edilen optimum koşullar şu şekildedir: Yağ oranı %35.1, emülgatör oranı %6.9, homojenizasyon hızı 15000 rpm ve homojenizasyon süresi 5 dak'dır. Optimizasyondan elde edilen tahmini değerler damlacık boyutu için 177.81 ± 1.53 nm ve polidispersidite indeksi için 0.14 ± 0.08 'dir. Optimum şartlarda üretilen emülsiyonda damlacık boyutu 180.7 ± 6.6 nm, polidispersidite indeksi ise 0.13 ± 0.01 olarak bulunmuştur. Optimum koşullar altında üretilen zeytinyağı ve BY emülsiyonun küçük damlacık boyutuna, düşük polidispersidite indeksine, yüksek verime ve düşük viskozite değerlerine sahip olduğu ve güçlü emülsiyon stabilitesine sahip olduğu belirlenmiştir. Tek adımlı yöntemin, daha küçük damlacık boyutu ve daha güçlü emülsiyon stabilitesi açısından üstün olmasının

yanı sıra, emülsiyon üretimi için çalışılan diğer yöntemlere göre hızlı ve pratik olduğu sonucuna varılmıştır.

5.2 Enkapsülasyon ile İlgili Sonuçlar

Enkapsülasyon yöntemlerinin karşılaştırılmasında ise DK yönteminin verim ve etkinlik bakımından daha üstün olduğu görülmüştür. Jel için PK 140°C’de %42±1.9, 160°C’de %58.3±2.9, 180°C’de %60.7±0.9, DK için ise %95.1±1.4 oranında enkapsülasyon verimi elde edilmiştir. Pas proteini için PK 140°C’de %60.6±0.9, 160°C’de %60.8±0.2, 180°C’de %55±2.4, DK için ise %95.8±1.1 oranında enkapsülasyon verimi elde edilmiştir. Soya proteini için PK 140°C’de %27.9±0.8, 160°C’de %26.6±0.4, 180°C’de %27.9±0.2, DK için ise %94.0±1.4 oranında enkapsülasyon verimi elde edilmiştir. Enkapsülasyon etkinliği ise Jel için PK 140°C’de %85.2±0.8, 160°C’de %91.9±1.5, 180°C’de %98.3±0.7, DK için ise %95.4±0.5 oranında bulunmuştur. Pas proteini için enkapsülasyon etkinliği PK 140°C’de %77.4±0.4, 160°C’de %69.2±0.7, 180°C’de %63.7±1.0, DK için ise %95.1±0.6 oranında bulunmuştur. Soya proteini için PK 140°C’de %42.0±1.3, 160°C’de %36.0±2.7, 180°C’de %32.0±1.3, DK için ise %93.1±1.2 oranında bulunmuştur. 3 proteinde de en yüksek verim DK yöntemi ile elde edilmiştir. Etkinlik sonuçlarında da farklı olarak sadece Jel’de en yüksek etkinlik oranı PK 180°C’de elde edilmiştir. Her proteinde de PK’da etkinlik değerindeki artış ve azalışların kapsülün protein oranı ile paralel değiştiği gözlemlenmiştir. Sonuç olarak DK yönteminin PK yönteminden daha avantajlı olduğu belirlenmiştir. DK yöntemi ile Yanıt Yüzey Yöntemi ve Merkezi Karma Tasarım ile deneme deseni kullanılarak her üç protein için ayrı ayrı 18’er deneme yapılmıştır. Optimizasyon sonucunda Jel için elde edilen optimum karıştırma süresi 6.4 dak, optimum kaplama oranı 2.9:1 bulunmuştur. Pas proteini için optimum karıştırma süresi 5.125 dak, optimum kaplama oranı 1.8:1 bulunmuştur. Soya proteini için optimum karıştırma süresi 7.5 dak, optimum kaplama oranı 3:1 olarak tespit edilmiştir. Optimizasyon sonucunda elde edilen tahmini veriler Jel için enkapsülasyon etkinliği %92.13±1.59, çözünürlük %19.22±2.10, Hausner oranı 1.00±0.01’dir. Pas için enkapsülasyon etkinliği %99.80±1.99, çözünürlük %44.06±1.10, Hausner oranı 1.31±0.01’dir. Soya için enkapsülasyon etkinliği %98.19±1.36, çözünürlük

%24.79±1.81, Hausner oranı 1.02±0.02'dir. Deneysel sonucunda ise Jel'de enkapsülasyon etkinliği %92.0±0.2, çözünürlük %18.7±0.5, Hausner oranı 1.01±0.01 bulunmuştur. Pas proteininde enkapsülasyon etkinliği %98.6±0.2, çözünürlük %44.2±0.4, Hausner oranı 1.32±0.01 bulunmuştur. Soya proteininde ise enkapsülasyon etkinliği %97.3±0.5, çözünürlük %25.1±0.2 ve Hausner oranı 1.03±0.01 olarak tespit edilmiştir. Bu durumda Pas proteininin diğer iki proteine göre daha iyi olduğu belirlenmiştir. Pas proteini kullanılarak üretilen zeytinyağı ve BY kapsüllerinde yüksek oranda etkinlik, yüksek oranda kurumadde oranı elde edilmiştir. Üretilen kapsüllerin Hausner oranı ve Carr indeksi değerlerinin fena değil kategorisinde olduğu belirlenmiştir. Kapsüllerin renk değerlerine bakıldığı zaman BY kapsülünün daha parlak, daha sarı ve daha beyaz olduğu belirlenmiştir.

5.3 Depolama ile İlgili Sonuçlar

Depolama çalışması 60°C (4 gün) ve 25°C (30 gün) olmak üzere iki farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. Bu süreçte SYA, PD, TBA, p-AD, konjuge dien-trien analizleri yapılmıştır. Depolama ile PD 60°C'de depolanan BY örneğinde 48. saatte 26.13 meq O₂/kg yağ, TE örneğinde 22.17 meq O₂/kg yağ, ÇE örneğinde 72. saatte 21.07 meq O₂/kg yağ seviyesine ulaşmış ve ardından düşüş göstermiştir. BYK örneği ise sürekli artış göstermiş ve en yüksek 11.66 meq O₂/kg yağ seviyesine ulaşmıştır. 25°C'deki depolamada ise PD sürekli olarak artış göstermiş ve en yüksek değerler BY'nda elde edilmiştir. PD sonuçları ile benzer durum konjuge dien sonuçlarında da gözlemlenmiştir. TBA değerlerinde ise tüm örneklerde artış görülmüştür. En yüksek artış 60°C'de sırasıyla BY'nda (22.26 MDA/kg yağ), TE örneğinde (15.70 MDA/kg yağ), ÇE örneğinde (13.04 MDA/kg yağ) ve K örneğinde (8.46 MDA/kg yağ) elde edilmiştir. Benzer durum p-AD ve konjuge trien analizlerinde de görülmüştür. Depolama analizleri sonucunda K'nun stabilitesinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. ÇE'nunda TE'a göre daha iyi koruma sağladığı belirlenmiştir. Depolama boyunca TBA, p-AD ve konjuge trien değerleri her örnekte sürekli olarak artmıştır. Fakat kapsül ve ÇE'daki artışlar daha düşük seviyede gerçekleşmiştir. SYA, PD ve konjuge dien 60°C'deki depolamada artış ve azalışlar sergilemiştir. Bu analizlerde de kapsül ve ÇE'da artışlar BY ve TE'a göre daha az gerçekleşmiştir.

Sonuç olarak bu çalışma ile tek adımlı emülsiyon yöntemi ve belirtilen optimum koşullar ile başarılı bir ÇE oluşturulabileceği tespit edilmiştir. Ayrıca DK yönteminin, PK yöntemine göre daha iyi etkinlik ve verim sonuçlarına sahip olduğu belirlenmiştir. DK yöntemi ile Pas proteinin Jel ve soya proteinine göre daha iyi sonuçlara sahip olduğu belirlenmiştir. Ek olarak tek adımlı emülsiyon yöntemi ile ÇE ve DK yöntemi ile mikrokapsül üretimi için optimum koşullar belirlenmiştir. BY'nın DK yöntemi kullanılarak Pas proteini ile kaplanması ve BY'nın ÇE'a işlenerek oksidatif stabilitenin iyileştirildiği belirlenmiştir. Bunun yanısıra çalışmada doğal materyaller olan Jel, Pas ve soya proteinleri duvar materyali olarak kullanılmış ve başarılı mikrokapsüller elde edilmiştir. Söz konusu proteinlerin enkapsülasyon işlemlerinde gıda sistemlerinde duvar materyali olarak başarılı bir şekilde kullanılabileceği ümit edilmektedir. Çalışma sonucunda BY'nın işlenmemiş halde kullanımının emülsiyon ve enkapsülasyon işlemine göre raf ömrünün oldukça düşük olacağı tespit edilmiştir. Ayrıca düşük sıcaklıkta depolamanın işlenmemiş ve işlenmiş BY'nın raf ömrü üzerine önemli etkisi olduğu gözlenmiştir. Çalışmanın, endüstriyel anlamda gıda sistemlerinde emülsiyon ve enkapsülasyon işlemlerinin kullanımında önemli bir kaynak olacağı umut edilmektedir. Ayrıca bu çalışmanın literatüre önemli bir katkı sağlayacağı ve gelecekteki çalışmalara önemli bir ışık tutacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- Abbas, K. A., Abdulkarim, S. M., Saleh, A. M., Ebrahimian, M. (2010). Suitability of viscosity measurement methods for liquid food variety and applicability in food industry - A review. *Journal of Food, Agriculture & Environment*, 8(3&4), 100-107.
- Abdelhamid, A.S., Brown, T.J., Brainard, J.S., Biswas, P., Thorpe, G.C., Moore, H.J., Deane K.H.O., AlAbdulghafoor, F.K., Summerbell, C.D., Worthington H.V., Song, F., Hooper, L. (2018). Omega-3 fatty acids for the primary and secondary prevention of cardiovascular disease. *Cochrane Database of Systematic Reviews*, 7, 3177.
- Abdullah, E. C., Salam, A. M., Aziz, A. R. (2010). Cohesiveness and flowability properties of silica gel powder. *Physics International*, 1(1), 16-21.
- Akay, G., Tong, L. (2000). Intensive structuring: intensive processing of microstructured materials by flow induced phase inversion. *Chemical Engineering & Technology*, 23 285-288.
- Akhtar, M., Murray, B.S., Afeisume, E.I., Khew, S.H. (2014). Encapsulation of flavonoid in multiple emulsion using spinning disc reactor technology. *Food Hydrocolloids*, 34, 62-67.
- Akseli, I., Hilden, J., Katz, J. M., Kelly, R. C., Kramer, T. T., Mao, C., Strong, J. C. (2019). Reproducibility of the measurement of bulk/tapped density of pharmaceutical powders between pharmaceutical laboratories. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 108(3), 1081-1084.
- Albano, K.M., Cavallieri, A.L.F., Nicoletti, V.R. (2020). Electrostatic interaction between soy proteins and pectin in O/W emulsions stabilization by ultrasound application, *Food Biophysics*, 15 297–312.
- Alyami, H., Koner, J., Dahmash, E. Z., Bowen, J., Terry, D., Mohammed, A. R. (2017). Microparticle surface layering through dry coating: impact of moisture content and process parameters on the properties of orally disintegrating tablets. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 69(7), 807-822.
- Anandharamakrishnan, C., Rielly, C. D., Stapley, A. G. (2010). Spray-freeze-drying of whey proteins at sub-atmospheric pressures. *Dairy Science & Technology*, 90(2-3), 321-334.
- Anbinder, P. S., Deladino, L., Navarro, A. S. D. R., Amalvy, J., Martino, M. N. (2011). Yerba mate extract encapsulation with alginate and chitosan systems. *Interactions Between Active Compound Encapsulation Polymers*, 1, 80-87.
- Anwar, S. H., Kunz, B. (2011). The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: Comparison of spray granulation, spray drying, and freeze drying. *Journal of Food Engineering*, 105(2), 367-378.
- Ashton, I. P., Unilever, R., and Sharnbrook, D. (2002). Understanding lipid oxidation in fish. In: *Safety and Quality Issues in Fish Processing*. Bremner, H. A. (Ed.). Cambridge, United Kingdom: Woodhead Publishing Limited. pp. 254–285.
- AOAC. (1990). Official methods of analysis, 15th ed. *Arlington, Va*, 965 33.
- AOAS. (1994). Official methods and recommended practices of the american oil chemists society. *American Oil Chemists Society*.
- AOCS, In *Official Methods and Recommended Practices of The American Oil Chemists' Society*, AOCS Press: Champaign, IL., 1990.

- AOCS (2017b) AOCS official method Ce 1j-07: Determination of cis-, trans-, saturated, monounsaturated, and polyunsaturated fatty acids in extracted fats by capillary GLC. In M. Collison (Ed.), Official methods and recommended practices of the AOCS (7th ed.). Urbana, IL: Author.
- AOCS. (1989). Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society, Determination of Specific Extension of Oils and Method. Ch 5-91, AOCS Press.
- Arla, D., Sinquin, A., Palermo, T., Hurtevent, C., Graciaa, A., Dicharry, C. (2007). Influence of pH and water content on the type and stability of acidic crude oil emulsions. *Energy & Fuels*, 21(3), 1337-1342.
- Baltacıoğlu, C., Keskin, O., Baltacıoğlu, H., Ağçam, E. (2024). Encapsulation and drying methods in the production of powdered red cabbage (*Brassica oleracea* L.): Chemometrics and Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Science and Technology International*, 10820132241238261.
- Bamba, B. S. B., Shi, J., Tranchant, C. C., Xue, S. J., Forney, C. F., Lim, L. T., Xu, G. (2018). Coencapsulation of polyphenols and anthocyanins from blueberry pomace by double emulsion stabilized by whey proteins: Effect of homogenization parameters. *Molecules*, 23(10), 2525.
- Bannenberg, G., Mallon, C., Edwards, H., Yeadon, D., Yan, K., Johnson, H., Ismail, A. (2017). Omega-3 long-chain polyunsaturated fatty acid content and oxidation state of fish oil supplements in New Zealand. *Scientific Reports*, 7(1), 1488.
- Bassir, O. 1971. Handbook of Practical Biochemistry (2nd ed.). Ibadan, Nigeria: Ibadan University Press.
- Benichou, A., Aserin, A., Garti, N. (2007). W/O/W double emulsions stabilized with WPI-polysaccharide complexes. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 294(1-3), 20-32.
- Beristain, C. I., Vernon-Carter, E. J. (2001). Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. *Lebensmittel-Wissenschaft and-Technologie*, 34(6), 398-401.
- Bhandari, B.R., Dumoulin, H.M.J., Richard H.M.J. (1992). Flavor encapsulation of spray drying: application to citral and linalyl acetate. *Journal of Food Science*, 51, 1301-1306.
- Bhatia, N., Pandit, S., Agrawal, S., Gupta, D. (2013). A Review on Multiple Emulsions. *International Journal of Pharmaceutical Erudition*, 3(2), 22-30.
- Bhattacharjee, S. (2016). DLS and zeta potential – What they are and what they are not. *Journal of Controlled Release*, 235, 337-351.
- Binks, B. P.; Clint, J. H.; Fletcher, P. D. I.; Rippon, S.; Lubetkin, S. D.; Mulqueen, P. J. (1999). Kinetics of swelling of oil-in-water emulsions stabilized by different surfactants. *Langmuir*, 15(13), 4495-4501.
- Bou, R., Cofrades, S., Jiménez-Colmenero, F. (2014). Influence of high pressure and heating treatments on physical parameters of water-in-oil-in-water emulsions. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 23, 1-9.
- Botrel, D.A., Borges, S.V., Fernandes, R.V.D.B., Lourenço Do Carmo, E. (2014). Optimization of fish oil spray drying using a protein:inulin system. *Drying Technology*, 32(3), 279-290.
- Botrel, D. A., Fernandes, D.B., Borges, R.V., Yoshida, S.V., M. I. (2014). Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried microparticles containing fish oil. *Food Research International*, 62, 344–352.

- Buyukkestelli, H. I., El, S. N. (2019). Development and characterization of double emulsion to encapsulate iron. *Journal of Food Engineering*, 263, 446-453.
- Campelo, P. H., Junqueira, L. A., Resende, J. V., Zacarias, R. D., Barros Fernandes, R. V., Botrel, D. A., Borges, S. V. (2017). Stability of lime essential oil emulsion prepared using biopolymers and ultrasound treatment. *International Journal of Food Properties*, 20(1), 564-579.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, A.M., Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Food Science and Emerging Technologies*, 6(4), 420-428.
- Carlotti, M. E., Gallarate, M., Sapino, S., Ugazio, E., Morel, S. (2005). W/O/W multiple emulsions for dermatological and cosmetic use, obtained with ethylene oxide free emulsifiers. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 26(2), 183-192.
- Ceylan, M. M., Basturk, A. (2022). Investigation of the effects of uckun (*Rheum ribes L.*), quinoa (*Chenopodium quinoa Willd.*), and propolis extracts on the thermal oxidation of palm olein oil during the deep-frying process. *Journal of Food Processing and Preservation*, 46(2), 16210.
- Chang, C., Nickerson, T. (2018). Stability and In-vitro release behavior of encapsulated omega fatty acid-rich oils in lentil protein isolate-based microcapsules. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 69(1), 12-23.
- Chang, H.W., Tan, T.B., Tan, P.Y., Nehdi, I.A., Sbihi, H.M., Tan, C.P. (2020). Microencapsulation of fish oil-in-water emulsion using thiol-modified β lactoglobulin fibrils-chitosan complex. *Journal of Food Engineering*, 264, 109-680.
- Chantrapornchai, W., Clydesdale, F., McClements, D. J. (1998). Influence of droplet size and concentration on the color of oil-in-water emulsions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(8), 2914-2920.
- Charles, A. L., Abdillah, A. A., Saraswati, Y. R., Sridhar, K., Balderamos, C., Masithah, E. D., Alamsjah, M. A. (2021). Characterization of freeze-dried microencapsulation tuna fish oil with arrowroot starch and maltodextrin. *Food Hydrocolloids*, 112, 106-281.
- Chen, B., McClements, D.J., Decker, E.A. (2010). Role of continuous phase anionic polysaccharides on the oxidative stability of menhaden oil-in-water emulsions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 3779-3784.
- Chitprasert, P., Ngamekaue, N. (2017). Stability enhancement of ocimum sanctum linn. essential oils using stearic acid in aluminum carboxymethyl cellulose film-coated gelatin microcapsules. *Journal of Food Science*, 82(6), 1310-1318.
- Cole, G.M., Ma, Q.L., Frautschy, S.A. (2009). Omega-3 fatty acids and dementia. *Prostaglandins Leukot Essent Fatty Acids*, 81, 213-221.
- Comunian, T. A., Roschel, G. G., da Silva Anthero, A. G., de Castro, I. A., Hubinger, M. D. (2020). Influence of heated, unheated whey protein isolate and its combination with modified starch on improvement of encapsulated pomegranate seed oil oxidative stability. *Food Chemistry*, 326, 126995.
- Cortez, R., Vital, D.A.L., Margulis, D., Mejia, E.G. (2016). Natural Pigments: Stabilization Methods of Anthocyanins for Food Applications. *Comprehensive Review in Food Science and Food Safety*, 00, 1-19.
- Coucoulas, L. (2003). AGGLOMERATION. Caballero B.(Eds). *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition*. 73-80.

- Cournarie, F., Savelli, M.P., Rosilio, V., Bretez, F., Vauthier, C., Lacour, B., Grossiord, J.L., Seiller, M. (2004). Insulin-loaded W/O/W multiple emulsions: comparison of the performances of systems prepared with medium-chain-triglycerides and fish oil. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 58, 477-482.
- Čulina, P., Zorić, Z., Garofulić, I. E., Repajić, M., Dragović-Uzelac, V., Pedisić, S. (2023). Optimization of the spray-drying encapsulation of sea buckthorn berry oil. *Foods*, 12(13), 2448.
- Çakmak-Arslan, G. (2022). Monitoring of Hazelnut oil quality during thermal processing in comparison with extra virgin olive oil by using ATR-FTIR spectroscopy combined with chemometrics. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 266, 120-461.
- Çalışkan, G., Dirim, S.N. (2013). The effects of the different drying conditions and the amounts of maltodextrin addition during spray drying of sumac extract. *Food and Bioprocesses Processing*, 91(4), 539–548.
- Danaei, M., Dehghankhold, M., Ataei, S., Hasanzadeh Davarani, F., Javanmard, R., Dokhani, A., Khorasani, S., Mozafari, M. R. (2018). Impact of particle size and polydispersity index on the clinical applications of lipidic nanocarrier systems. *Pharmaceutics*, 10(2), 57-74.
- Dapčević Hadnađev, T., Dokić, P., Krstonošić, V., Hadnađev, M. (2013). Influence of oil phase concentration on droplet size distribution and stability of oil-in-water emulsions. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 115(3), 313-321.
- Deepak, S., Sanjay, K., Piyush, A. (2013). Recent advancement, technology and applications of multiple emulsions. *Innovare Journal of Health Sciences*, 1, 19-23.
- Deng, X.X., Chen, Z., Huang, Q., Fu, X., Tang, C.H. (2014). Spray-drying microencapsulation of β -carotene by soy protein isolate and/or OSA-modified starch. *Journal of Applied Polymer Science*, 131, 1-10.
- Desai, K. G. H., Jin, P, H. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23(7), 1361–1394.
- Devraj, R., Williams, H. D., Warren, D. B., Mullertz, A., Porter, C. J. H., Pouton, C. W. (2013). In vitro digestion testing of lipid-based delivery systems: Calcium ions combine with fatty acids liberated from triglyceride rich lipid solutions to form soaps and reduce the solubilization capacity of colloidal digestion products. *International Journal of Pharmaceutics*, 441(1-2), 323-333.
- Dickinson, E., 2009. Hydrocolloids as emulsifiers and emulsion stabilizers. *Food Hydrocolloids*, 23, 1473–1482.
- Di Giorgio, L., Salgado, P. R., Mauri, A. N. (2019). Encapsulation of fish oil in soybean protein particles by emulsification and spray drying. *Food Hydrocolloids*, 87, 891-901.
- Dima, C., Dima, S. (2018). Water-in-oil-in-water double emulsions loaded with chlorogenic acid release mechanisms and oxidative stability. *Journal of Microencapsulation*, 35(6), 584–599.
- Ding, M., Liu, L., Zhang, T., Tao, N., Wang, X., Zhong, J. (2021). Effect of interfacial layer number on the storage stability and In-vitro digestion of fish oil-loaded multilayer emulsions consisting of gelatin particle and polysaccharides. *Food Chemistry*, 336, 127-686.

- Ding, S., Serra, C. A., Vandamme, T. F., Yu, W., Anton, N. (2019). Double emulsions prepared by two-step emulsification: History, state-of-the-art and perspective. *Journal of Controlled Release*, 295, 31-49.
- Ding, X., Xu, Y., Wang, Y., Xie, L., Liang, S., Li, D., Wang, Y., Wang, J., Zhan, X. (2022). Carboxymethyl konjac glucomannan-chitosan complex nanogels stabilized double emulsions incorporated into alginate hydrogel beads for the encapsulation, protection and delivery of probiotics. *Carbohydrate Polymers*, 289, 119-438.
- Dominian, E., Brynda-Kopytowska, A., Marzec, A. (2017) Functional properties and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using legume proteins in combination with soluble fiber or trehalose. *Food and Bioprocess Technology*, 10(7), 1374-1386.
- Dominian, E., Wasak, I. (2008). Microencapsulation of rapeseed oil based on the spray drying method. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 58(4), 477-483.
- Drusch, S. (2007). Sugar beet pectin: Anovel emulsifying wall component for microencapsulation of lipophilic food ingredients by spray-drying. *Food Hydrocolloids*, 21(7), 1223-1228.
- Durmus, M., Ucar, Y., Kosker, A. R., Ozogul, Y., Ozyurt, G., Ceylan, Z. (2023). Formulation with sage tea-loaded fish oil-based microcapsules to delay oxidation. *Journal of Food Science and Technology*, 60(2), 474-483.
- Eisinait, V., Leskauskaite, D., Pukalskiene, M., Venskutonis, P.R. (2020). Freeze-drying of black chokeberry pomace extract-loaded double emulsions to obtain dispersible powders. *Journal of Food Science*, 85(3), 628-638.
- Eltweri, A.M., Thomas, A.L., Metcalfe, M., Calder P.C., Dennison, A.R., Bowrey D.J. (2017). Potential applications of fish oils rich in omega-3 polyunsaturated fatty acids in the management of gastrointestinal cancer. *Clinical Nutrition*, 36(1), 65-78.
- Encina, C., Ruiz, G.M., Holgado, F., Gimenez, B., Vergara, C., Robert, P. (2018). Effect of spray-drying with organic solvents on the encapsulation, release and stability of fish oil. *Food Chemistry*, 263, 283-291.
- Felix, P.H.C., Birchal, V.S., Botrel, D.A., Marques, G.R., Borges, S.V. (2017). Physicochemical and thermal stability of microcapsules of cinnamon essential oil by spray drying. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(3), e12919
- Fernandes, R.V.D.B., Borges, S.V., Botrel, D.A. (2014). Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydrate Polymers*, 101, 524-532.
- Fernandez, P., Andre, V., Rieger, J., Kühnle., A. (2004). Nano-emulsion formation by emulsion phase inversion. *Colloids and Surfaces a: Physicochemical and Engineering Aspects*, 251(1-3), 53-58.
- Frascareli, E. C., Silva, V. M., Tonon, R. V., Hubinger, M. D. (2012). Determination of critical storage conditions of coffee oil microcapsules by coupling water sorption isotherms and glass transition temperature. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(5), 1044-1054.
- Gan, C. Y., Cheng, L. H., Easa, A. M. (2008). Evaluation of microbial transglutaminase and ribose cross-linked soy protein isolate-based microcapsules containing fish oil. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 9(4), 563-569.

- Garti, N. (1997). Double emulsions: scope, limitations and new achievements. *Colloids Surface A*, 123, 233–246.
- Ghasemi, H., Darjani, S., Mazloomi, H., Mozaffari, S. (2020). Preparation of stable multiple emulsions using food-grade emulsifiers: Evaluating the effects of emulsifier concentration, W/O phase ratio, and emulsification process. *SN Applied Sciences*, 2, 1-9.
- Ghiasi, F., Golmakani, M. T., Eskandari, M. H., Hosseini, S. M. H. (2022). Effect of sol-gel transition of oil phase (O) and inner aqueous phase (W1) on the physical and chemical stability of a model PUFA rich-W1/O/W2 double emulsion. *Food Chemistry*, 376, 131-929.
- Gokoglu, N., Topuz, O. K., Buyukbenli, H. A., Yerlikaya, P. (2012). Inhibition of lipid oxidation in anchovy oil (*Engraulis encrasicolus*) enriched emulsions during refrigerated storage. *International Journal of Food Science Technology*, 47(7), 1398-1403.
- Gökmen, S., Palamutoğlu, R., Sariçoban, C. (2012). Gıda endüstrisinde enkapsülasyon uygulamaları. *Electronic Journal of Food Technologies*, 7(1), 36-50.
- Granato, D., Masson, M. L. (2009). Instrumental color and sensory acceptance of soy-based emulsions: a response surface approach. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 30(4), 1090-1096.
- Gracey, J. R., Collins, D. S., and Huey, R. (1999). Meat Hygiene. Philadelphia, PA: W. B. Saunders Company. Health Canada. 2009. Evidence for Quality of Finished Natural Health Products. Ottawa, ON, Canada: Natural Health Products Directorate, Health Canada.
- Guo, C., Zhang, M., Devahastin, S. (2021). Color/aroma changes of 3D-Printed buckwheat dough with yellow flesh peach as triggered by microwave heating of gelatin-gum Arabic complex coacervates. *Food Hydrocolloids*, 112, 106358.
- Hashim, N., Mudalip, S. A., Arshad, Z. M., Man, R. (2023). Evaluation of feed flow rate on the physicochemical properties of fish oil microcapsules. *Journal of Engineering Science and Technology*, 18(4), 1936-1948.
- Hausner, H. H. (1967). *Friction conditions in a mass of metal powder*. Polytechnic Inst. of Brooklyn. Univ. of California, Los Angeles.
- Hernández-Nava, R., López-Malo, A., Palou, E., Ramírez-Corona, N., Jiménez-Munguía, M. T. (2020). Encapsulation of oregano essential oil (*Origanum vulgare*) by complex coacervation between gelatin and chia mucilage and its properties after spray drying. *Food Hydrocolloids*, 109, 106-077.
- Hirri, A., Bassbasi, M., Platikanov, S., Tauler, R., Oussama, A. (2016). FTIR spectroscopy and PLS-DA classification and prediction of four commercial grade virgin olive oils from Morocco. *Food Analytical Methods*, 9, 974–981.
- Hong, I. K., Kim, S. I., Lee, S. B. (2018). Effects of HLB value on oil-in-water emulsions: Droplet size, rheological behavior, zeta-potential, and creaming index. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 67, 123-131.
- Huss, M. (2011). Present and future contribution of glacier storage change to runoff from macroscale drainage basins in Europe. *Water Resources Research*, 47(7), W07511.
- Ilić, J. D., Nikolovski, B. G., Petrović, L. B., Kojić, P. S., Lončarević, I. S., & Petrović, J. S. (2017). The garlic (*A. sativum* L.) extracts food grade W1/O/W2 emulsions prepared by homogenization and stirred cell membrane emulsification. *Journal of Food Engineering*, 205, 1-11.

- Indrayanto, G., Rohman, A. (2020). The use of FTIR spectroscopy combined with multivariate analysis in food composition analysis. *Spectroscopic Techniques & Artificial Intelligence for Food and Beverage Analysis*, 2020, 25-51.
- Islam, M. I. U., Sherrell, R., Langrish, T. A. G. (2010). An investigation of the relationship between glass transition temperatures and the crystallinity of spray-dried powders. *Drying Technology*, 28(3), 361-368.
- IUPAC. (1991). *International union of pure and applied chemistry*, method No 2.301. In: Standard methods for analysis of oils, fats and derivatives, 7th edn. Blackwell Scientific, Oxford.
- Jacobsen, C., Farvin, K. H. S. (2015). Antioxidant activity of seaweed extracts. In vitro assays, evaluation in 5% fish oil-in-water emulsions and characterization. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 92(4), 571–587.
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., He, Y., Bhandari, B. (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*, 26(7), 816-835.
- Jafari, S. M., Ghaleñoi, M. G., Dehnad, D. (2017). Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technology*, 311, 59-65.
- Jamshidi, A., Shabanpour, B., Pourashouri, P., Raeisi, M. (2018). Using WPC-inulin-fucoidan complexes for encapsulation of fish protein hydrolysate and fish oil in W1/O/W2 emulsion: characterization and nutritional quality. *Food Research International*, 114, 240–250.
- Jamshidi, A., Antequera, T., Solomando, J.C., Palacios, T.P. (2020). Microencapsulation of oil and protein hydrolysate from fish within a high-pressure homogenized double emulsion. *Journal of Food Science Technology*, 57(1), 60–69.
- Jiao, J., Burgess, D. J. (2003). Rheology and stability of water-in-oil-in-water multiple emulsions containing span 83 and tween 80. *AAPS PharmSci*, 5(1), 62-73.
- Jiménez-Martín, E., Gharsallaoui, A., Pérez-Palacios, T., Carrascal, J. R., Rojas, T. A. (2015). Volatile compounds and physicochemical characteristics during storage of microcapsules from different fish oil emulsions. *Food and Bioprocess Technology*, 96, 52-64.
- Jinapong, N., Supphantharika, M., Jamnong, P. (2008). Production of instant soy milk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84(2), 194-205.
- Josyula, S., Schut, H.A.J. (1999). Dietary omega-3 fatty acids as potential inhibitors of carcinogenesis: effect on DNA adduct formation of 2-amino-1-methyl-6-phenylimidazo pyridine (PhIP) in mice and rats. *Food and Chemical Toxicology*, 37(4-5), 287-296.
- Kaleem, M. A., Alam, M. Z., Khan, M., Jaffery, S. H. I., Rashid, B. (2021). An experimental investigation on accuracy of Hausner Ratio and Carr Index of powders in additive manufacturing processes. *Metal Powder Report*, 76, 50-54.
- Karakaş, C. Y., Yildirim, R. M., Karadag, A. (2023). Encapsulation of *Lactobacillus plantarum* ELB90 by electrospraying in a double emulsion (W1/O/W2) loaded alginate beads to improve the gastrointestinal survival and thermal stability. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 103(7), 3427-3436.
- Karel, M., Lund, D. (2003). *Physical principles of food preservation: revised and expanded*. CRC Press.

- Kasimoğlu, Z., Tontul, I., Soylu, A., Gulen, K., Topuz, A. (2018). The oxidative stability of flavoured virgin olive oil: The effect of the water activity of rosemary. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12(3), 2080-2086.
- Kaszuba, M., Corbett, J., Watson, F. M., Jones, A. (2010). High-concentration zeta potential measurements using light-scattering techniques. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 368, 4439-4451.
- Khadem, B., Sheibat-Othman, N. (2019). Theoretical and experimental investigations of double emulsion preparation by ultrasonication. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58(19), 8220-8230.
- Khan, M. I., Madni, A., Ahmad, S., Khan, A., Rehmanand, M., Mahmood, M. A. (2015). ATR-FTIR based pre and post formulation compatibility studies for the design of niosomal drug delivery system containing nonionic amphiphiles and chondroprotective drug. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, 37(3), 527-534.
- Khor, Y. P., Koh, S. P., Long, K., Long, S., Syed, Ahmad, Z. S., Tan, C. P. (2014). A comparative study of the physicochemical properties of a virgin coconut oil emulsion and commercial food supplement emulsions. *Molecules*, 19, 9187-9202.
- Khoshnoudi-Nia, S., Forghani, Z., Jafari, S. M. (2022). A systematic review and meta-analysis of fish oil encapsulation within different micro/nanocarriers. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 62(8), 2061-2082.
- Kilicay, E., Karahaliloglu, Z., Hazer B. Tekin, I.Ö., Denkbaz, E.B. (2016). Concanavaline A conjugated bacterial polyester-based PHBHHx nanoparticles loaded with curcumin for breast cancer therapy. *Journal of. Microencapsul*, 33(3), 274-285.
- Kim, B. K., Cho, A. R., Park, D. J. (2016). Enhancing oral bioavailability using preparations of apigenin-loaded W/O/W emulsions: In vitro and in vivo evaluations. *Food Chemistry*, 206, 85-91.
- Kim, W., Wang, Y., Vongsvivut, J., Ye, Q., Selomulya, C. (2023). On surface composition and stability of β -carotene microcapsules comprising pea/whey protein complexes by synchrotron-FTIR microspectroscopy. *Food Chemistry*, 426, 136-565.
- Kim, Y.D., Morr, C. V. (1996) Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins spray-dried orange oil emulsion particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(5), 1314-1320.
- Kiritsakis, A., Kanavouras, A., Kritsakis, K. (2002). Chemical analysis, quality control and packaging issues of olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104, 628-638.
- Klaypradit, W., Huang, Y.W. (2008). Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer. *LWT - Food Science and Technology*, 41(6), 1133–1139.
- Klinkesorn, U., Geraldine, P.L. (2012). Effect of temperature on lipid oxidation kinetics of tuna oil two-layers emulsions during storage. *Italian Journal of Food Science*, 24, 22-25.
- Koç, M., Yilmazer, M. S., Ertekin, F., K. (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.

- Köçeroğlu, D., Yücel, T., Bakkalbaşı, E., Cavidoğlu, İ. (2020). Karpuz çekirdeklerinin bazı kimyasal özellikleri ve kavurma işleminin karpuz çekirdeği yağının oksidasyonu üzerine etkisi. *Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology*, 8(6), 1341-1347.
- Kuda, O., Rossmeisl, M., Kopecky, J. (2018). Omega-3 fatty acids and adipose tissue biology. *Molecular Aspects of Medicine*, 64, 147-160.
- Kumar, A., Kaur, R., Kumar, V., Kumar, S., Gehlot, R., Aggarwal, P. (2022). New insights into water-in-oil-in-water (W/O/W) double emulsions: Properties, fabrication, instability mechanism, and food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 128, 22-37.
- Kumari, J.A., Ven Kateshwarlu, G., Choukse, M.K., Anandan, R. (2014). Effect of essential oil and aqueous extract of ginger (*Zingiber officinale*) on oxidative stability of fish oil-in-water emulsion. *Journal of Food Processing & Technology*, 6(1), 1-5.
- Labuschagne, P. (2018). Impact of wall material physicochemical characteristics on the stability of encapsulated phytochemicals: A review. *Food Research International*, 107, 227-247.
- Larsson, M., Hill, A., Duffy, J. (2012). Suspension stability; why particle size, zeta potential and rheology are important. *Annual Transactions of the Nordic Rheology Society*, 20, 209-214.
- Lee, S. J., Rosenberg, M. (2000). Preparation and some properties of water-insoluble, whey protein-based microcapsules. *Journal of Microencapsulation*, 17(1), 29-44.
- Lee, S. J., Rosenberg, M. (2000). Whey protein-based microcapsules prepared by double emulsification and heat gelation. *LWT-Food Science and Technology*, 33(2), 80-88.
- 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.
- Liao, L., Luo, Y., Zhao, M. and Wang, Q. (2012). Preparation and characterization of succinic acid deamidated wheat gluten microspheres for encapsulation of fish oil. *Colloids and Surface B: Biointerfaces*, 92, 305–314.
- Li, J., Cheng, Y., Tatsumi, E., Saito, M., Yin, L. (2014). The use of W/O/W controlled-release coagulants to improve the quality of bittern-solidified tofu. *Food Hydrocolloids*, 35, 627-63.
- Linke, A., Linke, T., Hinrichs, J., Kohlus, R. (2021). Factors determining the surface oil concentration of encapsulated lipid particles—impact of the spray drying conditions. *Drying Technology*, 39(2), 173-186.
- Li, R., Dai, T., Tan, Y., Fu, G., Wan, Y., Liu, C., McClements, D.J. (2020). Fabrication of pea protein-tannic acid complexes: Impact on formation, stability, and digestion of flaxseed oil emulsions. *Food Chemistry*, 310, 125-828.
- Li, Y., Abbaspourrad, A. (2022). Phycocyanin-rich water-in-oil-in-water (W1/O/W2) double emulsion with nanosized particles: Improved color stability against light exposure. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 220, 112930.
- Liu, Z. J., Guo, Y. K., Bai, J. G. (2010). Exogenous hydrogen peroxide changes antioxidant enzyme activity and protects ultrastructure in leaves of two cucumber ecotypes under osmotic stress. *Journal of Plant Growth Regulation*, 29, 171-183.

- Loi, C. C., Eyres, G. T., Birch, E. J. (2019). Effect of milk protein composition on physicochemical properties, creaming stability and volatile profile of a protein-stabilised oil-in-water emulsion. *Food Research International*, 120, 83-91.
- Loi, C. C., Eyres, G. T., Birch, E. J. (2019). Effect of mono-and diglycerides on physical properties and stability of a protein-stabilised oil-in-water emulsion. *Journal of Food Engineering*, 240, 56-64.
- Lumay, G., Boschini, F., Traina, K., Bontenpi, S., Remy, J.C., Clots, R., ve Vandewalle, N. (2012). Measuring the flowing properties of powders and grains. *Powder Technology*, 224, 19-27.
- Lutz, R., Aserin, A., Wicker, L., Garti, N. (2009). Release of electrolytes from W/O/W double emulsions stabilized by a soluble complex of modified pectin and whey protein isolate. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 74(1), 178-185.
- Macedo, J. P. F., Fernandes, L. L., Formiga, F. R., Reis, M. F., Júnior, T. N., Soares, L. A. L., Egito E. S. T. (2006). Micro-emultocrit technique: A valuable tool for determination of critical HLB value of emulsions. *AAPS PharmSciTech*, 7(1), 146-152.
- Magalhães, S., Goodfellow, B. J., Nunes, A. (2021). FTIR spectroscopy in biomedical research: How to get the most out of its potential. *Applied Spectroscopy Reviews*, 56(8-10), 869-907.
- Makouie, S., Alizadeh, M., Maleki, O., Khosrowshahi, A. (2021). Investigation of physicochemical properties and oxidative stability of encapsulated *Nigella sativa* seed oil. *Flavour and Fragrance Journal*, 36(2), 233-242.
- Malacrida, C. R., Ferreira, S., Zuanon, L. A. C., Nicoletti Telis, V. R. (2015). Freeze-drying for microencapsulation of turmeric oleoresin using modified starch and gelatin. *Journal of Food Processing and Preservation*, 39(6), 1710-1719.
- Maldonado-Valderrama, J. (2019). Probing In-vitro digestion at oil–water interfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 39, 51-60.
- Mansour, M., Salah, M., Xu, X. (2020). Effect of microencapsulation using soy protein isolate and gum arabic as wall material on red raspberry anthocyanin stability, characterization, and simulated gastrointestinal conditions. *Ultrasonics Sonochemistry*, 63, 104927.
- Marze S, Algaba H, Marquis M. (2014). A microfluidic device to study the digestion of trapped lipid droplets. *Food & Function*, 5, 1481-1488.
- Mathot, V. B. F., Pijpers, M. F. J. (1989). Heat capacity, enthalpy and crystallinity of polymers from DSC measurements and determination of the DSC peak base line. *Thermochimica Acta*, 151, 241-259.
- Matos, M., Gutiérrez, G., Coca, J., Pazos, C. (2014). Preparation of water-in-oil-in-water (W1/O/W2) double emulsions containing trans-resveratrol. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 442, 69-79.
- Matsumoto, S., Kita, Y., Yonezawa, D. (1976). An attempt at preparing water-in-oil-in-water multiple-phase emulsions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 57, 353-361.
- Mayer, S., Weiss, J., McClements, D. J. (2013). Vitamin E-enriched nanoemulsions formed by emulsion phase inversion: Factors influencing droplet size and stability. *Journal of Colloid and Interface Science*, 402, 122-130.
- McClements, D. J. (1996). Principles of ultrasonic droplet size determination in emulsions. *Langmuir*, 12(14), 3454-3461.

- McClements, D.J. (2007). Critical review of techniques and methodologies for characterization of emulsion stability. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 47, 611-649.
- McClements, D.J., Li, Y. (2010). Review of in-vitro digestion models for rapid screening of emulsion-based systems, *Food & Function*, 1, 32-59.
- McClements, D.J., Chaivasit, A.W., Decker, E.A. (2009). Relationships between free radical scavenging and antioxidant activity in foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(7), 2969-2976.
- Medeiros, F. J., Aguila, M. B., Mandarim-de-Lacerda, C. A. (2006). Renal cortex remodeling in streptozotocin-induced diabetic spontaneously hypertensive rats treated with olive oil, palm oil and fish oil from Menhaden. *Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids*, 75(6), 367-365.
- Mehrnai, M. A., Jafari, S. M., Makhmal-Zadeh, B. S., Maghsoudlou, Y. (2016). Crocin loaded nano-emulsions: Factors affecting emulsion properties in spontaneous emulsification. *International Journal of Biological Macromolecules*, 84, 261-267.
- Mirhosseini, H., Tan, C. P., Hamid, N. S. A., Yusof, S. (2008). Effect of Arabic gum, xanthan gum and orange oil contents on ζ -potential. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 315, 47-56.
- Moayedzadeh, S., Khosrowshahi asl, A., Gunasekaran, S., Gunasekaran, A. (2018). Spontaneous emulsification of fish oil at a substantially low surfactant-to-oil ratio emulsion characterization and filled hydrogel formation. *Food Hydrocolloids*, 82, 11-18.
- Morais, J.M., Santos, O.D.H., Gonçaves, T.D.R.A., Filho, P.A.R. (2006). Physicochemical characterization of canola oil/water nano-emulsions obtained by determination of required HLB number and emulsion phase inversion methods. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 27, 109-115.
- Morais, J. M., Rocha-Filho, P. A., Burgess, D. J. (2009). Influence of phase inversion on the formation and stability of one-step multiple emulsions. *Langmuir*, 25(14), 7954-7961.
- Moulai-Mostefa, N., Boumenir, A. (2010). Formulation of a stable multiple emulsion via a one-step process using surface properties of the mixed emulsifiers. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 32(1), 102-108.
- Mudalige, T., Qu, H., Haute, D. V., Ansar, S. M., Paredes, A., Ingle, T. (2019). Characterization of nanomaterials tools and challenges. *Nanomaterials for Food Applications*, 313-351.
- Mu, H., Hqy, C. E. (2004). The digestion of dietary triacylglycerols. *Progress in Lipid Research*, 43(2), 105-133.
- Mulia, K., Safiera, A., Pane, I. F., Krisanti, E. A. (2019). Effect of high speed homogenizer speed on particle size of polylactic acid. In *Journal of Physics: Conference Series*, 1198(6), 062006. IOP Publishing.
- Muschiolik, G., Dickinson, E. (2017). Double emulsions relevant to food systems: preparation, stability, and applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 16(3), 532-555.
- Naidu, B.V.K., Paulson, A.T. (2013). A new method for the preparation of gelatin nanoparticles: encapsulation and drug release characteristics. *Journal of Applied Polymer Science*, 121, 3495-3500.

- Naso, J. N., Bellesi, F. A., & Pilosof, A. M. (2023). β -lactoglobulin peptides originating during in-vitro digestion improve the bioaccessibility of healthy oils emulsions by forming mixed bile salts micelles with enhanced capacity to solubilize lipolysis products. *Food Hydrocolloids for Health*, 3, 100-121.
- Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., Bugarski, B. (2011). An overview of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Science*, 1, 1806-1815.
- Nedovic, V., Kalušević, A., Manojlović, V., Petrović, T. Bugarski, B. (2013). Encapsulation systems in the food industry: in advances in food process engineering research and applications. *Eds Springer Science Business Media*, 229-253.
- Nesterenko, A., Drelich, A., Lu, H., Clause, D., Pezron, I. (2014). Influence of a mixed particle/surfactant emulsifier system on water-in-oil emulsion stability. *Colloids and Surfaces a: Physicochemical and Engineering Aspects*, 457, 49-57.
- O'Dwyer, S. P., O'Beirne, D., Eidhin, D. N., Hennessy, A. A., O'Kennedy, B. T. (2013). Formation, rheology and susceptibility to lipid oxidation of multiple emulsions (O/W/O) in table spreads containing omega-3 rich oils. *LWT-Food Science and Technology*, 51(2), 484-491.
- O'neal, C. C., Kohler, C. C. (2008). Effect of replacing menhaden oil with catfish oil on the fatty acid composition of juvenile channel catfish, *Ictalurus punctatus*. *Journal of the World Aquaculture Society*, 39(1), 62-71.
- Oppermann, A. K. L., Noppers, J. M. E., Stieger, M., Scholten, E. (2018). Effect of outer water phase composition on oil droplet size and yield of (w1/o/w2) double emulsions. *Food Research International*, 107, 148-157.
- Özyurt, G., Şimşek, A., Etyemez, M., Polat, A. (2013). Fatty acid composition and oxidative stability of fish oil products in Turkish retail market. *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 22(3), 322-329.
- Pal, R. (2011). Rheology of simple and multiple emulsions. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 16(1), 41-60.
- Parris, N., Cooke, P. H., Hicks, K. B. (2005). Encapsulation of essential oils in zein nanospherical particles as a delivery system for antimicrobials. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 4788-4792.
- Parthasarathi, S., Anandharamakrishnan, C. (2016). Enhancement of oral bioavailability of vitamin E by spray-freeze drying of whey protein microcapsules. *Food and Bioproducts Processing*, 100, 469-476.
- Phillips, A. J. (2018). Rigid gas permeable corneal and corneoscleral lens fitting. *Contact Lenses*, 175-191.
- Picchio, M.L., Linck, Y.G., Monti, G.A., Gugliotta, L.M., Minari, R.J., Alvarez Igarzabal, C.I. (2018). Casein films crosslinked by tannic acid for food packaging applications. *Food Hydrocolloids*, 84, 424-434.
- Pourashouri, P., Ojagh, S. M., Raeisi, S., Salaün, F., Quek, S. Y. (2020). Shelf-life and quality of chicken nuggets fortified with encapsulated fish oil and garlic essential oil during refrigerated storage. *Journal of Food Science Technology*, 58, 121-128.
- Pourashouri, P., Shabanpour, B., Razavi, S. H., Jafari, S. M., Shabani, A., Aubourg, S. P. (2014). Oxidative stability of spray-dried microencapsulated fish oils with different wall materials. *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 23(6), 567-578.

- Poyato, C., Blasco, I.N., Calvo, M.I., Cavero, R.Y., Astiasarán, I., Ansorena, D. (2013). Oxidative stability of O/W and W/O/W emulsions effect of lipid composition and antioxidant polarity. *Food Research International*, 51, 132–140.
- Premi, M., Sharma, H. K. (2017). Effect of different combinations of maltodextrin, gum arabic and whey protein concentrate on the encapsulation behavior and oxidative stability of spray dried drumstick (*Moringa oleifera*) oil. *International Journal of Biological Macromolecules*, 105, 1232-1240.
- Quispe-Condori, S., Saldaña, M. D., Temelli, F. (2011). Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. *LWT-Food Science and Technology*, 44(9), 1880-1887.
- Raeisi, S., Ojagh, S.M., Quek, S.Y., Pourashouri, P., Salaün, F. (2019). Nano-encapsulation of fish oil and garlic essential oil by a novel composition of wall material: persian gum-chitosan. *LWT Food Science and Technology*, 116, 108-494.
- Raghavendra, S. N., Raghavarao, K. S. M. S. (2010). Effect of different treatments for the destabilization of coconut milk emulsion. *Journal of Food Engineering*, 97(3), 341-347.
- Rahmani-Manglano, N. E., Tirado-Delgado, M., García-Moreno, P. J., Guadix, A., Guadix, E. M. (2022). Influence of emulsifier type and encapsulating agent on the In-vitro digestion of fish oil-loaded microcapsules produced by spray-drying. *Food Chemistry*, 392, 133-257.
- Ramos F., D., Junior, V., S., Prata, A., S. (2021). Impact of vacuum spray drying on encapsulation of fish oil Oxidative stability and encapsulation efficiency. *Food Research International*, 143, 110-283.
- Ratti, C. (2001). Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *Journal of Food Engineering*, 49(4), 311-319.
- Reis P, Miller R, Leser M, Watzke H. (2009). Lipase-catalyzed reactions at interfaces of two-phase systems and microemulsions. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 158,706–721.
- Rohman, A., Che Man, Y. B. (2010). Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy for analysis of extra virgin olive oil adulterated with palm oil. *Food Research International*, 43 (3), 886-892.
- Rusli, J. K., Sanguansri, L., Augustin, M. A. (2006). Stabilization of oils by microencapsulation with heated protein-glucose syrup mixtures. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(11), 965-972.
- San Martin-Gonza'lez, M. F., Roach, A., Harte, F., (2009). Rheological properties of corn oil emulsions stabilized by commercial micellar casein and high pressure homogenization. *LWT – Food Science Technology*, 42, 307–311.
- Sek, L., Boyd, B. J., Charman, W. N., Porter, C. J. H. (2006). Examination of the impact of a range of Pluronic surfactants on the in-vitro solubilisation behaviour and oral bioavailability of lipidic formulations of atovaquone. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 58(6), 809–820.
- Serdaroğlu, M., Öztürk, B., Urgu, M. (2016). Emulsion characteristics, chemical and textural properties of meat systems produced with double emulsions as beef fat replacers. *Meat Science*, 117, 187-195.
- Shaddel, R., Hesari, J., Azadmard-Damirchi, S., Hamishehkar, H., Fathi-Achachlouei, B., Huang, Q. (2018). Double emulsion followed by complex coacervation as a

- promising method for protection of black raspberry anthocyanins. *Food Hydrocolloids*, 77, 803-816.
- Shanmugam, A. and Ashokkumar, M. (2014). Ultrasonic preparation of stable flax seed oil emulsions in dairy systems physicochemical characterization. *Food Hydrocolloids*, 39, 151-162.
- Shao, P., Xuan, S., Wu, W., Qu, L. (2019). Encapsulation efficiency and controlled release of *Ganoderma lucidum* polysaccharide microcapsules by spray drying using different combinations of wall materials. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125, 962-969.
- Silva, E. K., Azevedo, V. M., Cunha, R. L., Hubinger, M. D., Meireles, M. A. A. (2016). Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil: Whey protein isolate versus modified starch. *Food Hydrocolloids*, 56, 71-83.
- Simopoulos, A.P., Leaf, A., Salem, N. (2000). Workshop statement on the essentiality of and recommended dietary intakes for omega-6 and omega-3 fatty acids. *In Prostaglandins Leukotrienes and Essential Fatty Acids*, 63(3), 119–121.
- Skelbaek T, Andersen S. (1994). A microencapsulated oil or fat product. *International Patent Application*, WO94/01001-A1:1–21.
- Somacal, S., Somacal, S., Pinto, V. S., de Deus, C., Vendruscolo, R. G., de Almeida, T. M., de Menezes, C. R. (2022), Strategy to increase the lipid stability of the microbial oil produced by *unbelopsis isabellina* for food purposes: Use of microencapsulation by external ionic gelation. *Food Research International*, 152, 110907.
- Soytürk, F.B., Tarımcı, N. (2000). Çoklu emülsiyonlar ve kozmetiklerde kullanımı. *Fabard Journal of. Pharmaceutical Science*, 25, 11-20.
- Su, J., Flanagan, J., Hemar, Y., Singh, H. (2006). Synergistic effects of polyglycerol ester of polyricinoleic acid and sodium caseinate on the stabilisation of water–oil–water emulsions. *Food Hydrocolloids*, 20(2-3), 261-268.
- Surh, J., Vladisavljević, G. T., Mun, S., McClements, D. J. (2007). Preparation and characterization of water/oil and water/oil/water emulsions containing biopolymergelled water droplets. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(1), 175–184.
- Sutaphanit, P., Chitprasert, P. (2014). Optimisation of microencapsulation of holy basil essential oil in gelatin by response surface methodology. *Food Chemistry*, 150, 313-320.
- Tabar, B. (2015). *Ayçiçek yağının oksidatif stabilitesi üzerine farklı bitkisel ekstraktların etkisi*, Yüksek Lisans Tezi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Iğdır, Türkiye.
- Tamjidi, F., Nasirpour, A., Shahedi, M. (2011). Physicochemical and sensory properties of yogurt enriched with microencapsulated fish oil. *Food Science and Technology International*, 18(4), 381-390.
- Tang, F., Liu, L., Alva, G., Jia, Y., Fang, G. (2017). Synthesis and properties of microencapsulated octadecane with silica shell as shape-stabilized thermal energy storage materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 160, 1–6.
- Tan, L. H., Chan, L. W., & Heng, P. W. S. (2009). Alginate/starch composites as wall material to achieve microencapsulation with high oil loading. *Journal of Microencapsulation*, 26, 263-271.

- Tan, S., Zhong, C., Langrish, T. (2019). Microencapsulation of pepsin in the spray-dried WPI (whey protein isolates) matrices for controlled release. *Journal of Food Engineering*, 263, 147-154.
- Tang, C. H., Li, X. R. (2013). Microencapsulation properties of soy protein isolate: Influence of preheating and/or blending with lactose. *Journal of Food Engineering*, 117(3), 281-290.
- Tavares, L., Noreña, C. P. Z. (2019). Encapsulation of garlic extract using complex coacervation with whey protein isolate and chitosan as wall materials followed by spray drying. *Food Hydrocolloids*, 89, 360-369.
- Toci, A. T., Neto, V. J., Torres, A. G., Farah, A. (2013). Changes in triacylglycerols and free fatty acids composition during storage of roasted coffee. *LWT-Food Science and Technology*, 50(2), 581-590.
- Tong, L.M., Sasaki, S., McClement, D. J., Decker, E.A. (2000). Antioxidant activity of whey in a salmon oil emulsion. *Journal of food Science*, 65(8), 1325-1329.
- Tonon, R.V., Grosso, C.R.F., Hubinger, M.D. (2011). Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. *Food Research International*, 44(1), 282-289.
- Uçar, Y. (2020). Narenciye kabuğu esansiyel yağları kullanılarak hazırlanan mikroenkapsüle balık yağı tozlarında depolama süresince meydana gelen duyu ve renk değişimleri. *KSÜ Tarım ve Doğa Dergisi*, 23(2), 515-526.
- Unnikrishnan, P., Kizhakkethil, B., B., Annamalai, J., Ninan, G., Abubacker, Z., A., Nagarajarao, R., C. (2019). Tuna red meat hydrolysate as core and wall polymer for fish oil encapsulation: a comparative analysis. *Journal of Food Science Technology*, 56(4), 2134–2146.
- Velasco, J., Marmesat, S., Dobarganes, C., MárquezRuiz, G. (2006). Heterogeneous aspects of lipid oxidation in dried microencapsulated oils. *Journal Agriculture Food Chemistry*, 54(5), 1722–1729.
- Volić, M., Pećinar, I., Micić, D., Đorđević, V., Pešić, R., Nedović, V., Obradović, N. (2022). Design and characterization of whey protein nanocarriers for thyme essential oil encapsulation obtained by freeze-drying. *Food Chemistry*, 386, 132-749.
- Wang, B., Li, D., Wang, L. J., Özkan, N. (2010). Effect of concentrated flaxseed protein on the stability and rheological properties of soybean oil-in-water emulsions. *Journal of Food Engineering*, 96(4), 555-561.
- Wang, H., Tong, X., Yuan, Y., Peng, X., Zhang, Q., Zhang, S., Li, Y. (2020). Effect of spray-drying and freeze-drying on the properties of soybean hydrolysates. *Journal of Chemistry*, 2020, ID 9201457.
- Wang, R., Tian, Z., Chen, L. (2011). A novel process for microencapsulation of fish oil with barley protein. *Food Research International*, 44(9), 2735-2741.
- Wang, S., Shi, Y., Tu, Z., Zhang, L., Wang, H., Tian, M., Zhang, N. (2017). Influence of soy lecithin concentration on the physical properties of whey protein isolate-stabilized emulsion and microcapsule formation. *Journal of Food Engineering*, 207, 73-80.
- Wang, Y., Ghosh, S., Nickerson, M. T. (2022). Microencapsulation of flaxseed oil by lentil protein isolate- κ -carrageenan and- ι -carrageenan based wall materials through spray and freeze drying. *Molecules*, 27(10), 3195.

- Woyewoda, A.D., Shaw, S.J., Ke, P.J., Burns, B.G. (1986). Recommended laboratory methods for assessment of fish quality. *Canadian Technical Report of Fisheries and Sciences*, 1448, 1-135.
- Xue, F., Gu, Y., Wang, Y., Li, C., Adhikari, B. (2019). Encapsulation of essential oil in emulsion based edible films prepared by soy protein isolate-gum acacia conjugates. *Food Hydrocolloids*, 96, 178-189.
- Yaman, D. M., Koçak Yanık, D., Elik Demir, A., Uzun Karka, H., Güçlü, G., Selli, S., Göğüş, F. (2023). Effect of encapsulation techniques on aroma retention of *Pistacia terebinthus* L. fruit oil: Spray drying, spray freeze drying, and freeze drying. *Foods*, 12(17), 3244.
- Yang, J., Ciftci, D., Ciftci, O. N. (2024). Fortification of milk with omega-3 fatty acids using novel bioactive-carrier hollow solid lipid micro-and nanoparticles for improved omega-3 stability and bioaccessibility. *ACS Food Science & Technology*, 4(4), 813-820.
- Yang, Y., McClements, D. J. (2013). Vitamin E bioaccessibility: Influence of carrier oil type on digestion and release of emulsified α -tocopherol acetate. *Food Chemistry*, 141(1), 473-481.
- Yazicioglu, B., Sahin, S., Sumnu, G. (2015). Microencapsulation of wheat germ oil. *Journal of Food Science and Technology*, 52, 3590-3597.
- Ye, A., Cui, J., Taneja, A., Zhu, X., Singh, H. (2009). Evaluation of processed cheese fortified with fish oil emulsion. *Food Research International*, 42(8), 1093-1098.
- Yoha, K. S., Moses, J. A., Anandharamakrishnan, C. (2020). Effect of encapsulation methods on the physicochemical properties and the stability of *Lactobacillus plantarum* (NCIM 2083) in synbiotic powders and in-vitro digestion conditions. *Journal of Food Engineering*, 283, 110033.
- Yildirim, M., Sumnu, G., Sahin, S. (2017). The effects of emulsifier type, phase ratio, and homogenization methods on stability of the double emulsion. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 38(6), 807-814.
- Yong, A. P., Islam, M. A., Hasan, N. (2017). A review: Effect of pressure on homogenization. *Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences*, 35(1), 1-22.
- Yuan, D., Hao, X., Liu, G., Yue, Y., Duan, J. (2022). A novel composite edible film fabricated by incorporating W/O/W emulsion into a chitosan film to improve the protection of fresh fish meat. *Food Chemistry*, 385, 132-647.
- Zhang, R., Belwal, T., Li, L., Lin, X., Xu, Y., Luo, Z. (2020). Recent advances in polysaccharides stabilized emulsions for encapsulation and delivery of bioactive food ingredients. A Review. *Carbohydrate Polymers*, 242, 116-388.
- Zhang, R., Zhang, Z., Zhang, H., Decker, E.A., McClements, D.J. (2015). Influence of lipid type on gastrointestinal fate of oil-in-water emulsions: In-vitro digestion study. *Food Research International*, 75, 71-78.
- Zhang, W., Li, F. (2013). Preparation and characterization of multiple emulsions (W/Si/W) by single- step emulsification. *Colloids and Surfaces*, 423, 98-103.
- Zhang, W., Zhai, X., Ou, W., Song, L., Zhang, Q. (2018). Influencing factors of multiple emulsions formed by one-step emulsification. *Colloid Polymer Science*, 296, 259-269.
- Zhu, X. (2015). *Prediction of specific heat capacity of food lipids and foods*. Master's thesis, The Ohio State University.

- Zhu, Y., Peng, Y., Wen, J., Quek, S. Y. (2021). A comparison of microfluidic-jet spray drying, two-fluid nozzle spray drying, and freeze-drying for co-encapsulating β -carotene, lutein, zeaxanthin, and fish oil. *Foods*, 10(7), 1522.
- Zungur, A., Mehmet, K. O. Ç., Ertekin, F. K. (2015). Physical properties of olive oil in water model emulsion: effect of aqueous and oil phase concentration and homogenization types. *Akademik Gıda*, 13(1), 22-34.





ÖZ-GEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Gülistan Okutan

Eğitim Bilgileri

Lisans

Üniversite : Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Fakülte : Mühendislik-Mimarlık Fakültesi
Bölüm : Gıda Mühendisliği
Mezuniyet Yılı : 2016

Yüksek Lisans

Üniversite : Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi
Enstitü : Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı : Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı
Mezuniyet Yılı : 2018

Akademik Yayınlar

- Okutan, G., Boran G. Use of Pearl Mullet (*Chalcalburnus tarichi*, Pallas, 1811) in Surimi Production: Preliminary Studies on Yield. **Uluslararası Tarım Bilim Kongresi**. 9-12 Mayıs 2018. Van, Türkiye.
- Okutan, G., Boran G. Bazı Proteinlerin Farklı Çözücülerdeki Çözünürlüğü ve Film Oluşturma Becerisi: Ön Çalışma Sonuçları. **ISPEC 3. Uluslararası Tarım, Hayvancılık ve Kırsal Kalkınma Kongresi**. 20-22 Aralık 2019. Van, Türkiye.
- Okutan, G., Boran, G. (2020). Effect of gelatin based edible coatings on quality of surimi from pearl mullet (*Alburnus tarichi*, Güldenstadt, 1814) during cold storage. *Food Science and Technology*, 42, e34520. Doi: <https://doi.org/10.1590/fst.34520>.
- Koç, G., Okutan G., Cansu, Ü., Boran, G. Protein Bazlı Yenilebilir Film Çözeltilerinde Viskozitenin Sıcaklık ve Protein Konsantrasyonuna Göre Değişimi. **Türkiye 13. Gıda Kongresi**. 21-23 Ekim 2020. Çanakkale, Türkiye.
- Okutan G., Koç, G., Cansu, Ü., Boran, G. Farklı Proteinlerle Elde Edilen Yenilebilir Filmlerin Bazı Fiziksel ve Mekanik Özelliklerinin Karşılaştırılması. **Türkiye 13. Gıda Kongresi**. 21-23 Ekim 2020. Çanakkale, Türkiye.
- Bulut, M., Okutan, G., Alwazeer, D., Boran, G. (2022). Hydrogen Inclusion in Modified Atmosphere Extends the Shelf Life of Chilled Rainbow Trout Fillets. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 23 (6), TRJFAS22515. Doi: <https://doi.org/10.4194/TRJFAS22515>
- Okutan G., Koç, G., Cansu, Ü., Boran, G. Farklı Proteinlerle Elde Edilen Yenilebilir Filmlerde Bazı Fiziksel ve Mekanik Özelliklerin Depolamaya Bağlı Değişimi. **4. Uluslararası Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi**. 27-28 Mayıs 2022. Van, Türkiye.

- Cansu, Ü., Okutan, G., Boran, G. Keçiboynuzu Gamı İlavesinin Jelatin Çözeltileri ve Jellerinde Bazı Fiziksel ve Özellikler Üzerine Etkisi. **4. Uluslararası Gıda, Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi**. 27-28 Mayıs 2022. Van, Türkiye.
- Okutan, G., Boran, G. (2022). Balık yağında emülsiyon ve enkapsülasyon uygulamaları. *Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. 28(1),334-344. Doi: 10.53433/yyufbed.1128812
- Cansu, Ü., Okutan, G., Boran, G. (2023). Kazein ve Glüten İzolatlarının Bazı Fonksiyonel Özelliklerinin Karşılaştırılması. *Karadeniz Fen Bilimleri Dergisi*,13(3), 1055-1069.
- Okutan G., Boran, G. Balık yağından çoklu emülsiyon üretimi ve bazı özelliklerinin araştırılması. **6th International Eurasian Conference on Biological and Chemical Sciences**. 11-13 Ekim, 2023. Ankara, Türkiye.
- Cansu, Ü., Okutan, G., Boran, G. Peyniraltı suyunun püskürterek ve dondurarak kurutma yöntemi ile toz haline getirilmesi. **IV. International Siirt conference on scientific research**. 17-18 Kasım, 2023. Siirt, Türkiye.
- Okutan, G., Cansu, Ü., Boran, G. Zeytinyağı çoklu emülsiyonunun püskürterek ve dondurarak kurutma ile enkapsülasyonu. **IV. International Siirt conference on scientific research**. 17-18 Kasım, 2023. Siirt, Türkiye.
- Koç, G., Okutan, G., Boran, G. Farklı Plastikleştiricilerle Elde Edilen Soya Proteini ve Jelatin Bazlı Film Çözeltilerinde Viskozite Değişimi. **International Congress on Multidisciplinary Approaches in Agricultural Sciences (ASMAG)**. 15-17 Mayıs, 2024. Bayburt, Türkiye.
- Koç, G., Okutan, G., Boran, G. Jelatin ve Soya Proteini Bazlı Yenilebilir Flmlerin Suda Çözünürlüğü, Su Aktivitesi ve Su Buharı Geçirgenliği. **8. Uluslararası Çukurova Tarım ve Veteriner Bilimleri Kongresi**, 21-23 Haziran 2024, Adana.

VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
LİSANSÜSTÜ TEZ ORJİNALLİK RAPORU

Tarih/...../.....

Tez Başlığı:
.....

Yukarıda başlığı belirtilen tez çalışmamın, kapak sayfası, giriş, ana bölümler ve sonuç bölümlerinden oluşan toplam (.....) sayfalık kısmına ilişkin,/...../..... tarihinde şahsım/tez danışmanım tarafından adlı intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre tezimin benzerlik oranı %..... (.....) dır.

Uygulanan filtreler aşağıda verilmiştir:

- Kabul ve onay sayfası hariç,
- Teşekkür hariç,
- İçindekiler hariç,
- Simge ve kısaltmalar hariç,
- Gereç ve yöntemler hariç,
- Kaynakça hariç,
- Alıntılar hariç,
- Tezden çıkan yayınlar hariç,
- 7 kelimedenden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç (Limit match size to 7 words)

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Lisansüstü Tez Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılmasına İlişkin Yönergeyi inceledim ve bu yönergede belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içermediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini bilgilerinize arz ederim.

Tarih ve İmza

Adı Soyadı:

Öğrenci No:

Anabilim Dalı:

Programı:

Statüsü: () Yüksek lisans () Doktora

DANIŞMAN
UYGUNDUR

ENSTİTÜ ONAYI
UYGUNDUR