

**T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GIDA ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN BAZI HİDROKOLLOİDLERİN
DOĞRUSAL OLMAYAN BÖLGEDEKİ REOLOJİK DAVRANIŞLARININ
İNCELENMESİ**

DUYGU ÖZMEN

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
GIDA MÜHENDİSLİĞİ PROGRAMI**

**DANIŞMAN
DR. ÖĞR. ÜYESİ ÖMER SAİD TOKER**

İSTANBUL, 2019

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**GIDA ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN BAZI HİDROKOLLOİDLERİN DOĞRUSAL
OLMAYAN BÖLGEDEKİ REOLOJİK DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

Duygu ÖZMEN tarafından hazırlanan tez çalışması 17.05.2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Dr. Öğr. Üyesi Ömer Said TOKER
Yıldız Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Dr. Öğr. Üyesi Ömer Said TOKER
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Salih KARASU
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Ertan ERMİŞ
İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi

ÖNSÖZ

Tez çalışmam sırasında kıymetli bilgi, birikim ve tecrübeleri ile bana yol gösterici ve destek olan değerli danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Ömer Said Toker'e, tez konumun belirlenmesinde danışman hocamla birlikte bana yardımcı olan bölüm başkanımız Prof. Dr. Muhammet Arıcı ve sayın dekanımız Prof. Dr. Osman Sağdıç'a sonsuz teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Yüksek lisans eğitimim boyunca yardım, bilgi ve tecrübeleri ile bana sürekli destek olan oda arkadaşlarım Ar. Gör. Fidan Özge Can ve Ar. Gör. Hatice Bekiroğlu'na, maddi ve manevi desteklerinden ötürü Ar. Gör. Öznur Saroğlu ve Ar. Gör. Ruşen Metin Yıldırım başta olmak üzere tüm araştırma görevlisi hocalarıma ve bölüm sekreterimiz Burcu Özcan'a teşekkürü bir borç bilirim.

Lisans ve yüksek lisans eğitimlerim boyunca üniversite hocalarıma bana kazandırdıkları tüm deneyimler için her birine ayrı ayrı teşekkürlerimi sunuyorum. Son olarak beni her zaman çalışmaya teşvik eden ve benden hiçbir zaman desteğini esirgemeyen, bu hayattaki en büyük şansım olan aileme sonsuz teşekkürler.

Mayıs, 2019

Duygu ÖZMEN

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ	vi
KISALTMA LİSTESİ	vii
ŞEKİL LİSTESİ.....	viii
ÇİZELGE LİSTESİ	x
ÖZET	xi
ABSTRACT	xiii
BÖLÜM 1	
GİRİŞ.....	1
1.1 Literatür Özeti	1
1.2 Tezin Amacı	2
1.3 Hipotez.....	3
BÖLÜM 2	
KURAMSAL TEMELLER	4
2.1 Hidrokolloidler	4
2.1.1 Hidrasyon.....	7
2.1.2 Ksantan Gam.....	8
2.1.3 Keçi Boynuzu Gamı	10
2.1.4 Gam Kombinasyonları ve Sinerji.....	11
2.2 Doğrusal Olmayan Reoloji.....	13
2.2.1 G' ve G'' eğrileri	16
2.2.2 Fourier Dönüşüm Reolojisi	18
2.2.3 Lissajous-Bowditch Kurveleri.....	22
2.2.4 Üç aralıklı tiksotropi testi (3ITT)	24
BÖLÜM 3	
MATERYAL ve METOT	26
3.1 Materyal.....	26
3.2 Doğrusal Olmayan Bölgedeki Reolojik Analizler	28
3.3 3ITT Analizleri.....	29
BÖLÜM 4	
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	30
4.1 G' , G'' eğrilerinin incelenmesi.....	30

4.2. Fourier Transform Reolojisi.....	34
4.3 Lissajous-Bowditch Kurveler	47
4.3.1 Doğrusal olmayan bölgedeki elastik davranışın incelemesi.....	47
4.3.2 Doğrusal olmayan bölgedeki viskoz davranışın incelemesi.....	56
4.4 3ITT analizlerinin değerlendirilmesi.....	63
BÖLÜM 5	
SONUÇ VE ÖNERİLER	67
KAYNAKLAR.....	69
ÖZGEÇMİŞ.....	74



SİMGE LİSTESİ

G'	Elastik bileşen (Pa)
G''	Viskoz bileşen (Pa)
G'_L	Yüksek gerinim modülü (Pa)
G'_M	Düşük gerinim modülü (Pa)
η'_L	Yüksek gerinim hızı viskozitesi (Pa.s)
η'_M	Düşük gerinim hızı viskozitesi (Pa.s)
e_3/e_1	3. derece elastik Chebyshev katsayısının 1. derece elastik katsayıya oranı
v_3/v_1	3. derece viskoz Chebyshev katsayısının 1. derece viskoz katsayıya oranı
γ	gerinim (strain) (%)
$\dot{\gamma}$	gerinim hızı (strain rate) (1/s)
σ	gerilim (stress) (Pa)
ω	frekans (rad/s)
$^{\circ}$	Santigrat derece
%	Yüzde
S	Gerinim katılaşması oranı
T	Kayma kalınlaşması oranı

KISALTMA LİSTESİ

CMC	Karboksimetil selüloz
Da	Dalton
g	Gram
HÖ	Hidrasyon öncesi
HS	Hidrasyon sonrası
LAOS	Büyük Genlikli Salınımlı Kayma
LBG	Keçi boynuzu gamı
LVER	Doğrusal Viskoelastik Bölge
N-LVER	Doğrusal Olmayan Viskoelastik Bölge
sa	Saat
SAOS	Küçük Genlikli Salınımlı Kayma
XSG	Ksantan gam

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Üretim kaynağına göre hidrokolloidlerin sınıflandırılması [11].....	5
Şekil 2.2 Ksantan Gamin Kimyasal Yapısı [15].....	9
Şekil 2.3 Keçi Boynuzu Gaminin Kimyasal Yapısı [17]	11
Şekil 2.4 Sabit bir frekansta gerçekleştirilen gerinim tarama testlerinin şematik gösterimi [42]	14
Şekil 2.6 LAOS davranış tipleri(1-Gerinim aşması, 2-Gerinim sertleşmesi, 3-Zayıf gerinim aşması 4-Güçlü gerinim aşması) [42].....	18
Şekil 2.7 Gerinim genliğinin Fourier spektrumu [45]	19
Şekil 2.8 Gerinim genliğinin Fourier spektrumu [45]	23
Şekil 2.9 İdeal maddelerin ideal davranışının Lissajous eğrileri şeklinde yorumlanması [45].....	24
Şekil 2.10 Üç aralıklı tiksotropi testinin şematik gösterimi [51]	25
Şekil 3.1 Çözeltilerin hazırlanma aşamaları.....	27
Şekil 3.2 Reometre Cihazı (Anton Paar MCR-302)	29
Şekil 4.1 %0.1 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G', G'' eğrileri	31
Şekil 4.2 %0.3 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G', G'' eğrileri	32
Şekil 4.3 %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G', G'' eğrileri	34
Şekil 4.4 %0.1 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının $G'L, G'M$ eğrileri.....	35
Şekil 4.5 %0.1 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının $\eta'L, \eta'M$ eğrileri	36
Şekil 4.6 %0.3 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen $G'L, G'M$ eğrileri.....	37
Şekil 4.7 %0.3 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının $\eta'L, \eta'M$ eğrileri	38
Şekil 4.8 %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının $G'L, G'M$ eğrileri.....	39
Şekil 4.9 %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının $\eta'L, \eta'M$ eğrileri	40

Şekil 4.10	%0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonda hazırlanmış LBG ve XSG çözeltileri için elde edilen gam karışımlarının $e3e1, v3/v1$ eğrileri.....	42
Şekil 4.11	%0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının $e3e1, v3/v1$ eğrileri	43
Şekil 4.12	%0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının S,T eğrileri	45
Şekil 4.13	%0.1,%0.3 ve %0.5 konsantrasyonda hazırlanmış LBG ve XSG çözeltileri için elde edilen S,T eğrileri	46
Şekil 4.14	Farklı konsantrasyonlardaki LBG çözeltilerinin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	49
Şekil 4.15	Farklı konsantrasyonlardaki XSG çözeltilerinin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	50
Şekil 4.16	%0.1 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	52
Şekil 4.17	%0.3 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	53
Şekil 4.18	%0.5 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	55
Şekil 4.19	Farklı konsantrasyonlardaki LBG çözeltilerinin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim hızını, y eksenini ise gerilimi göstermektedir)	57
Şekil 4.20	Farklı konsantrasyonlardaki XSG çözeltilerinin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim hızını, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	58
Şekil 4.21	%0.1 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim hızını, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	60
Şekil 4.22	%0.3 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim hızını, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	61
Şekil 4.23	%0.5 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenini gerinim hızını, y eksenini ise gerilimi göstermektedir).....	62
Şekil 4.24	%0.1 konsantrasyondaki HÖ ve HS örnekleri için elde edilen 3ITT grafikleri	65
Şekil 4.25	%0.5 konsantrasyondaki HÖ örneği için elde edilen elastik Lissajous eğrileri ve geri kazanım değerleri (GK: Geri kazanım)	66

ÇİZELGE LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan hidrokolloidler	6
Çizelge 2.2 Chebyshev katsayılarının aldıkları değerlere göre reolojik davranışın belirlenmesi [41]	21
Çizelge 2.3 Gerinim-katılma oranı (S) ve kayma-kalınlaşması (T) oranının aldıkları değerlere göre reolojik davranışın belirlenmesi [41]	22
Çizelge 3.1 Hazırlanan çözeltilerin konsantrasyonları ve isimlendirilmesi	28
Çizelge 4.1 Uygulanan gerinim değerlerine karşılık geri kazanım değerleri	64

**GIDA ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN BAZI HİDROKOLLOİDLERİN
DOĞRUSAL OLMAYAN BÖLGEDEKİ REOLOJİK DAVRANIŞLARININ
İNCELENMESİ**

Duygu ÖZMEN

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Ömer Said TOKER

Hidrokolloidler gıda endüstrisinde ürünün tekstürel ve reolojik özelliklerini istenen biçimde düzenleyebilmek amacıyla genel olarak tek başlarına veya farklı hidrokolloidler ile karıştırılarak kullanılmaktadırlar. Endüstride gıdalar işlenme sırasında pek çok farklı aşamada yüksek seviyelerde deformasyona uğramaktadır. Bütün bu etkiler elde edilen son ürünün kalite özelliklerini etkilemektedir ve bu sebeple gıda ürünlerinde bulunan veya sonradan katılan hidrokolloidlerin lineer olmayan bölgedeki kuvvet veya basınç uygulanmasının reolojik davranışları üzerine etkisinin incelenmesi önem arz etmektedir. Büyük genlikli salınım testleri (LAOS) son yıllarda yüksek gerinim değerlerindeki reolojik davranışın incelenmesi için kullanılmaya başlanmıştır. Bu çalışmada literatürde sinerjistik etkisi bildirilen ksantan gam (XSG) ve keçi boynuzu gamı (LBG) kullanılmış ve farklı konsantrasyonlarda (%0.1, %0.3 ve %0.5) ve farklı hazırlama teknikleri (hidrasyon öncesi (HÖ), toz karışım(T), hidrasyon sonrası (HS)) kullanılarak hazırlanan çözeltilerin doğrusal olmayan bölgedeki davranışı incelenmiştir. Ayrıca üç aralıklı tiksotropi testi (3ITT) uygulanarak çözeltilerin geri kazanım değerleri hesaplanmış ve LAOS sonuçları ile karşılaştırılmıştır. Genel olarak LBG çözeltisinin tek başına tüm konsantrasyonlarda viskoz özellik gösterdiği, XSG çözeltisinin ise %0.1 konsantrasyon haricinde baskın elastik özellik gösterdiği belirlenmiştir. Karışım çözeltilerde ise %0.1 konsantrasyon değeri dahil elastikiyetin baskın ve tek başına kullanımlarına göre çok daha yüksek değerlerde olduğu

gözlemlenmiştir. Chebyshev katsayıları incelendiğinde yüksek konsantrasyon değerleri için LBG ve XSG için önemli bir fark gözlemlenmemişken, e_3/e_1 değerlerine bakıldığında XSG'nin gerinim sertleşmesi davranışı gösterirken, LBG'nin gerinim yumuşaması davranışı gösterdiği belirlenmiştir. Karışım çözeltilere bakıldığında %0.3 konsantrasyon için belirgin bir fark gözlemlenmemiş ancak %0.5 konsantrasyonda HS örneğinde diğer örneklerde gözlemlenenin dışında e_3/e_1 değerinde artış ve v_3/v_1 değerinde ise bir azalma gözlemlenmiştir. Lissajous-Bowditch eğrileri incelendiğinde, hidrasyon sonrası karıştırmanın (HS) diğer karıştırma tipleri ile karşılaştırıldığında daha düşük elastikiyet değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. Toz karışım (T) ve hidrasyon öncesi (HÖ) çözeltilerine bakıldığında ise %0.1 konsantrasyon için artan gerinim değerlerinde davranışlar benzer görünse de konsantrasyon arttıkça yüksek gerinim değerlerinde HÖ çözeltilisinin eğrilerinin alanının T çözeltilisine göre arttığı ve daha fazla enerjiyi yapıda tutabildiği gözlemlenmiştir. 3ITT testi ile Lissajous eğrileri karşılaştırıldığında elde edilen % geri dönüşüm değerlerinin eğrilerle uyum sağladığı belirlenmiştir. Bu bulgular ışığında, 3ITT testinin LAOS davranışını açıklamada kullanılabileceği görülmüştür. Elde edilen bulguların endüstriyel uygulamalar için son ürünün tekstür özelliklerini belirlemede etkili bir araç olduğu gözlemlenmiştir ve yeni çalışmalarda daha farklı hidrokolloidler ile çalışılarak sinerji ve hidrasyon kinetiğinin LAOS tekniği ile daha net anlaşılabilceği öngörülmektedir.

Anahtar Kelimeler: LAOS, hidrokolloid, ksantan gam, keçi boynuzu gamı, 3ITT

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE RHEOLOGICAL BEHAVIOR OF SOME HYDROCOLLOIDS USED IN THE FOOD INDUSTRY IN THE NON-LINEAR REGION

Duygu ÖZMEN

Department of Food Engineering

MSc. Thesis

Adviser: Assist. Prof. Dr. Ömer Said TOKER

In the food industry, hydrocolloids are often used alone or in combination with different hydrocolloids to regulate the textural and rheological properties of the product. In industrial processes, food materials may face deformation at many different stages. All these conditions affect the rheological properties of final product and therefore it is important to examine the rheological behavior of food products containing hydrocolloids under large deformations. Large amplitude oscillatory shear (LAOS) tests have been used in recent years to examine the rheological behavior in high strain values. In this study, xanthan gum (XSG) and locust bean gum (LBG), which have synergistic effect as reported in the literature, were used and the behavior of the solutions which are prepared in different concentrations (0.1%, 0.3% and 0.5%) and using different preparation techniques (HÖ, T, HS) in nonlinear region are examined. In addition, the results of 3ITT test were used to calculate the recovery values of the solutions and compared with the LAOS results. In general, it was determined that LBG solution had viscous properties at all concentrations alone, while XSG solution showed dominant elasticity except for 0.1% concentration. In the mixture solutions, it was observed that the elasticity was dominant and has much higher values than the single use of solutions. When Chebyshev coefficients were examined, there was no significant difference for

LBG and XSG for high concentration values and while XSG e_3/e_1 values showed strain hardening behaviour, LBG showed strain softening behavior. No significant difference was observed for the 0.3% concentration in the mixture solutions but at a concentration of 0.5%, the increase in e_3/e_1 and a decrease in v_3/v_1 value were observed for HS sample that are not seen in the other samples. When Lissajous-Bowditch curves are investigated, in comparison with the other types HA has lower elasticity values, and when the powder mixture (P) and pre-hydration (HB) solutions are seen, it was observed that the behaviors were similar in increasing strain values for 0.1% concentration, but as the concentration increased, the area of the curves of the HB solution increased compared to the T solution and kept more energy in the structure at high strain values. When the curves were compared with the 3ITT test, it was determined that the % recycle values obtained were in agreement with the curves. It is observed that the obtained results are an effective tool for determining the textural properties of the end product for industrial applications and it is anticipated that synergy and hydration kinetics can be understood more clearly by LAOS technique in new studies by working with different hydrocolloids.

Keywords: LAOS, hydrocolloids, xanthan gum, locust bean gum, 3ITT

1.1 Literatür Özeti

Viskoelastik özelliklerin araştırılması sürekli işlemlerin mühendislik dizaynı, yeni ürün geliştirilmesi ve üretim sırasındaki kalite kontrol aşamalarında önem arz etmektedir [1]. Literatürde bu amaçla yapılmış pek çok çalışma bulunmaktadır. Büyük genlikli salınım testleri (LAOS) de son zamanlarda farklı gıda materyallerinin doğrusal olmayan bölgedeki viskoelastik davranışlarının incelenmesi için kullanılmaya başlanmıştır.

Ewoldt vd. [2], LAOS analizlerini kullanarak plastik davranışın benzersiz bir şekilde tanımlanması için yeni bir parametre olan mükemmel plastik dağılım oranını oluşturmuşlardır. İki karmaşık akışkan psödoplastik kayma kalınlaşması davranışı gösteren ksantan gam (XSG) ve bir elastoviskoplastik ters emülsiyon delme sıvısı ile gerçekleştirilen analizler sonucunda deformasyon genliği ve zaman çizelgesi tarafından tanımlanan bir Pipkin diyagramı ile karmaşık bir sıvının akış davranışının reolojik bir parmak izinin çıkarılabildiği belirlenmiştir.

Precha-Alsawanan vd. [3], doğal ve dallanmış mumsu pirinç nişastası jellerinin doğrusal ve doğrusal olmayan bölgedeki reolojik davranışlarının incelenmek amacıyla LAOS ve küçük genlikli salınım testlerini (SAOS) gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada Lissajous kurvelerinin jellerin aşamalı başlangıç gerilimini ve ardından gelen yumuşama davranışını gösterdiği bildirilmiştir.

Tong vd. [4], gellan gamı kullanılarak hazırlanan sıvı jellerinin reolojik özelliklerini yüksek açıl (HA) / düşük açıl (LA) gellan oranı ve Ca^{+2} konsantrasyonunu dikkate alarak hem doğrusal hem de doğrusal olmayan viskoelastik bölgelerde büyük genlik salınımlı kayma

test tekniğini (LAOS) kullanarak incelemiştir. Analiz için kullanılan Lissajous eğrilerinin ve Chebyshev katsayılarının görsel ve kantitatif açıdan HA ve LA gamlarının arasındaki mikroyapısal farklılıkları başarılı bir şekilde temsil ettiğini gözlemlemiştir.

Szopinski vd.[5], guar gamının sulu solüsyonlarının viskoelastik özelliklerini LAOS ile incelemişler ve “Pipkin Ölçü” fonksiyonunu kullanarak (gerinim ve zaman parametreleri ile) bir reolojik parmak izi oluşturmuşlardır.

Klein vd. [6], çalışmalarında iki tip karragenan ve nişasta kullanmış ve bu çözeltilerin birbirine en yakın viskozitede oldukları konsantrasyonda (%1) analizleri gerçekleştirmişlerdir. Çalışma sonucunda klasik reolojik metotlarda gözlenemeyen fenomenlerin LAOS analizleriyle gözlemlenebildiğini ve doğrusal olmayan bölgede normalde doğrusal bölgede çalışıldığında belirlenemeyen farkların gözlemlenebildiğini belirtmişlerdir. Bu sayede aynı özellik gösterdiği düşünülen polisakkaritlerin birbirinden ayrılabilceği belirtilmiştir.

Ptaszek [7], yumurta akı köpüğü ile yaptığı çalışmada elma pektini ve ksantan gamı farklı oranlarda kullanmış ve doğrusal olmayan bölgedeki davranışı incelenmiştir. Hidrokolloid eklenmesinin genel olarak yüksek harmonik derecelerini azalttığı dolayısıyla doğrusal olmayan davranışın da azaldığı belirlenmiştir. Enerjinin yayılması elastik özelliklere bağlanmış ve ilk fazdaki yayılma arttıkça elastik özelliklerin daha çabuk kaybolduğu ve buna bağlı olarak viskoz özelliklerin baskın hale geldiği belirtilmiştir.

Literatürde son zamanlarda gıda alanında da kullanılmaya başlanılan bu metot ile bileşenler arasındaki etkileşimlerin daha iyi açıklanabildiği belirtilse de yeterli deneysel veri olmadığından dolayı kaynaklanan boşluklar yeni çalışmalarla doldurularak metotun kullanılabilirliği ve verilerin yorumlanabilirliği arttırılabilecektir.

1.2 Tezin Amacı

SAOS akış testleri materyalin üç boyutlu yapısına önemli derecede zarar vermeden gerinim ve frekans bağımlılığını ölçen metotlardır ancak gıda endüstrisinde pek çok işlemde gıda materyalleri ani ve yüksek deformasyonlara tabi olabilmektedir ve bu etkiler onların yapılarını geri dönebilecek veya dönemeyecek şekilde değiştirmektedir [8].

Bütün bu bilgilerin ışığında reolojik analizlerin ürünün kalite kontrolünün sağlanmasının yanı sıra teknolojik açıdan üretilmesinde uygun endüstriyel makinelerin oluşturulması açısından önem arz ettiği görülmektedir. Doğrusal olmayan bölgede gerçekleştirilecek LAOS testleri yüksek deformasyonlarda üründe gerçekleşen değişimlerin gözlemlenmesi ve bu bilgiler ışığında yeni endüstriyel tasarımların önünü açması açısından önem arz etmektedir.

1.3 Hipotez

Ksantan gam ve keçi boynuzu gamlarının sulu çözeltilerinin doğrusal olmayan bölgedeki reolojik davranışlarının incelenerek, farklı deformasyonlara karşı verdikleri tepkinin ölçülmesi ve hazırlama tekniğinin hidrasyona etkisi ile karışım halinde iken gerçekleşen sinerjistik etkinin reolojik parametreler ile açıklanması, ayrıca 3ITT testinin LAOS ile ilişkilendirilmesi öngörülmektedir.

BÖLÜM 2

KURAMSAL TEMELLER

2.1 Hidrokolloidler

Hidrokolloid terimi son zamanlarda geniş bir çerçevede ve farklı endüstriyel alanlarda sulu çözeltileri kalınlaştırıcı ve jelleştirici ajan, stabilizatör, buz ve şekerin kristal oluşumunu azaltma, aromaların kontrollü salınımı gibi amaçlarla ve ayrıca emülsiyonlarda ve dispersiyonlarda kullanılan polisakkarit ve proteinleri tanımlamak amacıyla kullanılmaktadır [9]. Çok sayıda hidroksil grubu içermeleri, su moleküllerine bağlanma afinitelerini önemli ölçüde arttırmaktadır. Ayrıca, hidrokolloidler gerçek bir çözelti ve bir süspansiyon arasında özellikleri olan ve bir kolloidin özelliklerini sergileyen bir dispersiyon üretirler. Bu iki durum göz önünde bulundurulduğunda, bu polisakkarit ve proteinler bu özelliklerine uygun şekilde "hidrofilik kolloidler" veya "hidrokolloidler" olarak adlandırılırlar [10].

Hidrokolloidler çoğunlukla lipofilik ve hidrofilik grupları birbirine bağlayabilecek karakteristik özelliklere sahip olmadıkları için gerçek emülsifiye edici olarak kabul edilmezler. Moleküller çok büyük ve kompleks olduğundan yağ-su karışımlarının homojenizasyonu sırasında oluşan ara yüzeyleri kaplayabilecek esneklikleri yoktur. Ancak bu kalınlaştırıcılar su katmanının viskozitesini arttırarak ya da yüzey aktif maddelerle interaksiyona girerek emülsiyonları stabilize edebilirler [11]. Hidrokolloidlerin sadece birkaçı emülgatör olarak görev yapabilmektedir. Bu ikinci fonksiyon, yağ-su ara yüzeyinde önemli bir yüzey aktivitesi ve dolayısıyla emülsifikasyon sırasında ve sonrasında ince damlacıkların oluşumunu ve stabilizasyonunu kolaylaştırma

yeteneğini gerektirir. Gıda uygulamalarında en yaygın kullanılan polisakkarit bazlı emülgatörler arap zımkı, modifiye nişastalar, modifiye selülozlar, bazı pektin türleri ve bazı galaktomananlardır [12].

Hidrokolloidler gıdaların üretim koşullarına uygun olacak şekilde seçilmektedir [13]. Örneğin, gıda üreticilerinin yaptığı en genel hata gıdaları su aktivitesini azaltıcı olarak kullanmalarıdır. Su aktivitesi gliserin, früktoz ya da tuz gibi düşük moleküler ağırlıktaki materyaller ile kolaylıkla düşürülebilmektedir. Gıdalar yüksek moleküler ağırlıktaki bileşenlerdir ve su bağlayıcıdan ziyade su düzenleyici olarak tanımlanmalı ve kullanılmalıdır [14].

Üretim teknikleri ve elde edildikleri kaynak göz önüne alındığında hidrokolloidler Şekil 2.1’de gösterildiği gibi 4 farklı gruba ayrılabilirler[11].



Şekil 2.1 Üretim kaynağına göre hidrokolloidlerin sınıflandırılması [11]

Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan hidrokolloidler Çizelge 2.1’de belirtilmiştir.

Polimer solüsyonlarının viskozitesi polimerin moleküler kütlesinden ve yapısından önemli ölçüde etkilenmektedir. Aynı moleküler ağırlıktaki doğrusal ve sıkı bağlı moleküller fazlaca dallanmış ve yüksek oranda esnek olan polimerlere göre daha geniş hidrodinamik boyuta sahiptir ve dolayısıyla daha yüksek viskozite sağlamaktadır [10].

Çizelge 2.1 Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan hidrokolloidler

Hidrokolloid	Kullanım Amacı	Kullanıldığı Ürünler	Kullanım oranı	Referans
Ksantan gam (XSG)	Emülsiyon stabilizatörü, Süspansiyon ajanı,	Salata sosları, içecekler, Süt ürünleri, Fırıncılık ürünleri	%0.05-0.5	[11, 15]
Keçi boynuzu gamı (LBG)	Isı değişimine karşı direnç, Pürüzsüz erime, Tekstür oluşumu, Su salmayı engelleme	Dondurulmuş tatlılar, Süt ürünleri (yoğurt, puding vb), Diyet gıdalar	%0.05-1	[16, 17]
Guar gam	Yağ ikamesi, Su bağlama, Erimeyi geciktirme, Buz kristallerinin büyümesini yavaşlatmak	Mayonez, süt ürünleri, Fırıncılık ürünleri, Soslar, Kedi-köpek mamaları	%0.2-0.5	[10, 16]
Arabik Gum	Kristalizasyonu önleyici, Köpük stabilizatörü, enkapsülasyon ajanı	Şekerleme ürünleri, İçecekler	%4-70	[10, 18, 19]
Karragenan	İmmobilizasyon, Sinerisis önlenmesi, Emülsiyon stabilizasyonu	Süt ürünleri, Sirke	%0.5-2	[20, 21, 22]
Pektin	Jelleşme, Kalınlaşma ve Stabilizatör	Reçel, Şekerleme	%1-3	[22, 23]

Modern yaşam tarzındaki deęişmeler sonucunda saęlıklı yaşam ve diyet arasındaki ilişkinin kuvvetlenmesi sebebiyle yüksek lif içerikli, düşük yağ oranına sahip ürünler ön plana çıkmaya başlamıştır. Bu tüketici talebi sonucunda yağlar ‘yapılandırılmış su’ ile ikame edilerek saęlıklı, düşük kalorili ve arzu edilen yeme kalitesinde ürünler elde edilmektedir. Bu durum sonucunda pek çok hidrokolloid ürünü spesifik şekilde gıdalarda yağ ikamesi olarak kullanılması amacıyla geliştirilmektedir [10].

Gamların endüstriyel amaçlarla kullanımlarının yanı sıra saęlık üzerine de olumlu etkileri belirtilmiştir. LBG’ın viskozitede neden olduęu deęişimden dolayı sindirim gerçekleşirken karbonhidratların parçalanma oranını deęiştirebildięi [24] ve bazı hidrokolloidlerin doęunluğu arttırarak obeziteye karşı kullanılabilceęi belirtilmiştir [25]. Ayrıca bazı belirli hidrokolloidlerin kullanımının baęırsaktaki mikrobiyal floranın bileşimini etkiledięi ve *Bifido* ve *Lactobacillus* gibi yararlı bakteri suşlarının gelişimini destekledięi çalışmalarda belirtilmiştir [26].

Gamlardan söz edildiğinde sıklıkla kullanılan iki kavram bulunmaktadır. Tez çalışmasında da kullanılacak bu iki kavram hidrasyon ve sinerji kavramlarıdır.

2.1.1 Hidrasyon

Suda çözünür nişasta olmayan polisakaritlerin hidrasyon özellięi, bu polimerlerin çözeltilerinin hazırlanması aşamasında dikkate alınması gereken önemli bir özelliktir [27]. Aksi durumda, hidrokolloidlerden ürün kalite özellikleri üzerinde oluşması gereken etki elde edilemez. Bu da ürün kalite özelliklerinde arzu edilen seviyeye ulaşılamamasına sebep olur. Polisakaritlerin hidrasyon ve degradasyon özelliklerini gözlemlemek için genellikle viskozite bir parametre olarak kullanılmaktadır [28]. Hidrokolloidlerin hidrasyonu ile çözülmesi zaman zaman aynı anlamda kullanılsa da [28] 29], bazı çalışmalarda bu iki kavram birbirinden ayrı olarak deęerlendirilmiştir [30, 31] ve hidrasyon kinetięi viskozitedeki artışın zamana baęlı deęişimi ile belirlenmiştir. Çalışmalarda, kayma gerilimi deęeri doğrudan çözülmüş gam miktarının göstergesi olarak belirlenmiş ve kayma gerilimi/gam konsantrasyonu eęrisi kullanılarak ise gamın çözülme oranı belirlenmiştir [30].

Gamların hidrasyon özelliklerinin belirlenmesi ile ilgili literatürde pek çok çalışma yapılmıştır. Parvathy vd. [31] guar gam ile yaptıkları çalışmada viskozite ve hidrasyon kinetiklerinin guar gamın biyolojik ve diğer fonksiyonel özelliklerinin uygulanabilmesi için önemli olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmada 5 dk'da bir 5 sa boyunca guar gamın sulu çözeltisinin viskozite değerleri ölçülmüş ve elde edilen verilere matematiksel modeller uygulanarak kullanılarak hidrasyon kinetiğinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Partikül boyutu ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile partikül şekilleri belirlenmiş ve sonuç olarak bu faktörlerin hidrasyon hızını etkilediği belirtilmiştir. Vega-Cantu vd. [28], magnezyum ve demir iyonlarının guar gamın hidrasyon ve hidroliz özelliklerine etkisini incelemiş ve magnezyumun pH 12'de ve 121 °C'de guar gamın degradasyonunu inhibe ettiği ve termal hidrolizi önlediği belirtilmiştir. Demir iyonunun ise (pH 12) guar gamın hidrasyon ya da çözünme kinetiğini inhibe ettiği ancak çözeltilerin 121 ° C'de bir otoklavda ısıtıldığında, tamamen hidrate olmuş guar zincirinin kesimini hızlandırdığı gözlemlenmiştir.

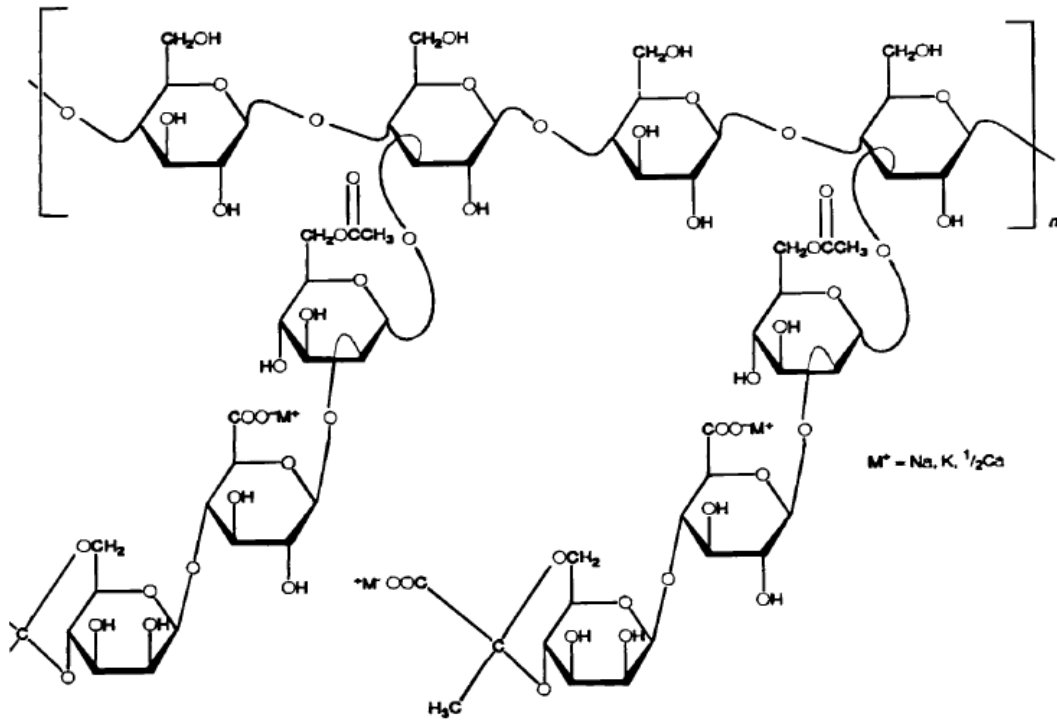
Wang vd.[29], makromoleküllerin hidrasyon kinetiği ile ilgili pek çok model geliştirilse de çoğunun pratik kullanım için pek çok kısıtlama içermekte olduğunu belirtmiş ve yarı-deneysel modeller geliştirilerek açıklanmasının pratik amaçlar için daha yararlı olacağını öngörmüşlerdir. Bu amaçla üç farklı teorik model seçilmiş (Birinci dereceden kinetik model, Logaritmik model ve Weibull fonksiyonu) ve iki farklı deneysel metot ile hidrasyon kinetiği viskozite değeri parametre olmak üzere gözlemlenmiştir. Çalışma sonucunda Wiebull fonksiyonunun en yararlı olduğu ancak eğri uydurma işleminin kompleks olmasından dolayı logaritmik modelin yeterli doğruluk ve sadece iki hidrasyon sabiti ile uygulanabilmesi dolayısıyla daha uygun olduğu belirtilmiştir.

2.1.2 Ksantan Gam

Ksantan gum (XSG) 1950'li yıllarda Kuzey Bölgesel Araştırma Laboratuvarları (NRRL) Amerika Birleşik Devletleri Tarım Bakanlığı tarafından keşfedilmiş bir doğal biyopolimerdir [32]. Polisakkarit B-149 adıyla da bilinen ksantan gum *Xanthomonas campestris* NRRL B-1459 tarafından üretilmektedir [15] ve E415 kodlu bir gıda katkı maddesi olarak toz halde satılmaktadır [11]. Ticari üretimi güçlü bir karıştırma ile birlikte

batık (daldırma) kültür fermentasyonu yöntemi kullanılarak parçalı sistemle gerçekleştirilmektedir [11].

Ksantan gam, 2.8: 2.0: 2.0 molar oranında iki glikoz birimi, iki mannoz birimi ve bir glukuronik asit birimi tarafından oluşturulan tekrarlanan pentasakkarid birimlerinden oluşan bir ana yapıya sahip bir heteropolisakkarittir (Şekil2.1) [15]. Sert çubuk moleküllerinin yüksek-moleküler-ağırlıkta kümeler oluşturmaya bağlı olarak XSG solüsyonları çok yüksek viskozite ve pseudoplastiklik göstermektedir [33]. Bu katı yapısı sebebiyle asit, ısı ve baz stabilesi aşırı derecede artar. Gerçekleşen agregasyon sebebiyle çok daha yüksek değerler bildirilse de XSG'nin molekül ağırlığı 2 milyon Da civarındadır ve en yüksek termal stabilite ve viskoziteye sahip XSG'lar pirüvik asit içeriği en yüksek olanlardır [16].



Şekil 2.2 Ksantan Gamin Kimyasal Yapısı [15]

Moleküler modelleme çalışmaları ksantan gamın helezonik (sarmal) bir yapıya sahip olduğunu varsaymaktadır. Ksantan gum çok viskoz solüsyonlar oluşturmakta ve yeterince yüksek polimer konsantrasyonlarında zayıf jel benzeri özellikler gösterdiği belirtilmektedir. Keçi boynuzu gamı ve glukomannan gibi bazı galaktomannanlar ile termo-tersinir jeller oluşturabilmektedir [10].

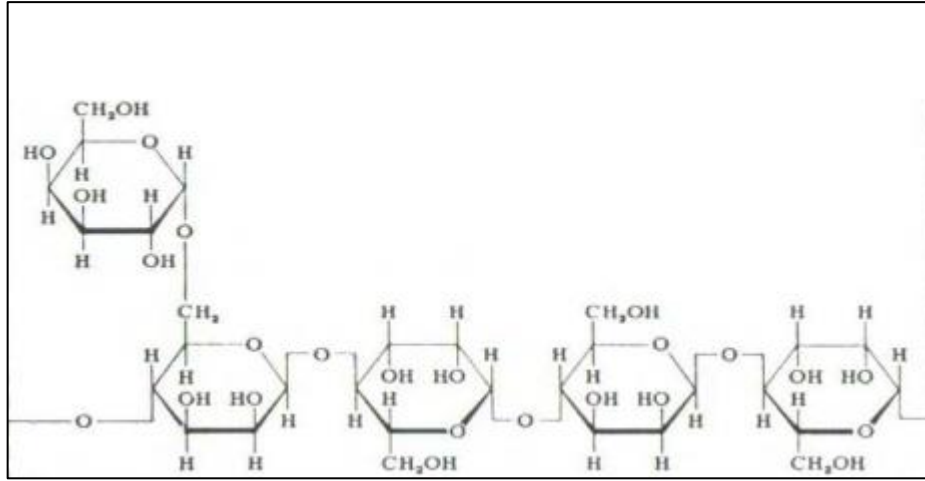
Ksantan gam, gıda endüstrisinde aşağıdaki özelliklerinden dolayı çok geniş bir alanda kullanılmaktadır:

- Soğuk ve ya sıcak solüsyonlarda iyi çözünürlüğe sahip olması,
- Çok düşük konsantrasyonlarda bile yüksek viskozite değerlerine sahip olması,
- Mükemmel termal stabiliteye sahip olması,
- Tuz ile kusursuz uyuma,
- 0-100 °C arasında stabil çözelti viskozitesine sahip olması [10, 16].

2.1.3 Keçi Boynuzu Gamı

Keçi boynuzu zamkı (LBG) veya keçi boynuzu sakızı, İspanya ve diğer Akdeniz ülkelerinde en çok yetişen keçi boynuzu ağacının (*Ceratonia siliqua*) tohumunun rafine endospermidir [34]. Keçi boynuzu gamının üretimi çekirdek kabuğunun uzaklaştırılması ile sağlanmaktadır ve bu amaçla kavurma, asitle muamele, mekanik aşındırma gibi metotlar kullanılmaktadır [17]. LBG yaklaşık 3:5 oranında mannoz ve galaktoz birimlerinden oluşan bu sebeple de galaktomannan kategorisine dahil olan nötr bir polisakkarittir [10], [35]. Genel olarak %80'inin galaktomannan, geri kalanının ise protein ve safsızlıklar olduğu ve protein açısından %32 albumin ve globülin, %68 oranında ise glutelin içerdiği bildirilmiştir [35]. E410 kodlu bir katkı maddesi olan LBG 3-11 pH aralığında yüksek stabiliteye sahiptir ve ağırlığının 50 katı kadar su tutabilme kapasitesine sahip olduğu belirtilmektedir [11,17].

Kimyasal yapısı Şekil 2.3'de gösterilen LBG linear polisakkarit (1-4)- β -bağlı mannoz birimli düz ana incir ile bağlı tek (1-6)- α -d-galaktoz birimlerinden oluşmaktadır [35]. LBG zincir boyu uzun ve çıplak bölgelere sahiptir ve bu da ona zincirler arası birleşme ve tiksotropik çözelti oluşturabilme özelliği vermektedir. Yapısı dolayısıyla oda sıcaklığında sınırlı derecede çözünmektedir ve iyi bir çözünme için yaklaşık 85 °C'ye ısıtılması gereklidir [16].



Şekil 2.3 Keçi Boynuzu Gaminin Kimyasal Yapısı [17]

Tek başına çok iyi bir jelleşme gösteremez ancak k-karragenan, agar veya XSG ile jelleşebilmektedir [16].

2.1.4 Gam Kombinasyonları ve Sinerji

İki gamın birleştirilmesi (ve bazen bir gam ve nişastanın birleştirilmesi) genellikle sinerjik bir etkiye neden olabilir [14]. Birçok endüstriyel ürün, formülasyonlarında, işleme sırasında ve sonrasında istenen özellikleri elde etmek için birden fazla polisakarit içermektedir. Bu tür birçok karma sistem, tek tek polimerlerin bilinen özelliklerinden beklendiği gibi davranır. Bununla birlikte, özellikleri yalnızca bileşenlerden birinin sahip olduğu özelliklerden daha üstündür veya kalitatif olarak fark göstermektedir. Pek çok polisakkarit sisteminde, bir jelleşen polimerin jelleşmeyen bir polimer ile birleşimi, farklı zincir polimerleri arasındaki etkileşimin ve karışık birleşme bölgelerinin oluşmasının bir sonucu olarak, güçlü sinerjik bir etki oluşturur [36]. Örneğin, 4.000 cP'luk bir viskoziteye sahip % 1 karboksimetil selüloz (CMC) çözeltisi ile 4.000 cP'ye eşdeğer miktarda % 1 guar zamkı çözeltisi karıştırıldığında beklenen aksine bu 50:50 karışımın viskozitesi 4.000 cP olarak kalmaz. Gerçek viskozite yaklaşık 5.000-6.000 cP'dir. Bu davranış sıklıkla kalınlaşma tipi gamlarda görülür. İki farklı kalınlaştırıcı gam çözelti içinde birleştirildiğinde, çok sık (ancak her zaman değil) viskozite beklenenden daha yüksektir. Genel olarak, bu sinerjik reaksiyonlar ekonomik yararlar sağlar, çünkü belirli bir miktarda gamdan daha fazla viskozite elde edilebilmekte ve ayrıca üründe istenen tekstürü oluşturmaya yardımcı olabilmektedirler. Bununla birlikte, bazı gam

kombinasyonlarından kaçınılması gerekir. Örneğin, jelatin ve pektin veya CMC gibi bir anyonik gamı birleştirmek sorunlara neden olabilir, çünkü bazı pH aralıklarında, ikisi geri dönüşümsüz olarak birbirine bağlanır ve çökelti oluşumu söz konusu olur [14].

Sinerjik jel oluşumu çeşitli şekillerde ortaya çıkabilir. Moleküller arası etkileşimler, katılan polimer zincirleri arasında kovalent bağ oluşumu ile kimyasal bir kökene sahip olabilir. Bu duruma örnek olarak hafif alkali koşullar altında propilen glikol aljinat ve jelatinin etkisi verilebilir. Bu gibi durumlarda, sonuç bir kimyasal jel ağının oluşmasıdır. Polisakaritler söz konusu olduğunda, çoğunlukla bağlantı bölgelerinin oluşumunda farklı polimerlere ait zincir bölümlerinin kooperatif birliktelikleri ya da birçok tek bileşenli jel sistemlerindeki bağlantı noktalarına analoglarını veya ters yük çekiciliği sayesinde zincir-zincir etkileşimlerini içerebilen moleküller arası bağlantılar meydana gelmektedir [36]. Eğer bir jelleştirici gam bir kalınlaştırıcı gamla birleştirilirse, elde edilen sonuç sinerjistik olmaktan ziyade genellikle katkılı (çoğalan) etkidir. Çünkü jelleştirici gam bir ağ kurar ve kalınlaştırıcı gam basitçe bu ağ arasındaki boşlukları doldurmaya yardımcı olur. Jel ağı daha sabit bir yapı olduğundan dolayı rastgele etkileşimler için daha az imkan verir [14].

Ksantan gam ile keçi boynuzu gamının sinerjistik etkisi pek çok çalışmada belirtilmiştir. Bu iki gam farklı gamlarla da sinerjistik etki oluşturabildiği gibi (LBG; selüloz ve türevleri, XSG; guar gam), beraber oldukları sıcak çözelti soğutulduğunda tek başlarına iken gösteremedikleri jelleşme özelliğini gösterebilmektedirler [16]. XSG ve LBG arasındaki sinerjistik etkinin XSG'in yan zincirleri ile LBG'in ana zinciri arasında gerçekleşen ve XSG'in bir ya da birden fazla LBG molekülü ile oluşturduğu anahtar-kilit modelinden kaynaklandığı belirtilmektedir [35]. Literatürde 3:2 (XSG:LBG) olacak şekilde hazırlanan karışımla yüksek elastiklik elde edildiği bildirildiğinden çalışmada bu karışım oranı çalışılmıştır [33].

Higiro vd. [33], XSG ve LBG ile yaptıkları çalışmada seyreltik çözeltilerde tuzun reolojiye olan etkisini incelemişlerdir. XSG ve LBG 'nin seyreltik çözeltilerinde bile kuvvetli interaksyon gösterdikleri, solüsyonların Newtonian akış özelliğine sahip olmalarına rağmen, elastiklik değerlerinin XSG ve LBG sinerjistiklerinde kritik bir rolü olduğu belirtilmiştir. Kurt vd. [37], XSG ve LBG'in sinerjistik etkisinden yararlanarak

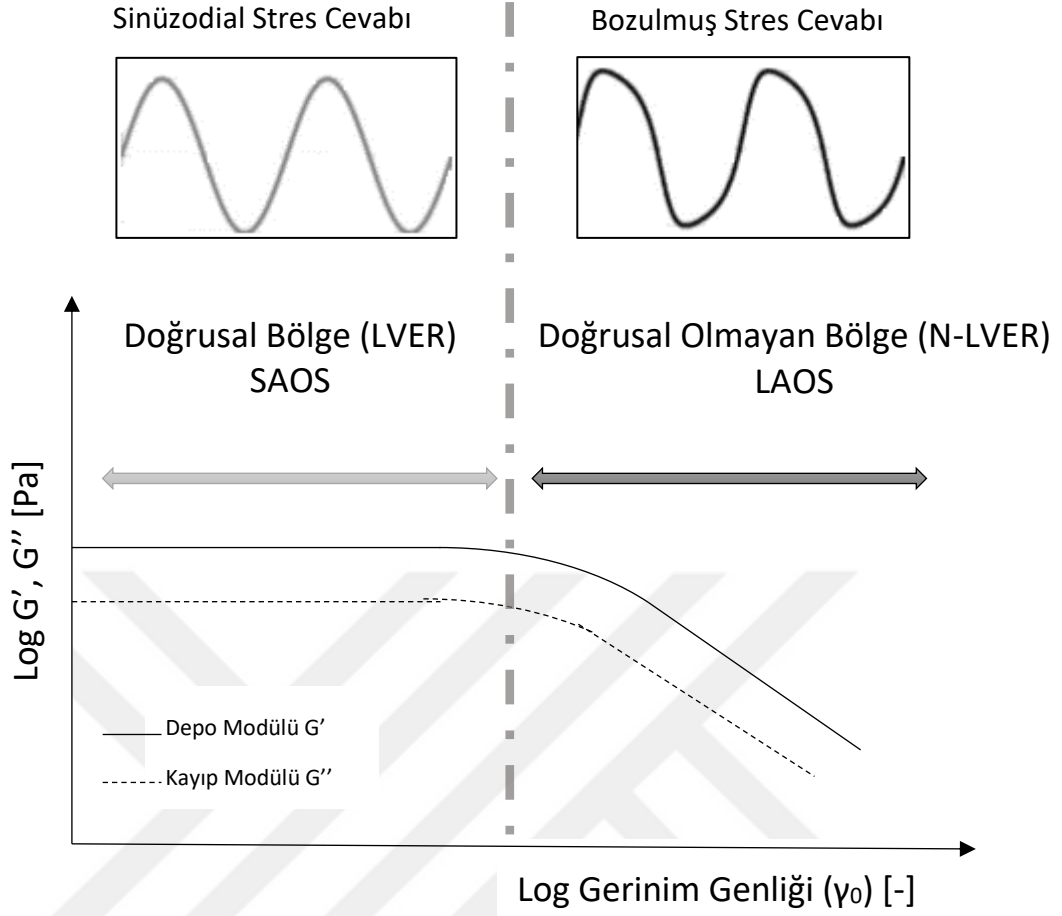
bioparçalanabilir film elde etmişler ve filmin karakteristik özelliklerinin geliştiğini belirtmişlerdir.

XSG/LBG ile yapılan çalışmalar incelendiğinde yapılan çalışmalarda daha çok bu gamlardan elde edilen jellerin yatışkan fazı reolojik özelliklerinin ve doğrusal bölgede viskoelastik özelliklerinin çalışıldığı görülmektedir. Bu çalışmada ise, LBG, XSG ve bu iki gam karışımı ile elde edilen örneklerin doğrusal olmayan bölgedeki reolojik özellikleri incelenmiştir.

2.2 Doğrusal Olmayan Reoloji

Reoloji, malzemelerin akışının ve deformasyonunun incelenmesi olarak tanımlanır [38]. Reolojik özellikler, normal ve tanjantsal streslere maruz kaldıklarında gıdaların verdiği akış ve deformasyon cevaplarına dayanır [39].

Çoğu gıda hem viskoz hem de elastik davranışta bulunur ve bu sebeple viskoelastik olarak adlandırılırlar. Gıdaların viskoelastik özelliklerinin belirlenmesi işleme ve depolama stabilitesi hakkında tahminler yapabilmek için önemli bir parametredir. Örneğin, küçük genlik salınımlı ölçümler ile sürünme (creep) ölçümleri su-yag emülsiyonlarındaki bileşenlerin rolünü anlamak için ve durağan kayma ve sürünme (creep) ölçümleri gamlar, proteinler vd. yüzey aktif ajanların stabilize edici yeteneğini belirlemek için kullanılabilir [40]. Salınımlı kayma gerinimi uygulanarak materyalin hem viskoz hem de elastik özellikleri aynı anda belirlenebilmektedir [41].



Şekil 2.4 Sabit bir frekansta gerçekleştirilen gerinim tarama testlerinin şematik gösterimi [42]

Gıdaların viskoelastik özellikleri gerinim ve gerinim oranından bağımsız olduğunda bu materyaller doğrusal viskoelastik, eğer bağımlı ise doğrusal olmayan viskoelastik olarak adlandırılmaktadırlar (Şekil 2.4) [40]. Reoloji tipik açıklamasında herhangi bir malzemenin kuvvet dengesini, doğrusal bir diferansiyel denklem olarak ifade eder [43]. Doğrusal viskoelastisite teorisinde, depolama ve kayıp modüllerinin fiziksel anlamları net ve açıktır. Depolama modülü (G') malzemenin elastik doğasını, kayıp modülü (G'') ise enerjinin viskoz dağılımını temsil etmektedir. Ancak, bu parametreler doğrusal olmayan bölgede fiziksel önemini yitirir [44]. Çünkü düşük gerinim değerlerinde linear viskoelastikliği açıklayan kompleks modülün ($G^* = G' + j G''$) parçaları olan gerçek (G_1') ve sanal (G_1'') olmak üzere sadece bir harmonik veri bulunmaktadır. Daha yüksek deformasyon (gerinim) değerleri uygulandıkça, daha yüksek harmonikler gözlenmektedir ve bu da materyalin doğrusal olmayan cevabının göstergesidir [45].

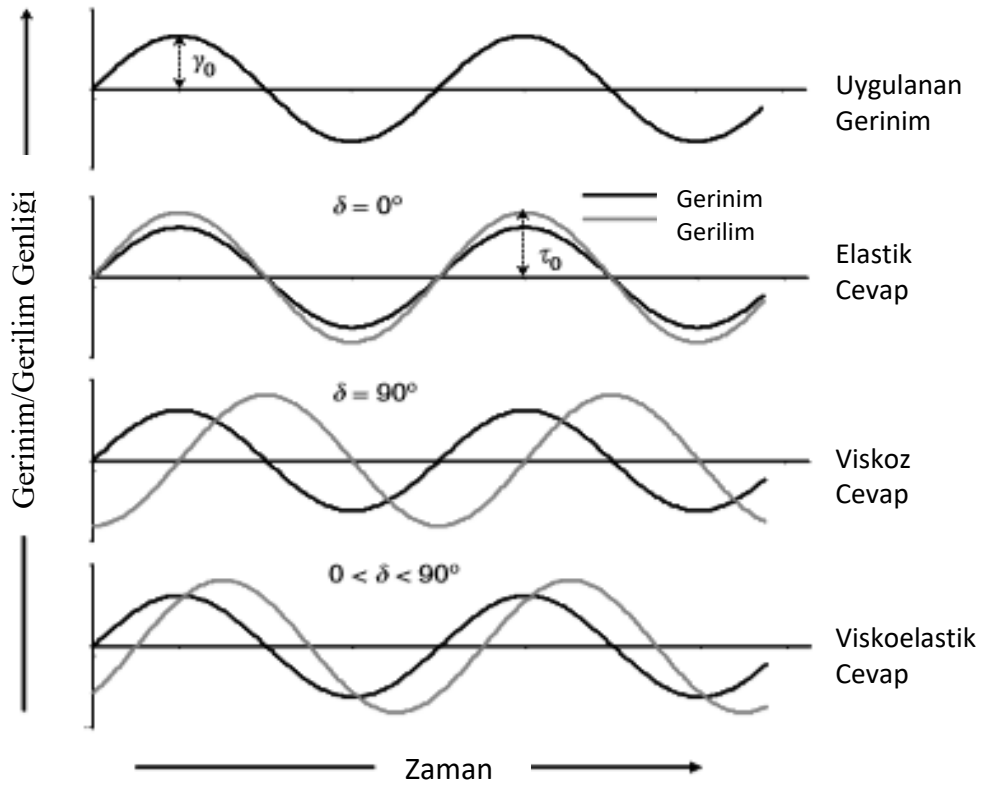
$$\gamma = \gamma_0 \sin \omega t \quad (2.1)$$

$$\dot{\gamma} = \gamma_0 \omega \cos \omega t \quad (2.2)$$

Yukarıda görülen denklemlerde γ gerinim değerini, γ_0 gerinim genliğini, ω frekans değerini, t zamanı belirtmektedir ve gerinim değerinin zamanla olan ilişkisini vermektedir. Buna karşılık gelen stres (τ) değeri aşağıda belirtilen şekilde ifade edilebilmektedir:

$$\tau = \tau_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (2.3)$$

Burada belirtilen τ_0 değeri stresin genliğini ifade eder ve δ değeri faz açısını göstermektedir [40].



Şekil 2.5 Gerinim girdisi ve gerilim çıktısının faz açısına bağlı değişimi [40]

Salınımlı kaymada (oscillatory shear) mekanik bozulmanın genliği arttıkça, doğrusal olmayan etkiler önem kazanmaktadır [43]. Salınımlı bir kayma akışındaki gerinim genliği geniş olduğunda, zamanın bir fonksiyonu olarak gerilim eğrisi tek bir trigonometrik fonksiyonla tanımlanamamaktadır [44].

Büyük genlikli salınımlı kayma (LAOS), gerilim genliği (γ_0), verilen sabit bir frekansta (ω) arttıkça gerçekleşen, doğrusaldan doğrusal olmayan reolojik davranışa doğru ilerleyen geçişi ölçmek için bir metot sağlamaktadır [41]. LAOS testi normalde, $G'(\omega)$ ve $G''(\omega)$ veya $J'(\omega)$ ve $J''(\omega)$ modüllerinin kullanılması ve doğrusal viskoelastik bölgenin belirlenerek frekans taraması ölçümlerine hazırlanılmasını sağlar. Doğrusal viskoelastisitenin ötesinde, doğrusal olmayan LAOS deneyi, malzeme yapısı, işlenmesi, kullanım koşulları ve işlevi ile ilgili zengin veriler üretmesi sebebiyle, esas modelin gelişiminde güçlü bir rehber özelliği göstermektedir [46]. Ewoldt vd. [41] tarafından belirlenen yeni parametreler ki bunlara LAOS parametreleri de denebilir, karmaşık yapıdaki materyallerin doğrusal olmayan davranışlarının açıklanmasında yeni bir bilgi kaynağı sağlamaktadır.

LAOS terimi örneğin cevabının ölçülebilir ve doğrusal olmayan bir cevap olduğu yani maruz kaldığı deformasyon genliğinde ölçülebilir bir fonksiyona dönüşen ve uygun şekilde normalize edilmiş bir çıktı olduğu durumlarda kullanılmaktadır [46]. Doğrusal olmayan bölgedeki davranışın açıklanabilmesi için birkaç farklı yöntem önerilmiştir. Bunlardan en popüler olanları, sabit frekanstaki G' ve G'' eğrilerinin incelenmesi [45], Fourier dönüşüm ve Lissajous-Bowditch kurvelerinin incelenmesi olarak sayılabilmektedir [44]. Bu tez çalışmasında yapılan analizlerin değerlendirilmesi bu üç yönetime göre ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir.

2.2.1 G' ve G'' eğrileri

Salınım teknikleri reolojik çalışmalarda oldukça sık kullanılmaktadır. Genel olarak küçük genlikli salınımlı kayma (SAOS) ve büyük genlikli salınımlı kayma (LAOS) olmak üzere iki tipe ayrılabilir. SAOS tipinde genellikle bu veriler materyalin doğrusal davranış sergilediği bölgeyi (LVER) belirlemek amacıyla kullanılmaktadır ancak doğrusal olmayan bölgede (N-LVER) de bu eğrileri kullanarak analizleri gerçekleştirmek mümkün

olmaktadır [45].

N-LVER’de G' ve G'' eğrileri için belirlenmiş birkaç spesifik durum vardır ve bu durumlar dört farklı gruba ayrılabilir:

1) Gerinim incilmesi (Strain thinning): Bu davranış genellikle polimer solüsyonları ve eriyiklerde gözlemlenmektedir [42]. G' ve G'' gerinim arttıkça azalmaktadır [47]. Zayıf moleküler interaksiyonların sonucunda oluşur ve genellikle karmaşıklıkların olduğu ve zayıf etkileşimli sistemlerde gözlenmektedir [45]. Yapı oluşum oranının azalıp, bozulma oranının arttığı sistemlerdir [42] .

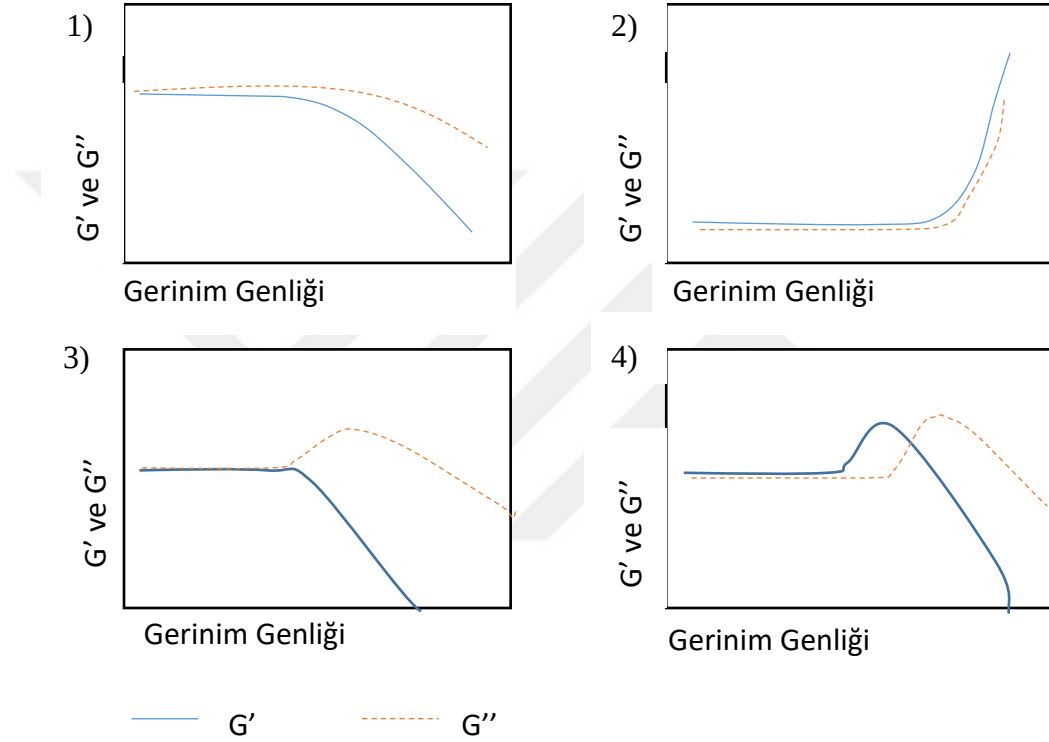
2) Gerinim sertleşmesi (Strain hardening): Kompleks ve güçlü yapıya sahip sıvıların sahip olduğu bir eğridir ve yapı jele doğru kayarken etki geldikçe daha ayrıntılı bir sistem oluşmaktadır [45]. G' ve G'' gerinim arttıkça artmaktadır [47]. Polivinil alkol/ boraks solüsyonlarının gerinim sertleşmesi davranışı gösterdiği ve deformasyonun hidroksil grupları ve borat anyonları arasında kimyasal bir kompleks oluşumuna yol açtığı bildirilmiştir [42]. Genellikle gıdalarda rastlanmayan çok nadir bir davranış olduğu belirtilmektedir [45].

3) Zayıf Gerinim Aşması (Weak strain overshoot): Tip 1 ve Tip 2 davranışlarının kombinasyonu ile oluşan bu davranışta sistemin dinlenme halinde durağan bir moleküler yapıya sahip olduğu belirtilmekte ancak gözlemlenen (Şekil 2.6) maksimum G'' eğrisi materyalin kayma ile uyarılmış bir yapı oluşturabileceğini göstermektedir. G' gerinim arttıkça azalmakta, G'' ise artmayı takiben azalmaktadır [47]. Belirli bir noktadan sonra ise uygulanan mekanik kuvvet fazla geldiğinden yapı bozulmaktadır ve akış yönüne paralel olacak şekilde yeniden düzenlenmektedir. Bu davranış genellikle çok kuvvetli elektriksel yükü yüklenmiş XSG solüsyonları ve uzun polimer zincirleri varlığında ortaya çıkmaktadır. Bu durum verilen enerjinin yapısal kuvvetleri geçerek akışa paralel gerilmeye döndüğü noktaya kadar zayıf ama çok önemli miktarda enerji biriktirebilen bir yapı oluşmasına sebep olmaktadır [45].

Flores vd. [48], karragenan jellerinin yüksek deformasyonlarda dinamik reolojik özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, %2 oranında karragenan solüsyonları hazırlamış ve oluşan karragenan jellerin iki aşamalı jelleşmesini karakterize edebilmek amacıyla LAOS analizleri uygulanmıştır. Deformasyona bağlı elde edilen $G'-G''$ değerlerinin

deformasyona karşı elde edilen grafikteki davranışı zayıf gerinim aşması yani tip 3 olarak tanımlanmıştır.

4) Güçlü Gerinim Aşması (Strong strain overshoot): Tip 3 ile benzer bir davranıştır ancak yapısal etkileşimler çok daha yüksek derecede kayma ile uyarılmış yapılar oluşturmaktadır. Bu tarz davranış genellikle miseler sistemlerde gözlemlenmektedir [45]. G' ve G'' gerinim arttıkça azalmayı takiben artmaktadır [47].



Şekil 2.6 LAOS davranış tipleri (1-Gerinim aşması, 2-Gerinim sertleşmesi, 3-Zayıf gerinim aşması 4-Güçlü gerinim aşması) [42]

2.2.2 Fourier Dönüşüm Reolojisi

Fourier analizi, doğrusal olmayan davranışları tanımlamak için uygulanan genel bir yöntemdir. Temel prensip hali hazırda reolojik ölçümlerde kullanılmış olmasına rağmen, bu yöntem doğrusal olmayan özelliklerin tümüne uygulanmaktadır ve bu sayede deneysel hassasiyet de arttırılmaktadır [43].

Materyalin stres cevabı, doğrusal olmayan bölgede ideal sinüzoidal dalgadan uzaklaşır ve sinüzoidal olmayan bu cevabı simüle edilebilmek için zamana bağlı cevabı frekansa

dönüştüren Fourier dönüşüm yöntemi kullanılmaktadır [49]. Zaman serilerinin doğrudan analizi zaman alan bir yöntemdir ve materyalin cevabındaki yüksek dereceli harmoniklerin tam olarak açıklanmasına izin vermemektedir. Bu durum özellikle deformasyon genliğinin geniş bölgesi yani LVER ile N-LVER 'nin başlangıcı arasında kalan çalışmalar için önem arz etmektedir [45].

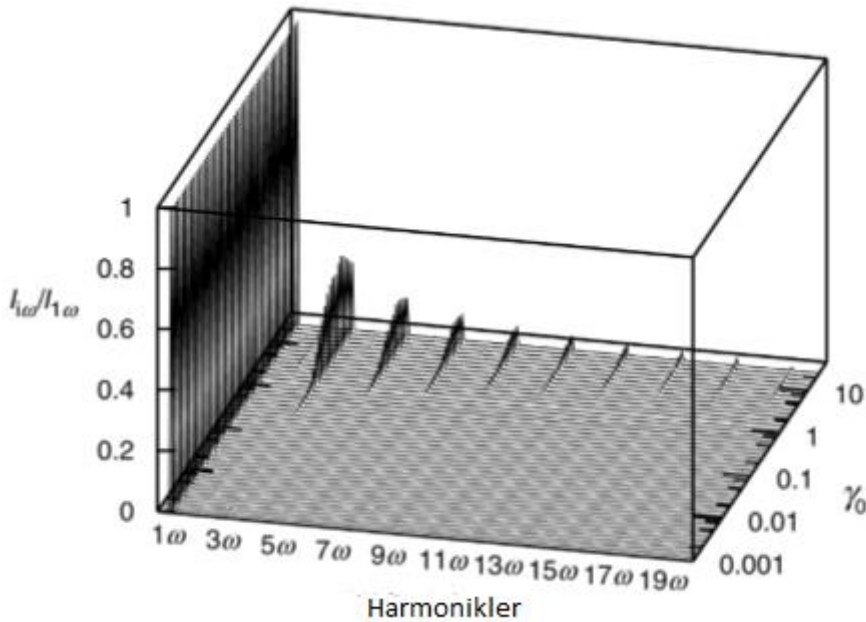
$$F^*(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t)e^{-j\omega t} dt \quad (2.4)$$

Ewoldt vd.[41] sinüzoidal gerinim ile oluşan stres cevabının Fourier serileri kullanılarak aşağıda belirtilen denklemlerdeki şekilde gösterilebileceğini belirtmişlerdir.

$$\sigma(t, \omega, \gamma_0) = \gamma_0 \sum_{n \text{ odd}} \{ G'_n(\omega, \gamma_0) \sin n\omega t + G''_n(\omega, \gamma_0) \cos n\omega t \} \quad (2.5)$$

$$\sigma(t, \omega, \gamma_0) = \dot{\gamma}_0 \sum_{n \text{ odd}} \{ \eta'_n(\omega, \gamma_0) \sin n\omega t + \eta''_n(\omega, \gamma_0) \cos n\omega t \} \quad (2.6)$$

Denklemlerde sadece tek sayıdaki harmonikler kullanılmaktadır çünkü oluşan stres cevabının kayma gerinimi ve kayma hızına bağlı olarak tek sayılı simetriden oluştuğu varsayılmıştır yani koordinat sistemi tersine çevrilse bile materyalin cevabı değişmemektedir [41]. Fourier katsayıları (G'_n ve G''_n) materyalin cevabını zaman bölgesinde tam olarak karakterize edebilse bile yüksek harmonik derecelerinin fiziksel yorumlaması Chebyshev katsayıları e_n ve v_n kullanılarak gerçekleştirilebilmektedir [45].



Şekil 2.7 Gerinim genliğinin Fourier spektrumu [45]

Birinci dereceden Chebyshev polinomları kullanılarak elastik ve viskoz stres aşağıdaki gibi yazılabilmektedir:

$$\sigma' = \gamma_0 \sum_{n \text{ odd}} e_n(\omega, \gamma_0) T_n(x) \quad (2.7)$$

$$\sigma'' = \dot{\gamma}_0 \sum_{n \text{ odd}} v_n(\omega, \gamma_0) T_n(y) \quad (2.8)$$

Denklemlerde belirtilen $T_n(x)$ n. dereceden Chebyshev polinomu ve $x = \gamma/\gamma_0 = \sin \omega t$ ile $y = \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0 = \cos \omega t$ olmak üzere $e_n(\omega, \gamma_0)$ elastik ve $v_n(\omega, \gamma_0)$ viskoz Chebyshev katsayılarıdır. Birinci ($T_1(x) = x$), üçüncü ($T_3 = 4x^3 - 3x$) ve beşinci ($T_5 = 16x^5 - 20x^3 + 5x$) Chebyshev polinomları e_n ve v_n değerlerinin formülasyonu için kullanıldığında;

$$e_n = G'_n (-1)^{(n-1)/2} \quad n: \text{tek} \quad (2.9)$$

$$v_n = G''_n / \omega \quad n: \text{tek} \quad (2.10)$$

olacak şekilde bulunmaktadır [41, 49].

Üçüncü dereceden Chebyshev polinomları materyalin belirli bölgedeki doğrusallıktan uzaklaştığı davranışı açıklamak için kullanılmaktadır ve yukarıda belirtilen denklemlerden yola çıkarak hesaplanmaktadır [41].

Fourier spektrumunda ortaya çıkan yüksek dereceli harmonikler sistemin doğrusal ve doğrusal olmayan davranış arasındaki geçişi ile ilgilidir ve birinci dereceden harmonikler materyalin viskoelastik karakteri ile ilgili bilgi verirken üçüncü harmonikler doğrusal ve doğrusal olmayan davranış arasındaki değişimin karakteristiği ile ilgili bilgi vermektedir. Daha yüksek dereceli harmonikler ise (5.,7, vb.) elde edilen cevabın karmaşıklığını göstermektedir [45]. Çizelge 2.2 'de belirtildiği gibi materyallerin reolojik davranışı Chebshev katsayılarına göre altı farklı kategoride toplanabilmektedir [49].

Çizelge 2.2 Chebyshev katsayılarının aldıkları değerlere göre reolojik davranışın belirlenmesi [41]

$e_3 > 0$	Gerinim sertleşmesi	$v_3 > 0$	Kayma kalınlaşması
$e_3 = 0$	Doğrusal elastik	$v_3 = 0$	Doğrusal viskoz
$e_3 < 0$	Gerinim yumuşaması	$v_3 < 0$	Kayma incelmesi

Diğer harmonik dereceleri de enerji depolamış olabileceğinden dolayı elastik modülünün kullanılamayacağı belirtilmiştir. Bu sebeple Chebyshev katsayılarını kullanarak daha ileri bir değerlendirme yapılmış minimum gerinim (tanjant) modülü (G'_M) ve büyük gerinim (sekant) modülü (G'_L) tanımlanmıştır [41]:

$$G'_M \equiv \left. \frac{d\sigma}{d\gamma} \right|_{\gamma=0} = \sum_{n \text{ odd}} n G'_n = e_1 - 3e_3 + \dots \quad (2.11)$$

$$G'_L \equiv \left. \frac{\sigma}{\gamma} \right|_{\gamma=0} = \sum_{n \text{ odd}} G'_n (-1)^{n-1/2} = e_1 + e_3 + \dots \quad (2.12)$$

Bu parametreler Lissajous-Bowditch kurveleri çizilerek belirlenmiştir. Doğrusal bölgede $e_3/e_1 \ll 1$ olduğunda, elastik modül $G'_M = G'_L = G'_1 = G'(\omega)$ 'ya eşittir [49]. Bu sebeple G'_M değeri gerinim $\gamma = 0$ olduğu yerdeki tanjant modülü ve G'_L ise maksimum gerinimin sekant modülü olarak tanımlanmakta ve bu yolun elastik modülü belirlerken kullanılan yöntem olduğu belirtilmektedir [41].

Aynı şekilde minimum hız dinamik viskozite (η'_M) ve büyük hız dinamik viskozite (η'_L) değerleri de tanımlanmıştır ve doğrusal bölgede durum $\eta'_M = \eta'_L = \eta'_1 = \eta'(\omega)$ şeklindedir [41]:

$$\eta'_M \equiv \left. \frac{d\sigma}{d\dot{\gamma}} \right|_{\dot{\gamma}=0} = \frac{1}{\omega} \sum_{n \text{ odd}} n G''_n (-1)^{n-1/2} = v_1 - 3v_3 + \dots \quad (2.13)$$

$$\eta'_L \equiv \left. \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \right|_{\dot{\gamma}=0} = \frac{1}{\omega} \sum_{n \text{ odd}} G''_n = v_1 + v_3 + \dots \quad (2.14)$$

Bu yeni alternatif parametreler döngüler arası doğrusal olmayan davranışı göstermektedir. Örneğin $G'_L > G'_M$ durumu gözlemlendiğinde elde edilen cevap gerinim katılaşması olmaktadır. Bu bilgilerden yola çıkarak aşağıdaki oranlar tanımlanmıştır [41]:

$$S \equiv \frac{G'_L - G'_M}{G'_L} = \frac{4e_3 + \dots}{e_1 + e_3 + \dots} \quad (2.15)$$

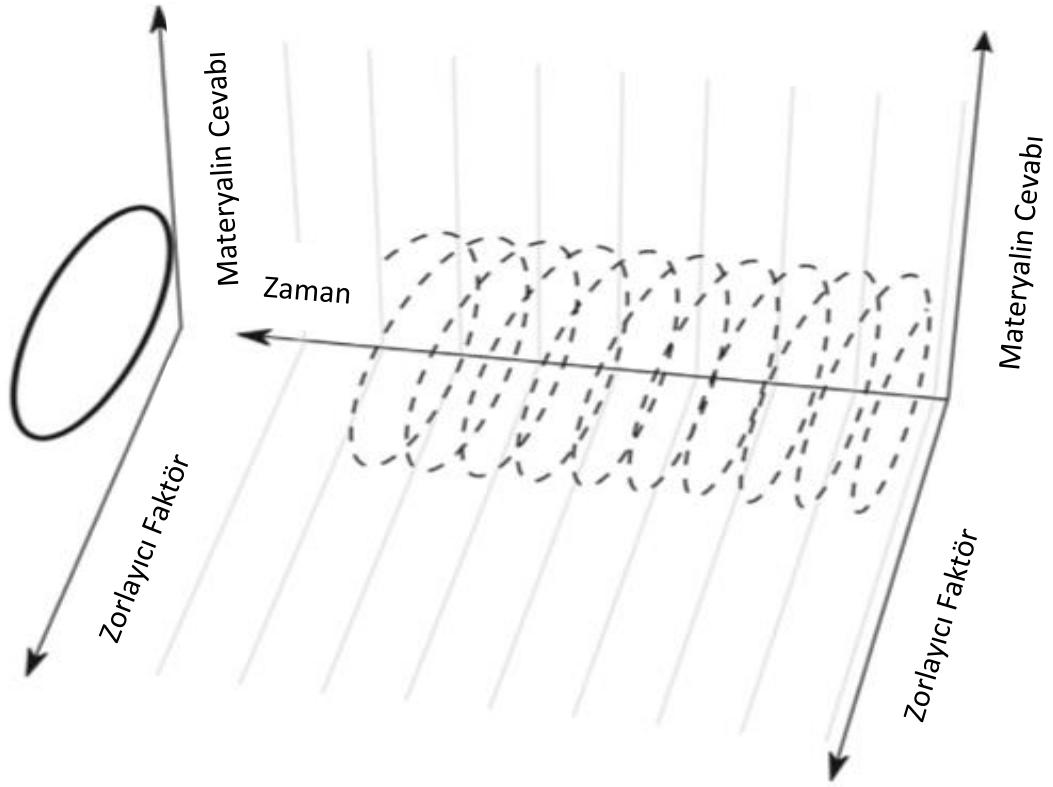
$$T \equiv \frac{\eta'_L - \eta'_M}{\eta'_L} = \frac{4v_3 + \dots}{v_1 + v_3 + \dots} \quad (2.16)$$

Çizelge 2.3 Gerinim-katılaşma oranı (S) ve kayma-kalınlaşması (T) oranının aldıkları değerlere göre reolojik davranışın belirlenmesi [41]

$S > 0$	Döngü içi gerinim katılaşması	$T > 0$	Döngü içi kayma kalınlaşması
$S = 0$	Doğrusal elastik cevap	$T = 0$	Doğrusal viskoz cevap
$S < 0$	Döngü içi gerinim yumuşaması	$T < 0$	Döngü içi kayma incelmesi

2.2.3 Lissajous-Bowditch Kurveleri

Durağan durumdaki periyodik stres cevabı $\sigma(t, \omega, \gamma_0)$, $\gamma(t)$ fonksiyonuna karşılık parametrik olarak çizildiğinde oluşan grafikler Lissajous-Bowditch kurveleri olarak adlandırılmaktadırlar ve genellikle LAOS testlerinden elde edilen ham verinin gösterilmesi için kullanılmaktadırlar [41]. Daha genel olarak, bu cevap, $\gamma(t)$ gerinim, $\dot{\gamma}(t)$ gerinim oranı ve $\sigma(t)$ gerilme dikgen koordinat eksenleri olmak üzere üç boyutlu koordinat sisteminde kapalı alan kurveleri ile gösterilebilmektedir. Ancak yaygın olarak çalışmalarda üç boyutlu koordinat sisteminin bir yansıması olan iki boyutlu gösterim kullanılmaktadır (Şekil 2.8) [50].



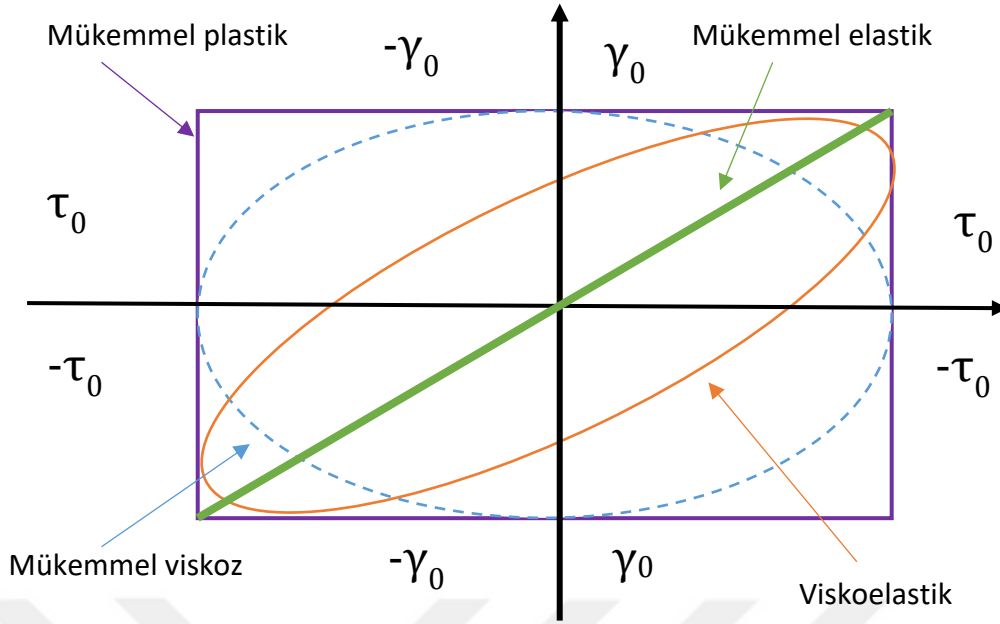
Şekil 2.8 Gerinim genliğinin Fourier spektrumu [45]

Lissajous-Bowditch kurvelerinin yorumlanması Şekil 2.9’da gösterilen ideal materyallerin davranışı kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Bu eğriler arasındaki geçişler yorumlanarak materyalin davranışının elastiklik ve viskozluk durumları belirlenmektedir.

Lissajous kurvelerinin bir başka analizi de eğrilerin alanları ile ilişkilendirilmektedir. Alan, malzeme tarafından dağıtılan enerji miktarı ile orantılıdır. Materyal tarafından dağıtılan enerji miktarını karşılaştırmak için bir dağılım katsayısı hesaplanmaktadır:

$$\varphi = \frac{E_d}{(E_d)_{pp}} = \frac{\oint \tau(\omega t) \cdot d\gamma(\omega t)}{4 \cdot \gamma_{max} \cdot \tau_{max}} \quad (2.17)$$

Belirtilen denklemde γ_{max} uygulanan gerinimin genliğini τ_{max} ise gerilimin en yüksek değerini göstermektedir. φ parametresinin konsepti Şekil 2.9’da gösterildiği gibidir. Denklemin integrali $\gamma(\omega t)$ ve $\tau(\omega t)$ faz düzleminde çizilmesi ile elde edilen Lissajous kurvesinin alanını ifade eder [45].



Şekil 2.9 İdeal maddelerin ideal davranışının Lissajous eğrileri şeklinde yorumlanması [45]

LAOS uygulamaları gıda endüstrisinde son zamanlarda yaygınlaştığı için bu tez çalışmasında LAOS verileri, materyale anlık uygulanan deformasyon sonrası materyalin kendini toparlamasını inceleyen 3ITT testi ile ilişkilendirilmiştir.

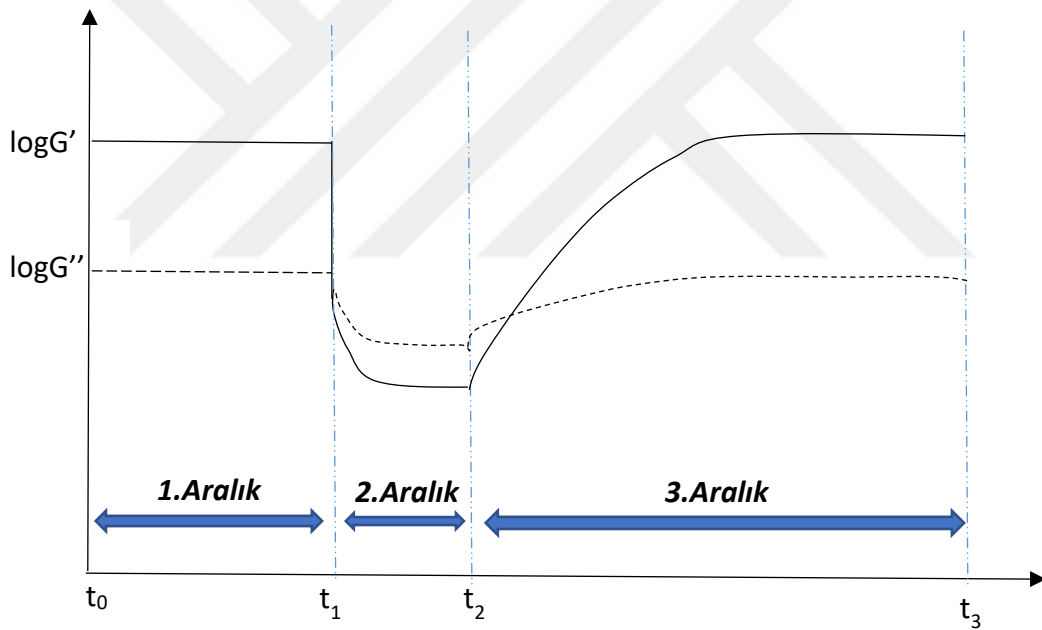
2.2.4 Üç aralıklı tiksotropi testi (3ITT)

Gıda reolojisinde, endüstriyel işleme uygulamaları sırasında gıda malzemelerindeki deformasyonu ve materyalin deformasyona verdiği tepkiyi ölçmek için bazı teknikler geliştirilmiştir. Bu deformasyonları ölçmenin en yaygın yolları, sabit kayma ve sürünme/geri kazanım testleri yapmaktır. Ayrıca üç aralıklı tiksotropi testinin (3ITT) pompalama ve işleme sırasında hızlı karıştırma gibi anlık kayma gerilmesi/kayma hızı deformasyonunun etkilerini simüle etmek için iyi bir araç olabileceği belirtilmiştir [51].

3ITT, bilinen bir frekans süpürme ve sürünme/geri kazanım testlerinden farklıdır, çünkü doğrusal olmayan viskoelastik bölgede anlık bir "kayma hızı/kayma gerilmesi" uygulanabilir ve LVER ve N-LVER'de deformasyon incelenebilir. Şekil 2.10'da gösterildiği gibi üç aralıktan oluşmaktadır ve 1.aralık referans, 2.aralık yüksek kayma ve 3.aralık ise rejenerasyon aralıkları olarak belirtilmektedir. İlk aralıkta kayma koşulları dinlenme halindedir; bu nedenle, LVER içerisinde düşük kayma değerleri uygulanır. Bu aralıkta

tamamen sabit G' ve G'' değerlerinin elde edilmesi amaçlanmaktadır. İkinci aralıkta, yüksek kayma koşulları N-LVER de gerçekleştirilir ve buradaki amaç, normalde işleme, tüketim, depolama, taşıma gibi herhangi bir aşamada meydana gelen yüksek deformasyon koşullarını simüle ederek gıda maddelerinin iç yapısını kırmaktır. Üçüncü aralıkta, birinci bölgede uygulanan aynı düşük kayma koşulları yapının yenilenmesini, toparlanmasını gözlemleyebilmek için LVER'de tekrar uygulanır. Nihai amaç, uygulanan deformasyon sonrası malzemenin kendisini toparlayabilmesinin gözlemlenmesidir [51].

Yılmaz vd. [52], farklı hidrasyon sıcaklıklarının gamin reolojik özelliklerine etkisini inceledikleri çalışmalarında durağan, dinamik kayma ve 3ITT testlerini kullanmışlardır. 3ITT testinin anlık kayma gerilmesi/kayma hızı deformasyonunu ve yapısal rejenerasyon kinetiğini belirlemek için kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

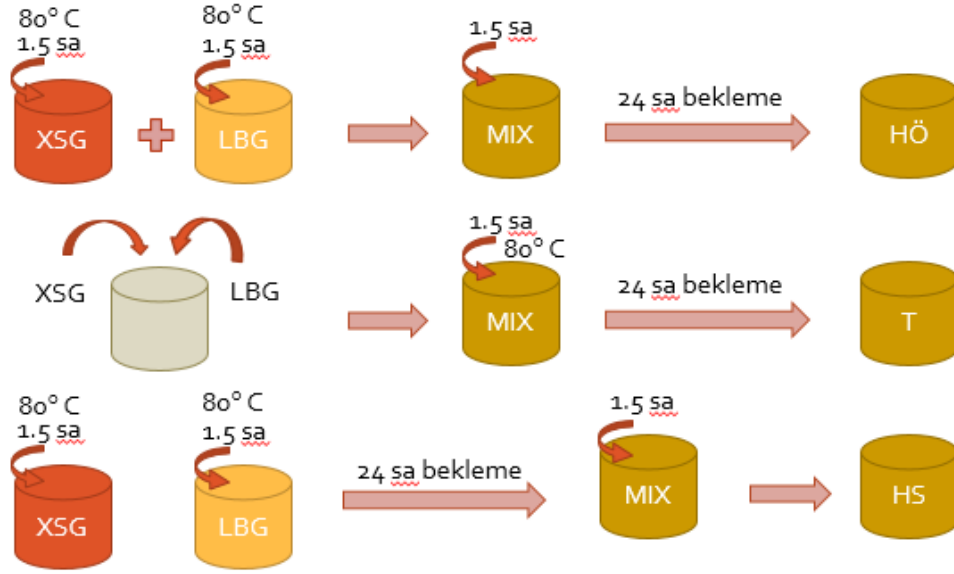


Şekil 2.10 Üç aralıklı tiksotropi testinin şematik gösterimi [51]

Bu tez çalışmasında LAOS testinin detaylı incelenmesi ve bu testin 3ITT testi ile aralarında bağlantı kurulması amaçlanmıştır.

3.1 Materyal

Ksantan ve keçi boynuzu gamları yerel bir gıda işletmesinden temin edilmiştir. Literatürde yapılan çalışmalardan yola çıkılarak gamlar yaklaşık 80 °C sıcaklıkta manyetik karıştırıcılı ısıtıcıda 1,5 saat boyunca karıştırılarak su içerisinde çözündürülmüştür [33]. Karışım örnekleri hidrasyon öncesi, hidrasyon sonrası ve toz karışım olmak üzere 3 farklı şekilde hazırlanmıştır. Hidrasyon öncesi için öncelikle %0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonlarda ksantan gam ve keçi boynuzu gamı stok çözeltileri hazırlanmıştır. Tam çözünme sağlandıktan sonra son çözeltide oranlar Çizelge 3.1’ de belirtildiği gibi olacak şekilde 2:3 oranında yaklaşık 30 dakika boyunca karıştırılmış ve 24 saat boyunca hidrasyona bırakılmıştır (HÖ). Hidrasyon sonrası (HS) için ise stok çözeltiler 24 saat boyunca bekletilmiş, sonrasında karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca toz halde tartım yapılarak toz karışımdan da bir solüsyon hazırlanmıştır (T).



Şekil 3.1 Çözeltilerin hazırlanma aşamaları

Şekil 3.1' de görüldüğü üzere HÖ çözeltisi için öncelikle XSG ve LBG çözeltileri ayrı ayrı 1.5 sa boyunca 80 °C'de karıştırılarak hazırlanmış ve daha sonra bu çözeltilerden 3:2 oranında alınarak başka bir beherde 1.5 sa karıştırma yapılmıştır. Bu çözelti 24 sa bekletilmiş ve HÖ örneği elde edilmiştir. HS örneğinde ise çözeltiler ayrı ayrı hazırlandıktan sonra 24 sa bekletilmiş ve 3:2 oranında karıştırma bu süre sonunda gerçekleştirilmiştir.

T örneği için ise XSG ve LBG toz halde 3:2 oranında alınmış ve suyla 1.5 sa boyunca 80 °C'de karıştırılmıştır. Daha sonra bu çözelti 24 sa dinlenmeye bırakılmış ve T örneği elde edilmiştir.

Çizelge 3.1 Hazırlanan çözeltilerin konsantrasyonları ve isimlendirilmesi

Hidrokolloid	Ksantan Gum	Locust Bean Gum	İsimlendirme
1	%0	%0.1	0.1LBG
2	%0.04	%0.06	0.1HÖ 0.1HS 0.1T
3	%0.1	%0	0.1XSG
4	%0	%0.3	0.3LBG
5	%0.12	%0.18	0.3HÖ 0.3HS 0.3T
6	%0.3	%0	0.3XSG
7	%0	%0.5	0.5LBG
8	%0.2	%0.3	0.5HÖ 0.5HS 0.5T
9	%0.5	%0	0.5XSG

3.2 Doğrusal Olmayan Bölgedeki Reolojik Analizler

Doğrusal olmayan bölgedeki reolojik ölçümler hava-yataklı reometre (Anton Paar, MCR-302, Avusturya) ve RheoCompass LAOS (Large Amplitude Oscillatory Shear) modülü ile 50 mm'lik paralel plaka kullanılarak 1 mm boşluk aralığında 25°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. 10 rad/s frekansta %0.005 ile %200 arası değerlerde deformasyon uygulanarak G' (depo modülü) ve G'' (kayıp modülü) değerleri elde edilmiştir. Lissajous eğrileri Origin Pro (ver.2018) bilgisayar programı kullanılarak çizdirilmiştir.

e_3/e_1 ve v_3/v_1 değerleri denklem 2.9 ve 2.10, S ve T değerleri ise denklem 2.15, 2.16 kullanılarak hesaplanmıştır.

3.3 3ITT Analizleri

Ölçümler hava-yataklı reometre (Anton Paar, MCR-302, Avusturya) (Şekil 3.1) ve RheoCompass modülü ile 50mm'lik paralel plaka kullanılarak 1 mm boşluk aralığında 25°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiş ve denklem 2.18 de belirtildiği gibi G_{30} son G' ve G_i başlangıç G' değerleri olacak şekilde % geri kazanım değerleri hesaplanmıştır [51].

Hidrasyonun etkisi gözlemlenmek amaçlandığından HÖ ve HS örnekleri kullanılmış ve birinci ve üçüncü bölgede uygulanan deformasyon linear viskoelastik bölge içerisinde seçilmiş (%5) ikinci bölgede uygulanan deformasyon değeri ise LAOS analizlerindeki değerlere göre (%10, %50, %100 ve %500) belirlenmiştir.

$$\%Geri\ kazanım = \frac{G_{30}}{G_i} \times 100 \quad (2.18)$$



Şekil 3.2 Reometre Cihazı (Anton Paar MCR-302)

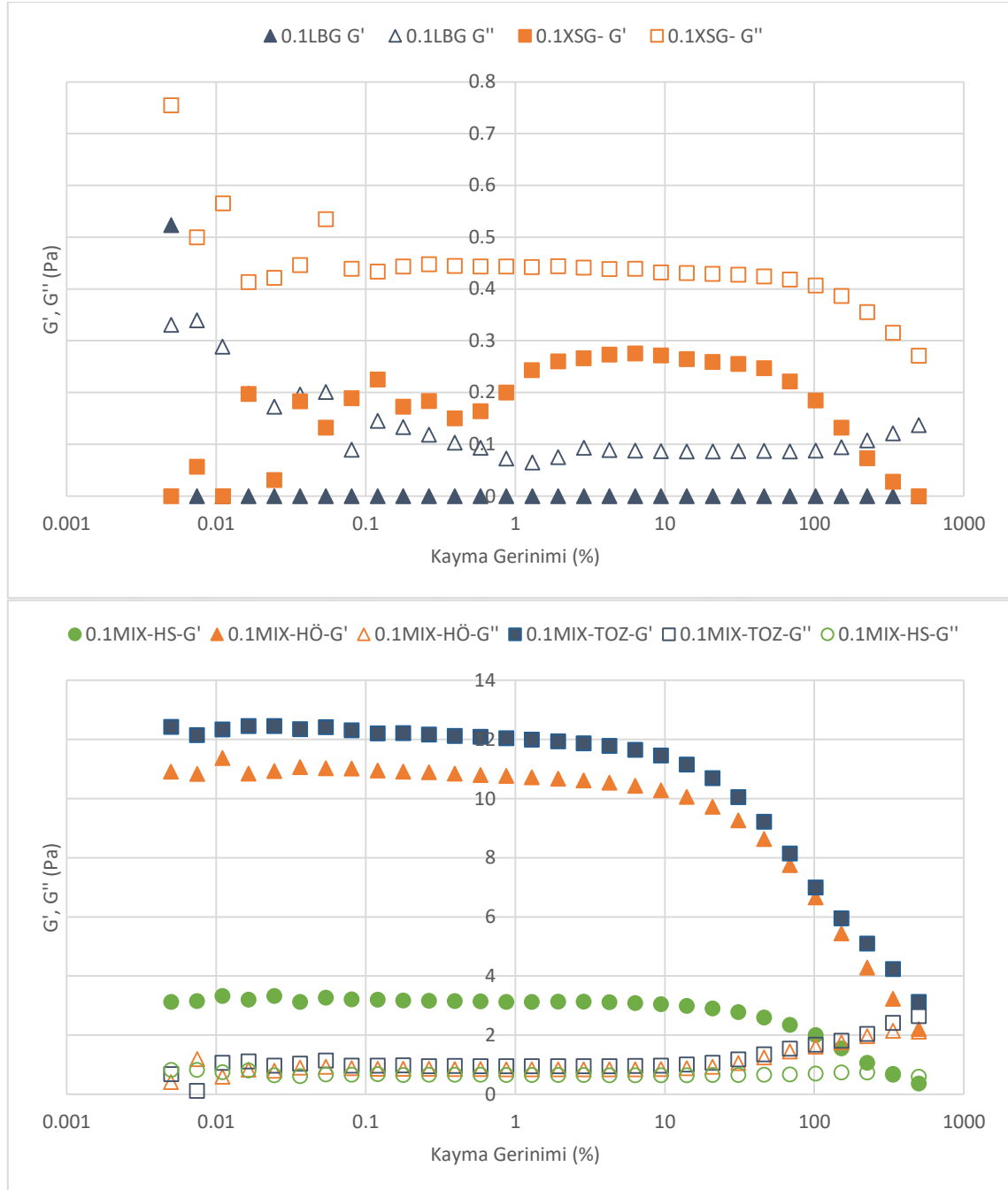
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1 G' , G'' eğrilerinin incelenmesi

Oluşturulan çözeltilerin davranışlarının incelenmesi farklı parametrelerle gerçekleştirilecektir. Bu kısımda öncelikle G' ve G'' parametrelerinin değişimi incelenecektir. Şekil 4.1'de görülebileceği gibi %0.1 konsantrasyon için en yüksek G' değerine toz karışımın (T) ve hemen arkasından hidrasyon öncesi karışımın (HÖ) geldiği görülmektedir. Diğer çözeltilerin G' değerleri ve özellikle de hidrasyon sonrası karışımın (HS) bu iki çözeltiliye göre oldukça düşük G' değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir ve bu bilgiden yola çıkarak hidrasyon metodunun çözeltinin elastikiyetini etkileyen önemli bir parametre olduğu söylenebilmektedir. Ayrıca tek başına LBG ve XSG çözeltileri ile elde edilen G' değerlerinin karışımlara göre çok daha düşük kaldığı gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin ise sinerjistik etki sayesinde örneklerde çok daha yüksek elastikiyet elde edilebilmedi.

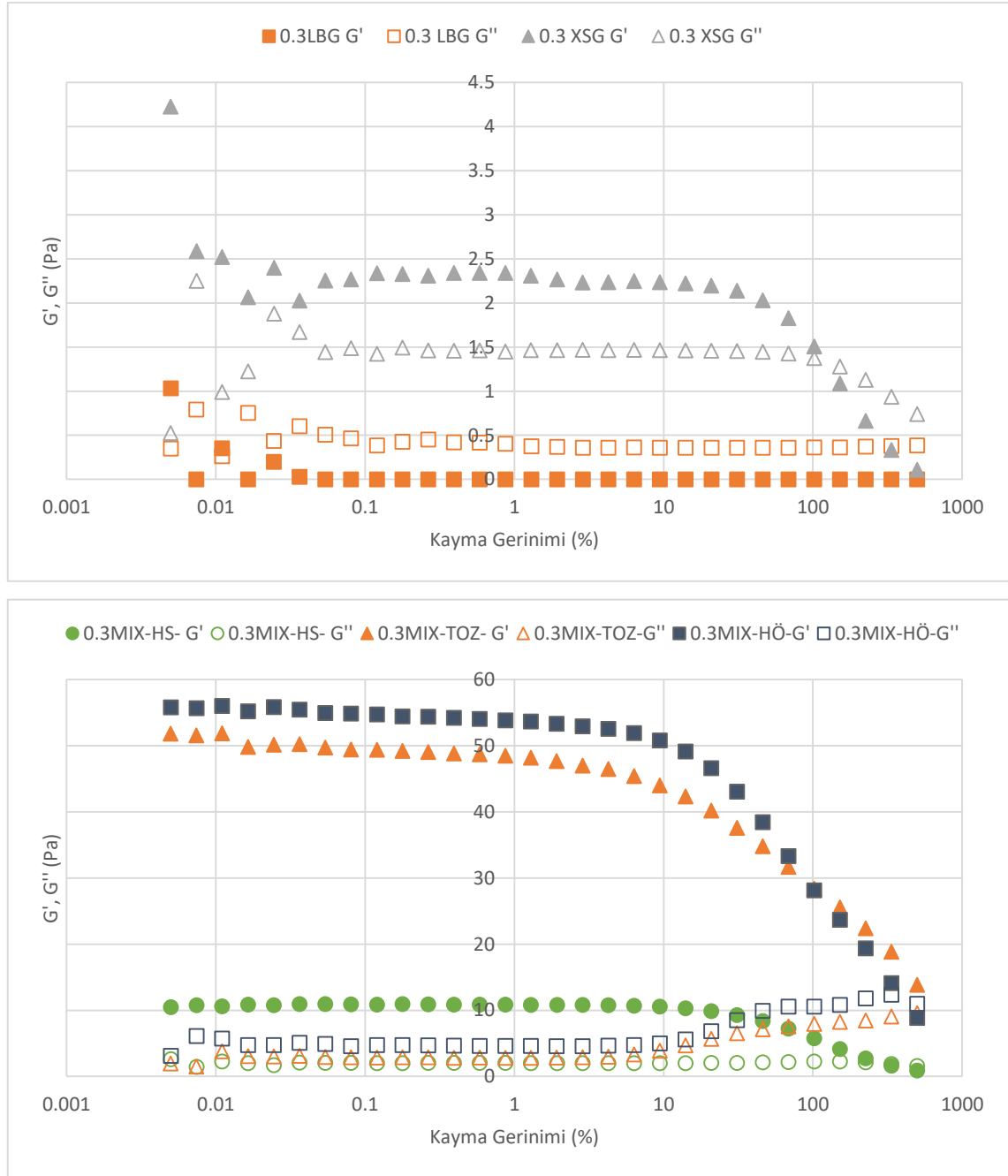
%0.1 konsantrasyon için taranan gerinim değerleri için genel olarak tüm karışım çözeltilerde G' değerlerinin G'' değerlerinden yüksek olduğu, LBG ve XSG için ise bu durumun tam tersi olduğu gözlemlenmiştir. Yüksek gerinim değerlerine ilerledikçe G' değerlerinin azalarak G'' değerlerine yaklaştığı gözlemlenmiştir. Bu durum yapının enerji depolama kabiliyetini kaybetmeye başladığını göstermektedir. Ayrıca bu davranışın yukarıda daha önce belirtilen zayıf gerinim aşmasına uyduğu söylenebilir. Copetti vd. [36] XSG ve LBG'nin sinerjistik jelleşmesini inceledikleri çalışmada 25 °C'de sürekli kayma altında, saf LBG'nin kayma ile incelmeye davranışı ile makromoleküler bir çözeltinin akış özelliklerini gösterdiğini belirtmişlerdir. Ayrıca düşük kayma hızlarında Newtonian

bölgede özellik gösterdiğini XSG ve tüm LBG ve XSG gam karma sistemlerinin reolojik davranışının ise tipik zayıf-jel özellikte olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmada, karma sistemlerdeki viskozite değerlerinin, artan XSG konsantrasyonu ile düzenli bir şekilde artmadığı, ancak sinerjistik etkinin en düşük XSG oranında bile viskozitede önemli bir artışa neden olduğu belirtilmiştir.



Şekil 4.1 %0.1 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G' , G'' eğrileri

Şekil 4.2’de görülebileceği gibi %0.3 konsantrasyona çıkıldığında ise XSG solüsyonu için $G' > G''$ durumunun gözlemlendiği ancak LBG solüsyonunda $G'' > G'$ durumunun devam ettiği gözlemlenmiştir. Bu bilgiden yola çıkarak konsantrasyon artışıyla XSG’nin elastik bileşeninin viskoz bileşenine baskın geldiği ve iki konsantrasyonda da artan gerinim ile azalan G' ve onu baskılayan G'' değerlerine sahip olduğundan zayıf gerinim aşmasına (Tip 3) benzer davranış gösterdiği söylenebilir.



Şekil 4.2 %0.3 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G', G'' eğrileri

Elde edilen sonuçlar literatürle paralellik göstermiş ve bu çalışmada da gözlemlendiği gibi ksantan gamin davranışının LAOS Tip 3 davranışa sahip olduğu bildirilmiştir [42]. Tong vd.[4], jellan gamin LAOS özelliklerini inceledikleri çalışmada jellan gamin LAOS Tip 3 davranışa sahip olduğu ve bu davranışın artan konsantrasyonla belirginleştiği belirtilmiştir. Sonuç olarak, %0.1 konsantrasyonda görünmeyen Tip 3 davranışın konsantrasyon artışına bağlı olarak belirginleştiği söylenebilir.

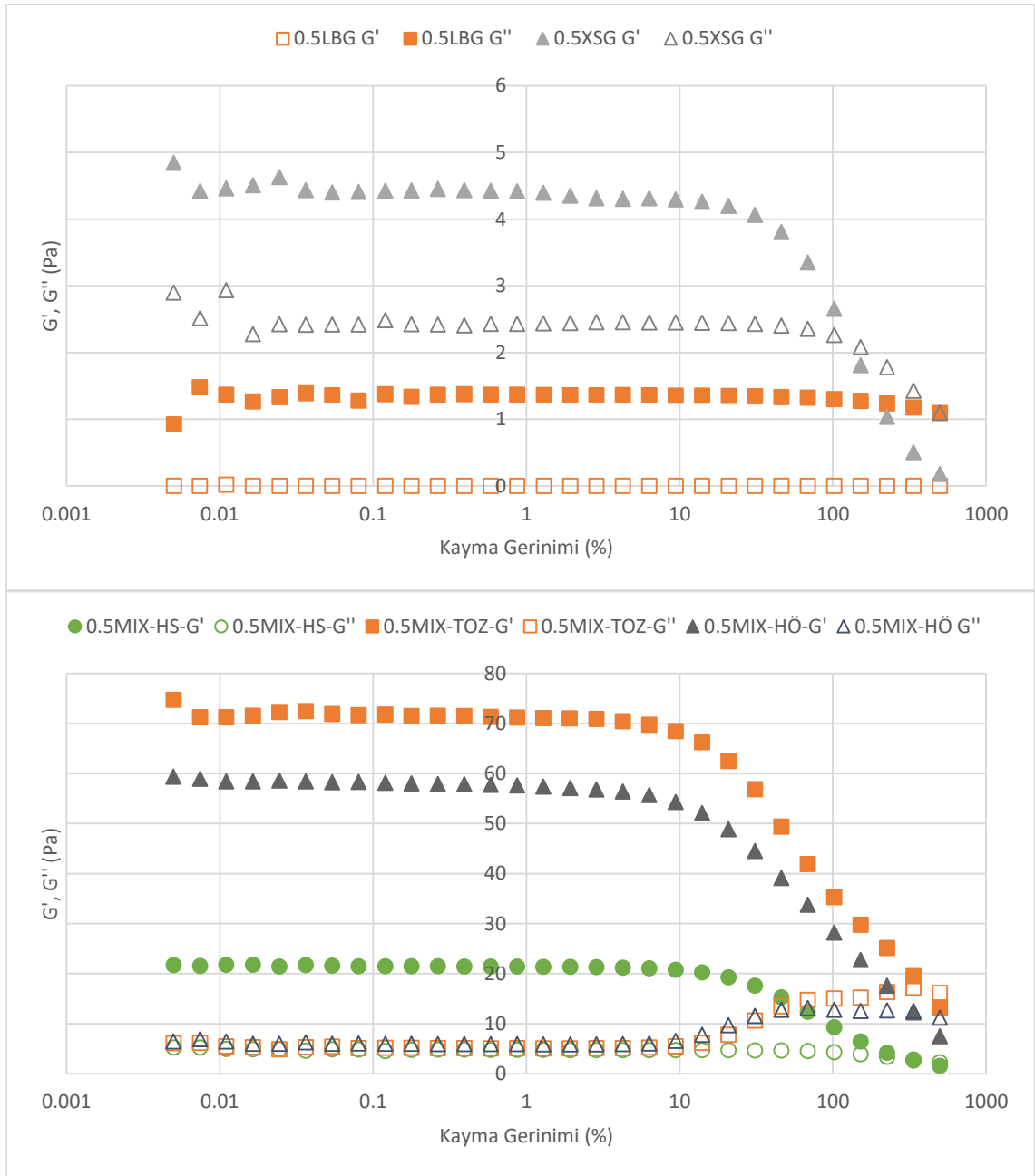
Karışım çözeltilerde ise $G' > G''$ olmak üzere, en yüksek G' değeri HÖ ve onu takiben T çözeltilerinde görülmüştür. %0.1 konsantrasyon değerlerinde de olduğu gibi artan gerinim değerleri ile birlikte G' azalırken, G'' artarak birbirlerine yaklaşmaktadırlar.

%0.5 konsantrasyon için ise XSG solüsyonunda G' ile G'' arasındaki fark açılmış, LBG solüsyonu için ise $G'' > G'$ durumunun devam ettiği ancak G'' değerinin %0.3 konsantrasyona göre arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.3). Bu sonuçlara paralel olarak Higiro vd.[27], XSG ve LBG ile bunların karışımlarının reolojik davranışlarını inceledikleri çalışmalarında LBG çözeltisinin elastik bileşeninin sıfıra yakın seyrederken aynı konsantrasyonda XSG çözeltisinin 10 mPa.s değerlerinde elastik bileşene sahip olduğunu bildirmişlerdir.

Karışımlarda T solüsyonunun tekrar HÖ solüsyonundan daha yüksek G' değerine sahip olduğu ve genel olarak G' ve G'' değerlerinin konsantrasyon artışına bağlı olarak en yüksek değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

Konsantrasyon artışına bağlı olarak karışım çözeltilerinin LVER'nin ~%0.87'lerden %1.92 değerlerine yükseldiği gözlemlenmektedir. Duvarcı vd.[49], artan LVER'nin mayonez için ara yüzeyi birarada tutan yüzey aktif materyaller tarafından oluşan arayüzey kuvvetleri ile protein segmentleri arasındaki çekimlerden kaynaklanan daha elastik ve esnek bir yapının göstergesi olduğu belirtilmiştir. Bu bilgiden yola çıkarak bu artışın LBG ve XSG karışımları için artan ara yüzey kuvvetlerinin bir sonucu olduğu söylenebilir.

Verilerin daha detaylı incelenmesi ancak Fourier dönüşüm reolojisi ve Lissajous eğrileri ile gerçekleştirilebilmektedir.

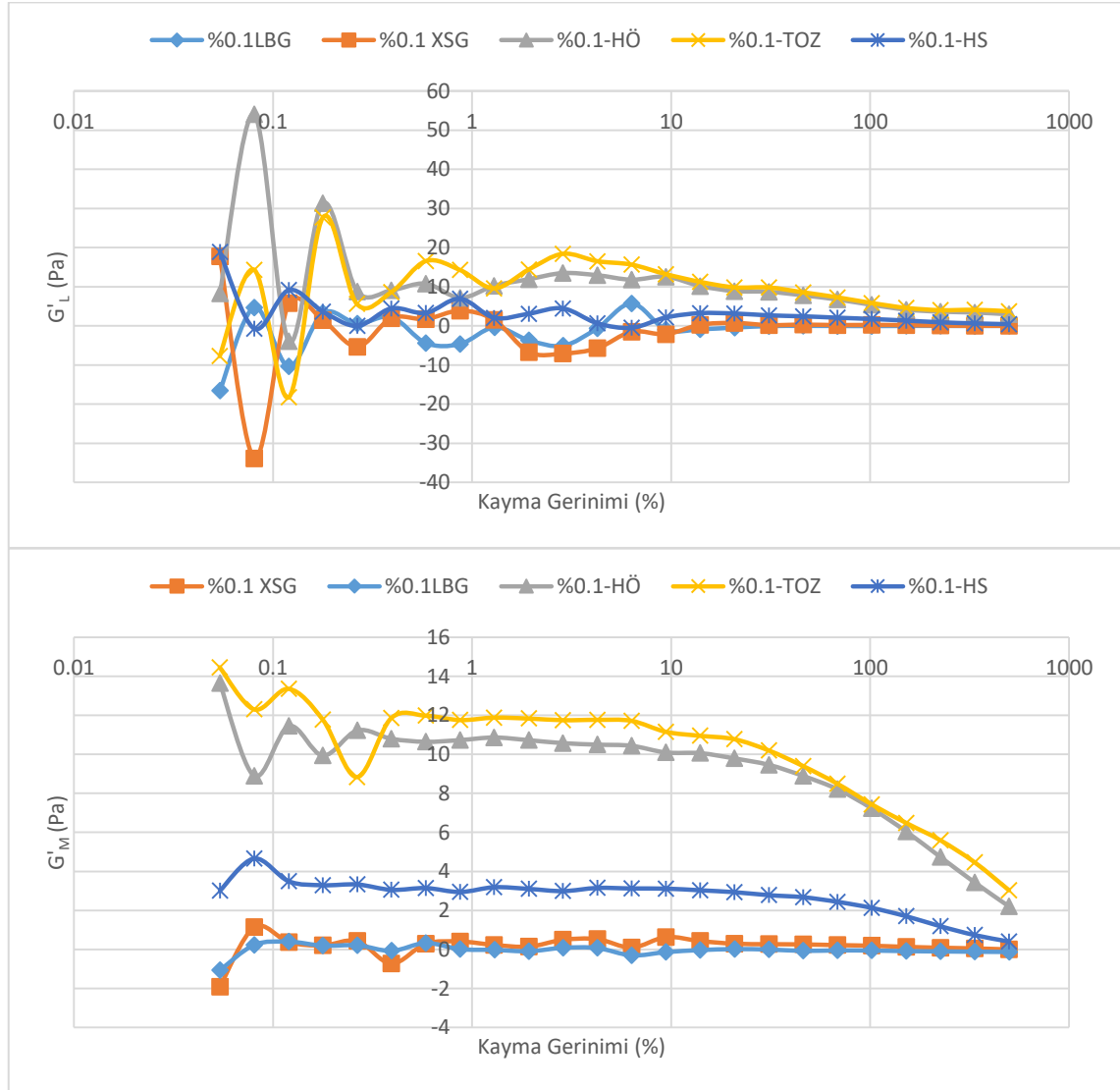


Şekil 4.3 %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G' , G'' eğrileri

4.2. Fourier Transform Reolojisi

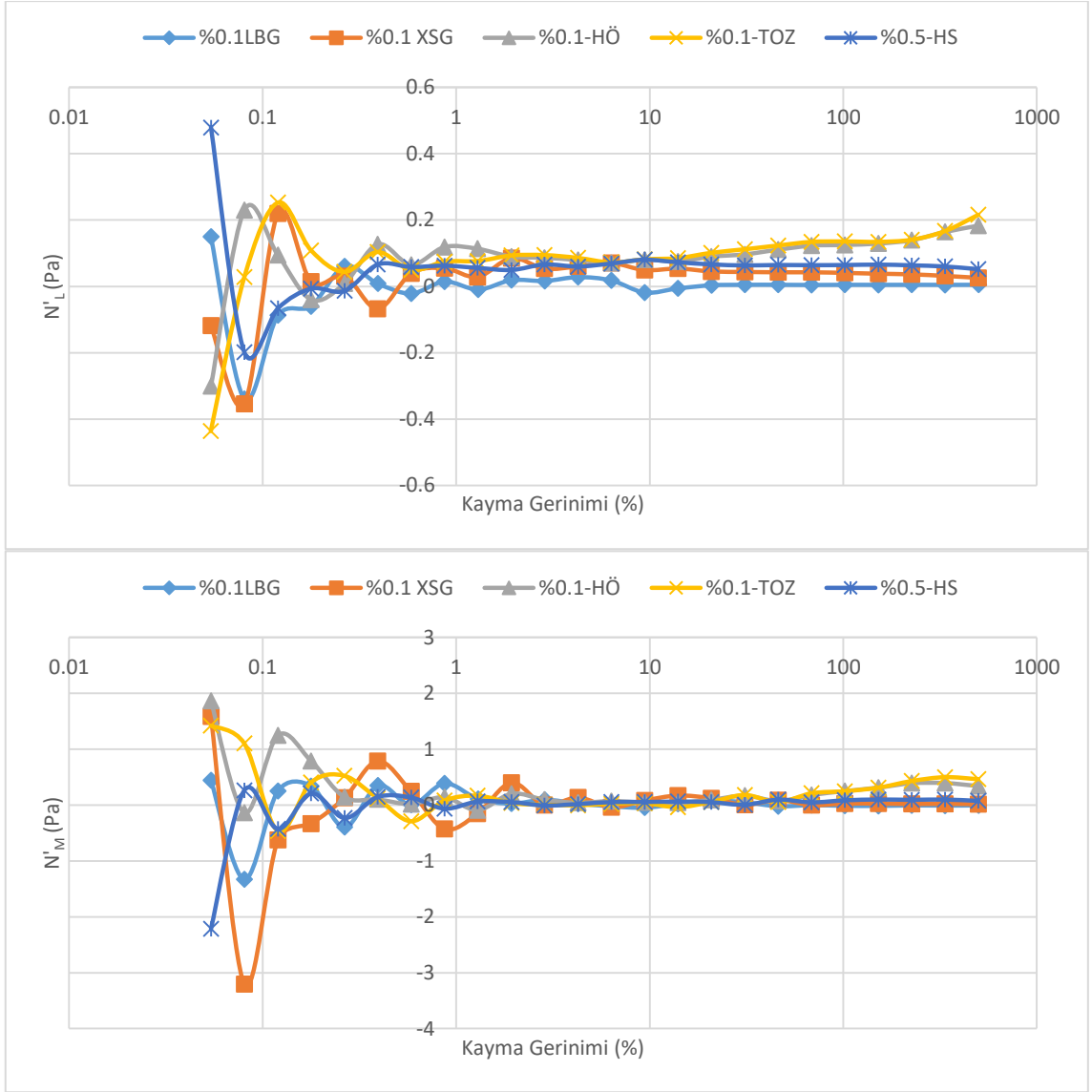
Doğrusal bölgede birbirine eşit olan G'_M , G'_L ve G' değerlerinin doğrusal olmayan bölgede farklılaşmaya başladığı gözlemlenmiştir. %0.1 konsantrasyon için gerinime karşı yüksek gerinim modülü (G'_L) ve düşük gerinim modülü (G'_M) incelendiğinde düşük gerinim modülü (G'_M) değerleri G' değerleri ile paralellik göstermiştir ve bu durum su molekülleri

ile etkileşim halindeki gamın elastikliği ile mikroyapının doğrusal olmayan bölgede kısmen de olsa korunabilmesi olarak açıklanabilmektedir (Şekil 4.4).



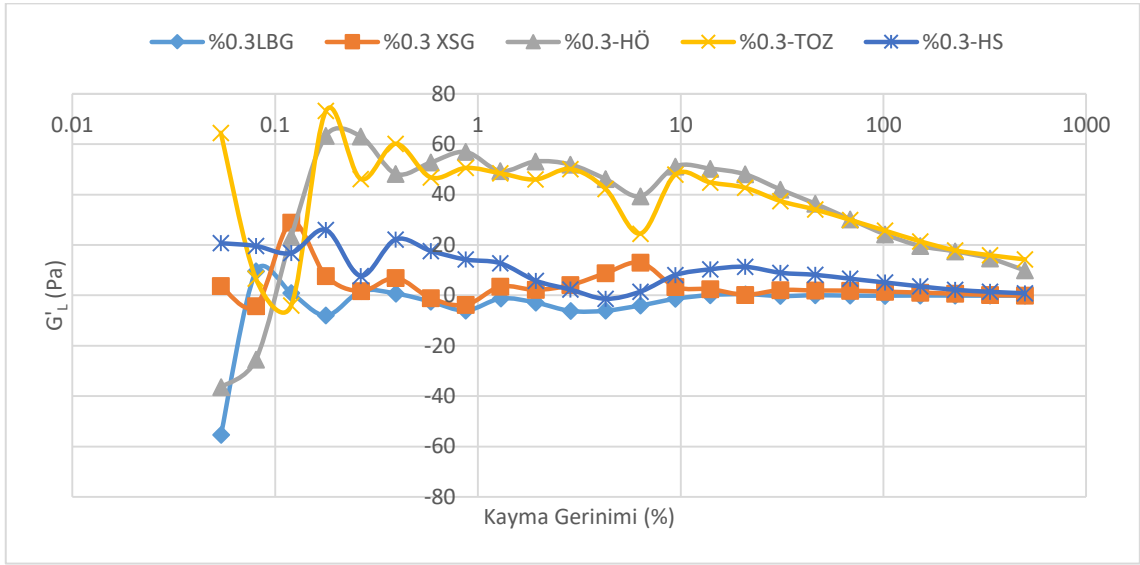
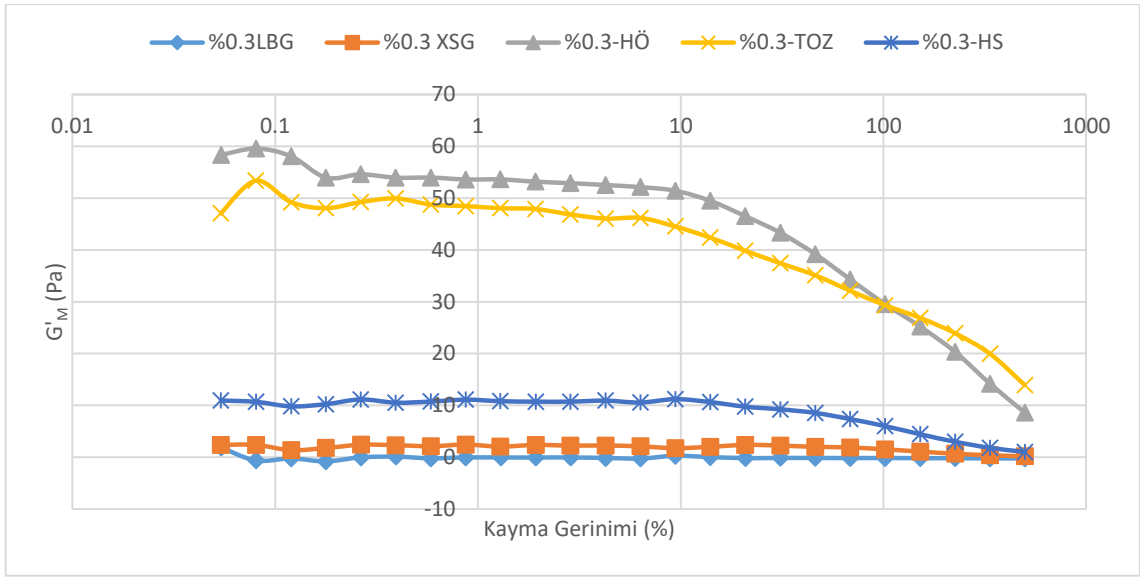
Şekil 4.4 %0.1 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G'_L , G'_M eğrileri

Düşük gerinim değerlerinde gürültüler gözlemlense de aynı konsantrasyon için yüksek gerinim hızı viskozitesi (η'_L) ve düşük gerinim hızı viskozitesi (η'_M) incelendiğinde elastikiyet bileşeninde yüksek gerinimlerde gözlemlenen düşüş, η'_L grafiğinde küçük bir artış olarak gözlemlenmiştir. η'_M grafiğinde belirgin bir fark gözlemlenmemiştir (Şekil 4.5).

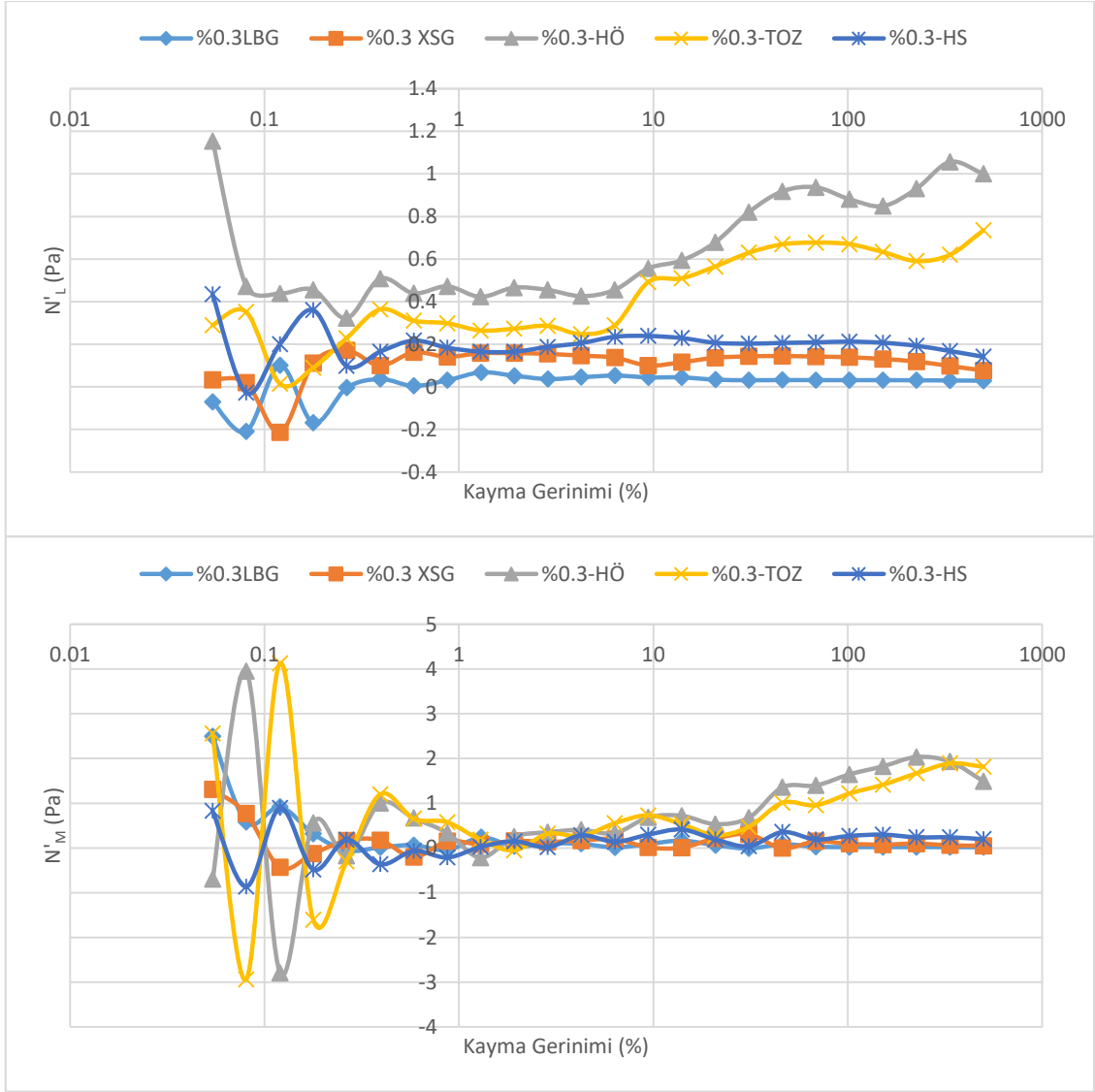


Şekil 4.5 %0.1 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının η'_L , η'_M eğrileri

Konsantrasyonun artmasıyla G'_M ve G'_L değerlerinde artan gerinim değerleri ile birlikte bir artış gözlemlenmiştir (Şekil 4.6). Bu değerlerde G'_M modülü G' ile benzer davranış göstermiştir. G'_M ve G'_L değerleri özellikle %10 değerinden sonra azalma göstermiş ve %100 gerinim sonrası T örneği HÖ örneğinden yüksek değerler almıştır. Bu davranış %0.3 konsantrasyon için T'nin yüksek deformasyonlarda elastikiyeti az da olsa daha iyi koruması olarak değerlendirilebilmektedir.

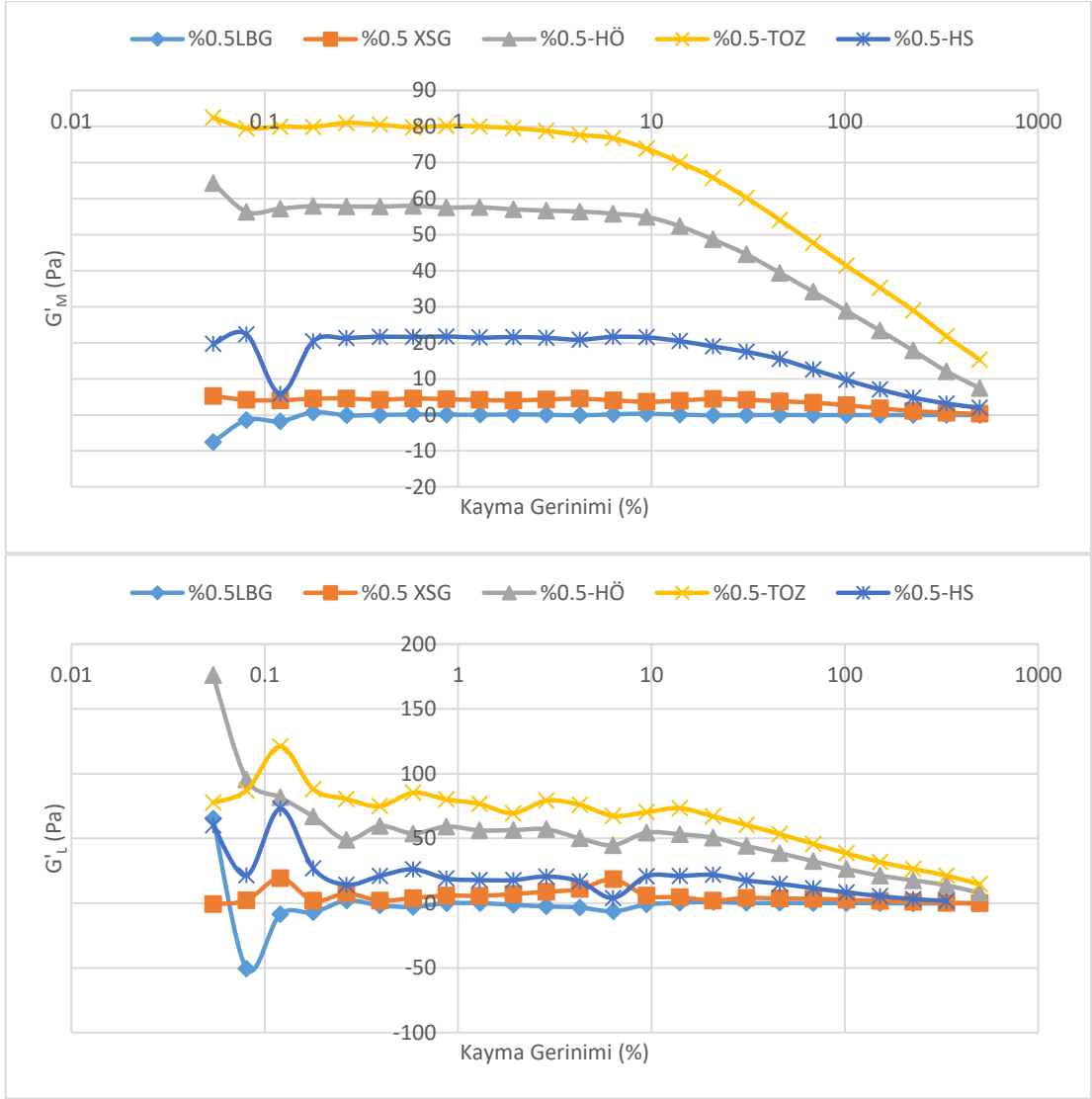


Şekil 4.6 %0.3 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen G'_L , G'_M eğrileri



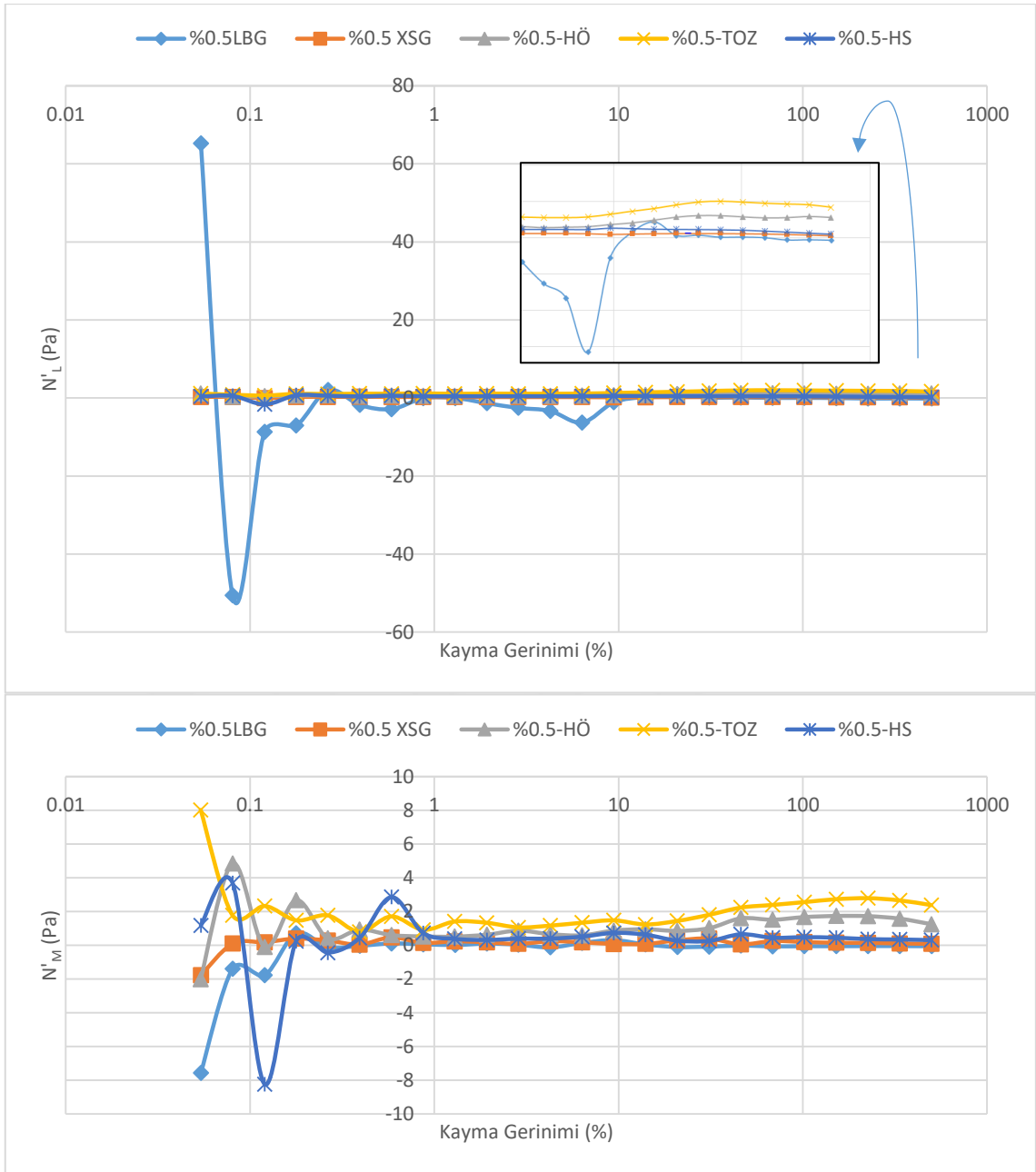
Şekil 4.7 %0.3 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının η'_L , η'_M eğrileri

%0.3 konsantrasyon için η'_L , η'_M değerleri G'_M ve G'_L değerleri ile paralellik göstermişler (Şekil 4.7), HÖ örneğinin η'_L değeri %10 kayma gerinimi değeri sonrasında ani bir artış göstermiş ve %100 gerinim sonrasında azalmayı takip eden bir artışla en yüksek değerlerine ulaşmıştır. HÖ örneği η'_L değeri için T örneğinden daha yüksek değerler almıştır bu sebeple Şekil 4.6'da gözlemlenen elastikiyetin daha çok azalmasının viskoz bileşenin daha baskın olmasından kaynaklandığı düşünülebilir.



Şekil 4.8 %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının G'_L , G'_M eğrileri

%0.5 konsantrasyon için de G'_M modülü G' ile benzer davranış göstermiştir (Şekil 4.8) ve özellikle η'_L değerinde örnekler arasında fark gözlemlenmemiştir. Bunun sebebinin konsantrasyonun artması ile elastik bileşenin çok daha baskın olması olduğu düşünülmektedir. Ayrıca deformasyon arttıkça elastikliğin azaldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.9 %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının η'_L , η'_M eğrileri

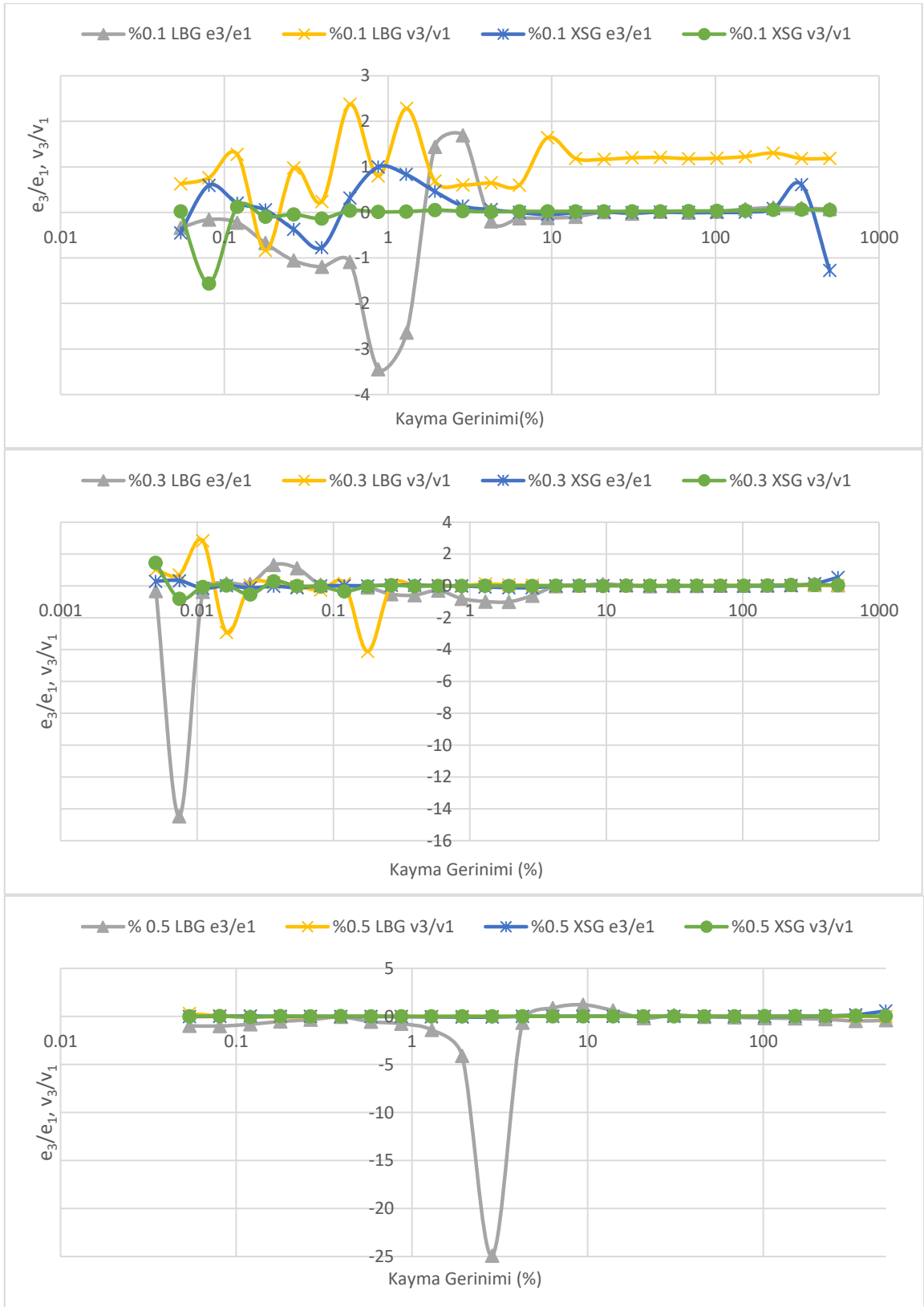
Chebyshev katsayılarının ve kalınlaşma-katılaşma oranlarının incelenmesi

e_3/e_1 ve v_3/v_1 değerleri doğrusal olmayan bölgedeki yüksek dereceli harmoniklerin fiziksel olarak yorumlanmasını sağlamaktadır. Şekil 4.10 farklı konsantrasyonlardaki XSG ve LBG için ve Şekil 4.11 ise farklı konsantrasyonlarda farklı yöntemlerle hazırlanmış XSG ve LBG karışımları için gerinime karşı e_3/e_1 ve v_3/v_1 değerlerini göstermektedir.

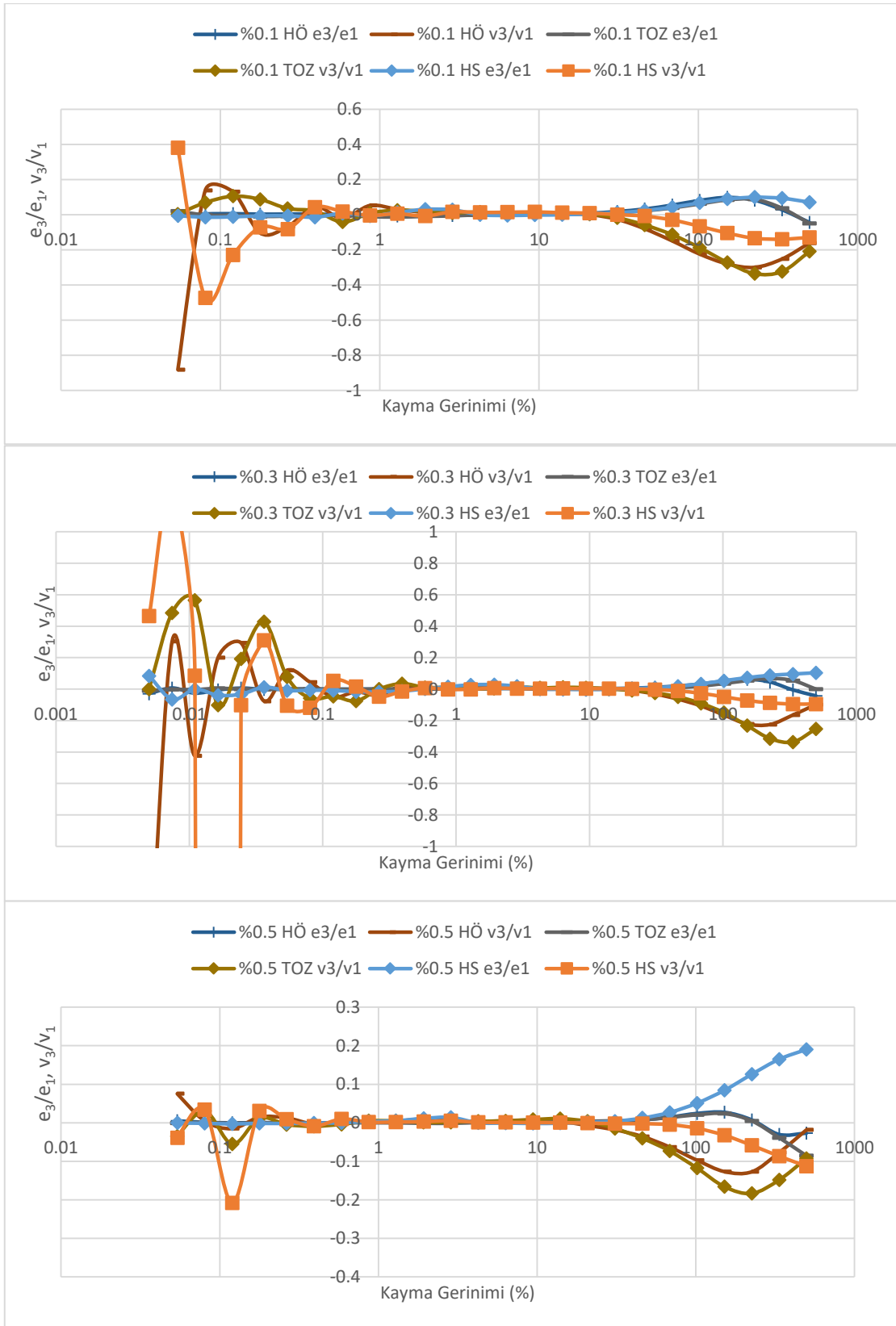
Yüksek konsantrasyonlarda LBG ve XSG için önemli bir fark gözlemlenmemiştir. XSG'nin e_3/e_1 değerinin genel olarak pozitif ve LBG'nin negatif değerlerde ilerlediği bu sebeple XSG gerinim sertleşmesi gösterirken, LBG'nin gerinim yumuşaması davranışı gösterdiği gözlemlenmiştir. %0.1 konsantrasyon için ise LBG'nin viskoz özelliğinin baskın ve pozitif değerlerde olduğu dolayısı ile kayma kalınlaşması davranışı gösterdiği, XSG'nin ise düşük gerinim değerlerinde pozitif e_3/e_1 değerleri gösterdiği gerinim arttıkça e_3/e_1 ve v_3/v_1 değerlerinin birbirine yaklaştığı görülmektedir.

Biyopolimerlerden dolgulu lastiklere kadar çok sayıda materyalin, salınım reolojisinde gerinme taraması sırasında yüksek gerinim değerlerinde gerinim yumuşaması davranışı sergilediği ancak, doğrusal olmayan elastik yanıtı bakıldığında tek bir salınım döngüsü içinde analiz edilirse (Lissajous eğrisi tek döngüyü ifade eder), bu sistemlerin sıklıkla gerinim katılaşması gösterdiği yapılan çalışmalarla bildirilmiştir. Mermet-Guyennet vd. [53], yaptıkları çalışma sonucunda bildirilen gerinim katılaşmasının, LAOS analizinde teğet bir modül kullanılmasına bağlı olduğu ve genel reolojinin gerinim yumuşamasına devam ettiği sonucuna varmışlardır.

Karışım çözeltilere bakıldığında ise %20.8 gerinim değeri üzerinde e_3/e_1 değerlerinin artmaya, v_3/v_1 değerlerinin de azalmaya başladığı gözlemlenmiştir. %0.1 konsantrasyon için tüm örneklerde $e_3/e_1 > 0$ ve $v_3/v_1 < 0$ olduğundan, gerinim sertleşmesi ve kayma incilmesi davranışı göstermektedir. %0.3 konsantrasyon için belirgin bir fark gözlemlenmemiş ancak %0.5 konsantrasyonda HS örneğinde diğer örneklerde gözlemlenenin dışında e_3/e_1 değerinde artış ve v_3/v_1 değerinde ise bir azalma gözlemlenmiştir.



Şekil 4.10 %0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonda hazırlanmış LBG ve XSG çözeltileri için elde edilen gam karışımlarının e_3/e_1 , v_3/v_1 eğrileri

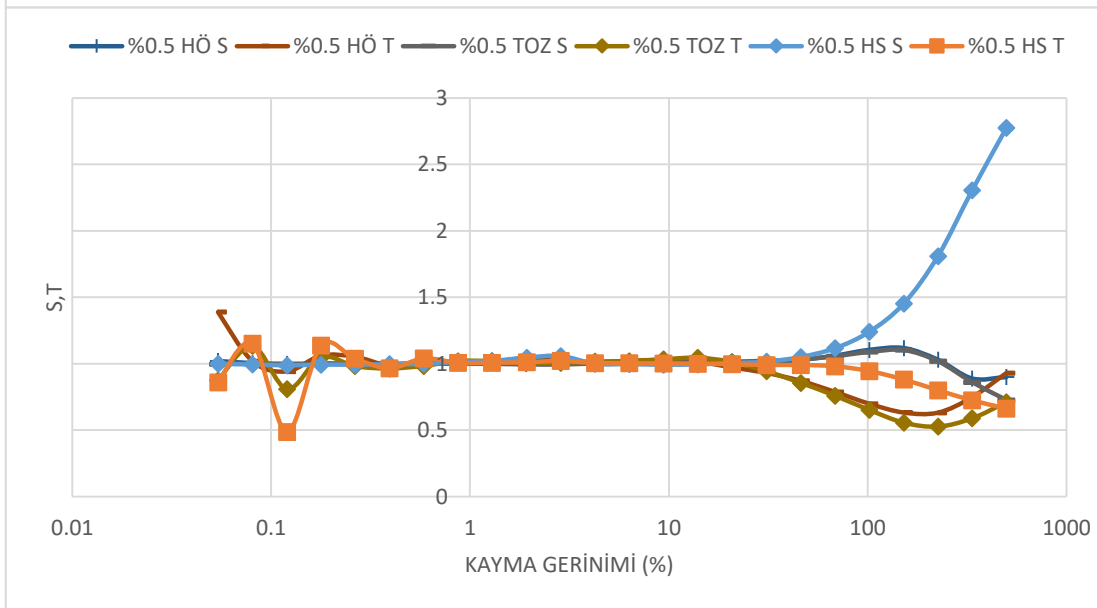
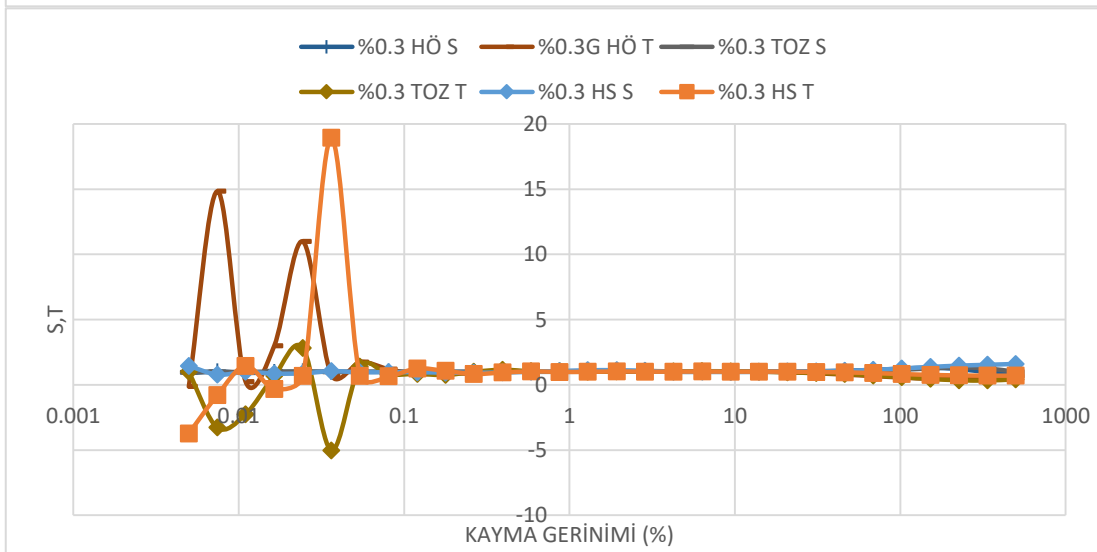
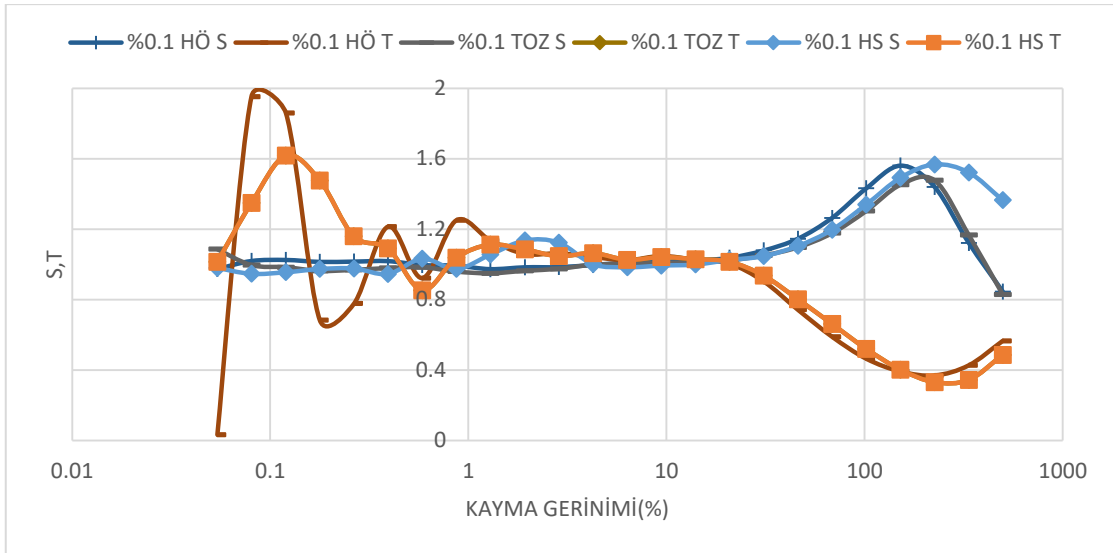


Şekil 4.11 %0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının e_3/e_1 , v_3/v_1 eğrileri

Gerinime karşı çizilen S (gerinim katılaşması oranı) ve T (kayma kalınlaşması oranı) parametreleri, lineer olmayan viskoelastik yanıtta yüksek harmoniklerin etkisini hesaba katarak, döngü içi elastik ve viskoz olmayan doğrusallıkları değerlendirmek için kullanılmaktadır.

Hazırlama yöntemine göre %0.1 konsantrasyon için elde edilen S ve T eğrilerine bakıldığında %5 ve üzeri gerinim değerleri için benzer davranışlar gözlemlenmiştir (Şekil 4.12). %5 ile %20 gerinim değerleri arasında yaklaşık olarak aynı değerlerde iken %20 gerinim değeri sonrasında S değeri artış gösterirken, T değeri azalmaya başlamıştır. Buradan yola çıkarak bu gerinim değeri üzerinde çözeltilerin gerinim katılaşması davranışını gösterdiği ancak S değeri %230 gerinim sonrası yapının geri dönülemez şekilde bozulması sebebiyle azalmaya başlamıştır. Bu durumun sebebinin gerinim arttıkça yapının daha fazla etkiye maruz kalarak üzerine uygulanan kuvveti yapıda enerji olarak depolayamaması ve bu sebeple elastikeyetin de bir göstergesi olan S değerinin belli bir noktaya kadar artış göstermesi ancak yapının kırıldığı noktada azalmaya başlaması olduğu düşünülmektedir.

%0.3 konsantrasyon için S ve T değerleri %50 gerinim değerine kadar farklılık göstermemiş ve S ve T değerleri 0'a yakın düşük değerler almıştır. Bu sebeple bu gerinim değerine kadar davranışın mükemmel viskoza yakın olduğu bu değerden sonra ise S değerinin artmasıyla reolojik davranışın gerinim katılaşmasına doğru ilerlediği gözlemlenmiştir. %0.5 konsantrasyona bakıldığında ise bu davranış HS örneğinde yaklaşık %50 gerinim sonrası çok daha net bir şekilde belirlenmiştir. Genel olarak S ve T değerleri konsantrasyon artışı ile artmış ve HÖ ve T örnekleri benzer davranış göstermiştir. Bu durumun HS örneğinde XSG ve LBG arasındaki etkileşimin diğer iki örneğe kıyasla daha az olması ve bu sebeple özellikle yüksek gerinim değerlerinde yapının daha fazla bozulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.12 %0.1, %0.3 ve %0.5 konsantrasyonda farklı çözelti hazırlama yöntemlerine göre elde edilen gam karışımlarının S,T eğrileri



Şekil 4.13 %0.1,%0.3 ve %0.5 konsantrasyonda hazırlanmış LBG ve XSG çözeltileri için elde edilen S,T eğrileri

Şekil 4.13'te görüldüğü gibi XSG ve LBG için S ve T değerleri arasında özellikle konsantrasyon artışına bağlı olarak bir fark gözlemlenmemiştir. XSG için LVER içerisinde olan %5'ten küçük gerinim değerlerinde S parametresi negatif değerler alırken, bu değer sonrası pozitif değerler almaya başlamıştır. Bu sonuç literatür ile paralellik göstermektedir. Carmona vd. [54], ksantan gamin doğrusal ve doğrusal olmayan bölgelerdeki davranışını inceledikleri çalışmada, kritik gerinim değeri üzerindeki gerinimlerde, hem elastik hem de viskoz tepkiler için iki davranış gözlemlenmiştir. LVR'ye daha yakın olan gerinimlerde, S gerinim yumuşaması davranışını gösteren negatif değerler aldığı, daha büyük gerinim değerlerinde S parametresinin işaretinin negatiften pozitif değerlere geçmesiyle davranışın gerinim yumuşamasından gerinim katılaşmasına geçiş gösterdiği bildirilmiştir. Ayrıca XSG konsantrasyonunun ise doğrusal olmayan elastik yanıt üzerinde önemli bir etkisinin de gözlemlenmediği söylenmiştir.

Daha detaylı inceleme Lissajous-Bowditch kurveleri ile gerçekleştirilecektir.

4.3 Lissajous-Bowditch Kurveler

4.3.1 Doğrusal olmayan bölgedeki elastik davranışın incelemesi

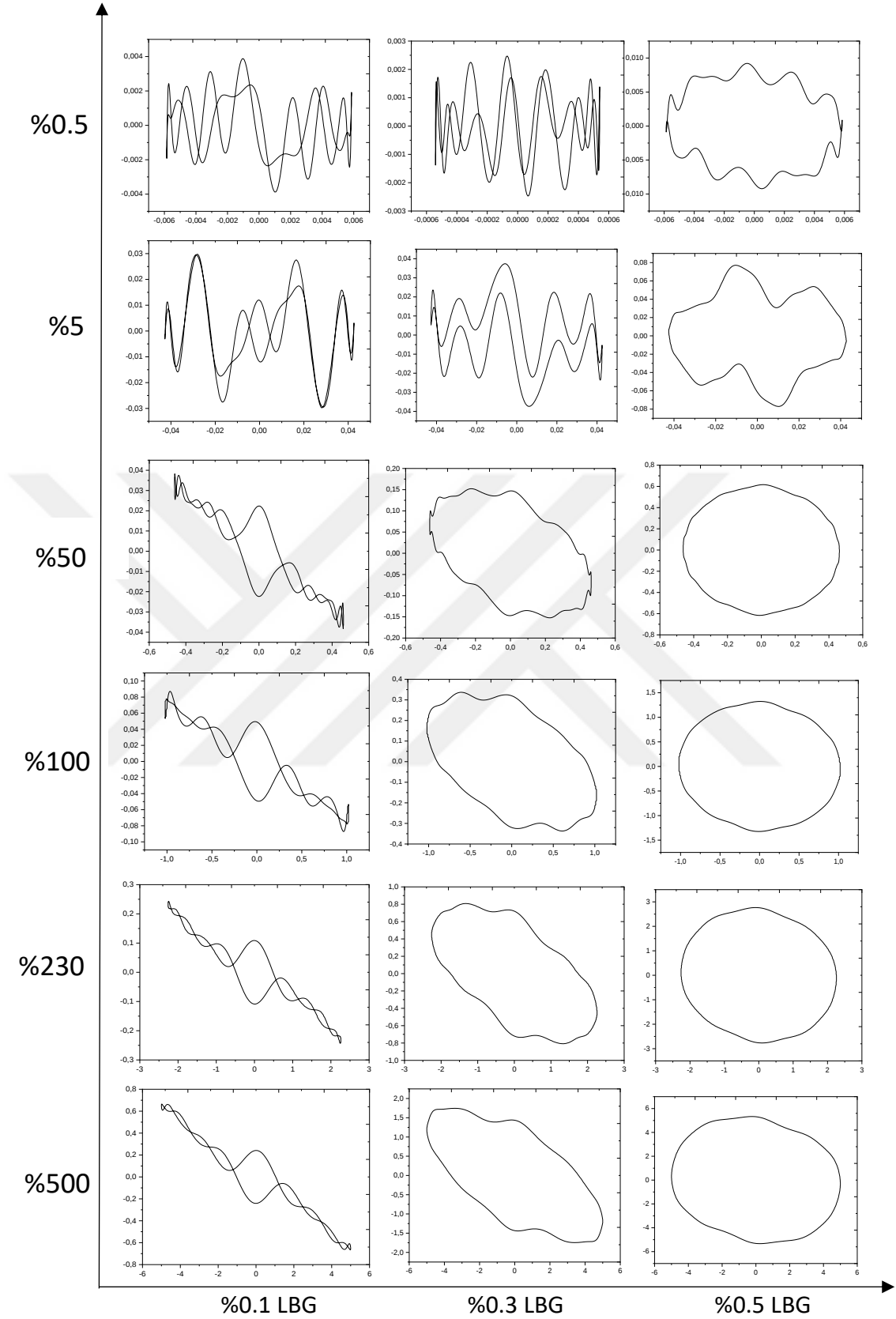
LBG'e ait elastik Lissajous kurveleri incelendiğinde düşük gerinim değerlerinde ve düşük konsantrasyonlarda gürültünün fazla olduğu gözlemlenmiştir. Özellikle %0.1 konsantrasyon için LBG elastik özellik göstermemiş ve Şekil 4.14 'de görüldüğü gibi konsantrasyon arttıkça her bir gerinim değeri için kurvelerin şeklinin daireselleştiği görülmüştür.

XSG'e ait elastik Lissajous eğrileri incelendiğinde ise (Şekil 4.15) düşük konsantrasyon ve gerinim değerlerinde gürültünün fazla olduğu ve gerinim değerleri arttıkça eğrilerin elipsten yuvarlağa dönüştüğü gözlemlenmiştir. Mükemmel elips şeklinin yapının tamamen geri kazanabilirliğini gösterdiği belirtildiğinden [55], yapının geri kazanımının yüksek gerinim değerlerinde daha az olduğu sonucuna ulaşılabilmektedir. Tarama testleri ile belirlenen LVER bitiş noktası ile karşılaştırıldığında aslında bu değerden çok daha yukarıda olan %100 gerinim değerlerinde çok düzgün elipsler elde edilmiştir. Artan gerinim değerleri ile birlikte eğriler elipsten dairesel eğriye doğru ilerlemiştir.

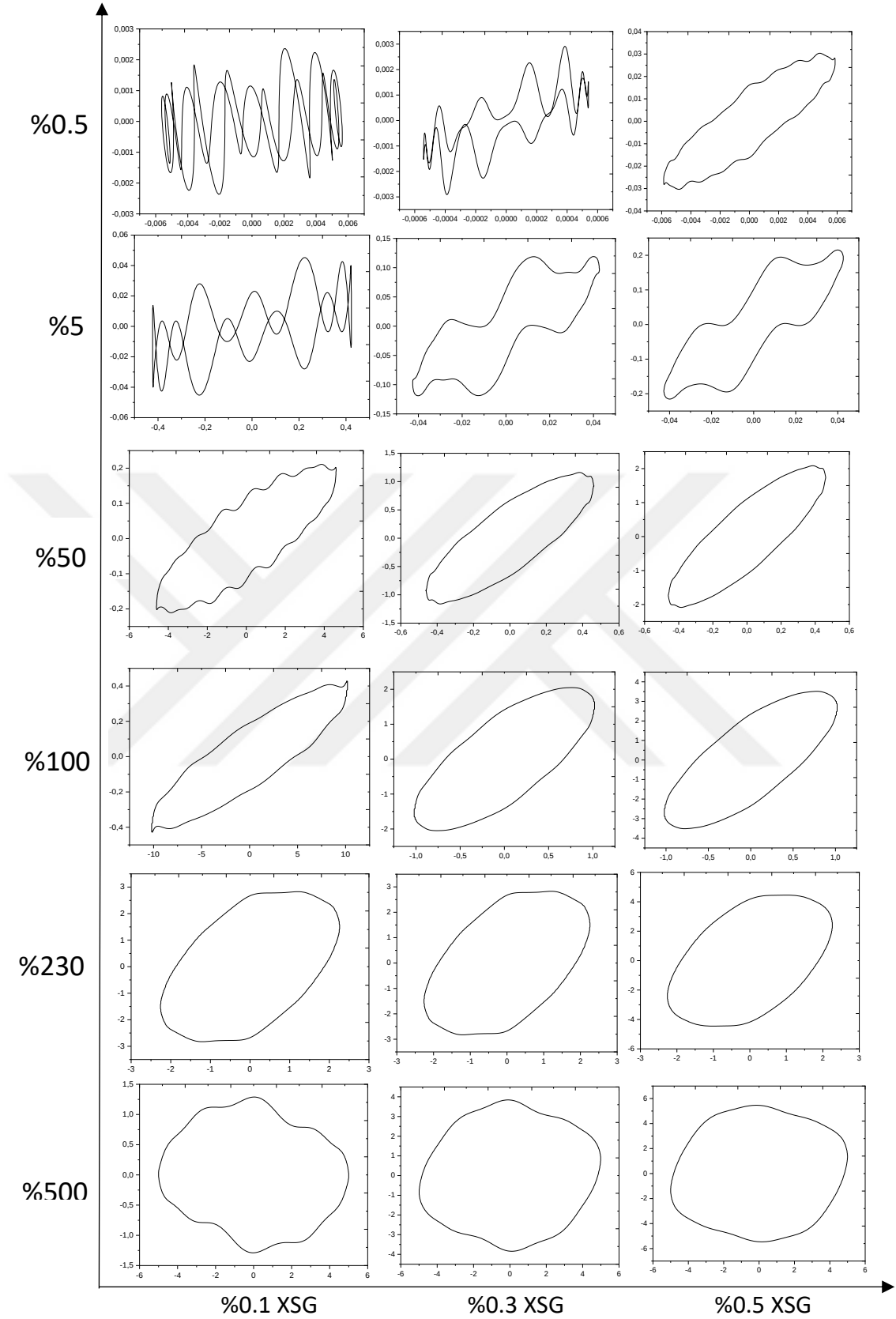
Buradan yüksek gerinim deęerlerinde gamın elastik yapısının bozulmaya başladığı söylenebilmektedir.

XSG ve LBG için konsantrasyonun etkisine bakıldığında ise iki çözelti için de konsantrasyon arttıkça düşük gerinimlerdeki gürültünün azaldığı ve daha elastik bir yapının elde edildiğı görölmektedir.

Eęrilere genel olarak bakıldığında, XSG ve LBG çözeltilerinin yönelimlerinin farklı tarafa doğru gerçekleştiğı gözlemlenmiştir. Farklı yönlerle olan bu yönelim karışım çözeltilerde XSG yönünde ilerlemiştir. XSG ve LBG arasında gerçekleşen sinerjistik etkinin düşük konsantrasyonlarda LBG, yüksek konsantrasyonlarda ise daha çok XSG ile ilgili olduğu belirtildiğinden [56], bu yönelimin sinerji ile ilgili olabileceğı düşünölmekte ve buradan yola çıkılarak farklı yönelimlerdeki gamların karıştırılmasından sinerjistik etki elde edilebileceğı hipotezi öne sürölebilmektedir. Literatürde bunu kanıtlayabilecek benzer başka çalışmaya rastlanmamıştır. Ptazsek [45], çalışmasında yumurta akı köpüğüne hem pektin hem de XSG'nin eklenmesinin Lissajous figürlerinin elips benzeri bir şekli benimsemesine neden olduğunu ve pektin ile XSG'nin sinerjik etkisininin açıkça göröldüğünü bildirmiştir.



Şekil 4.14 Farklı konsantrasyonlardaki LBG çözeltilerinin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenı gerinim, y eksenı ise gerilimi göstermektedir)

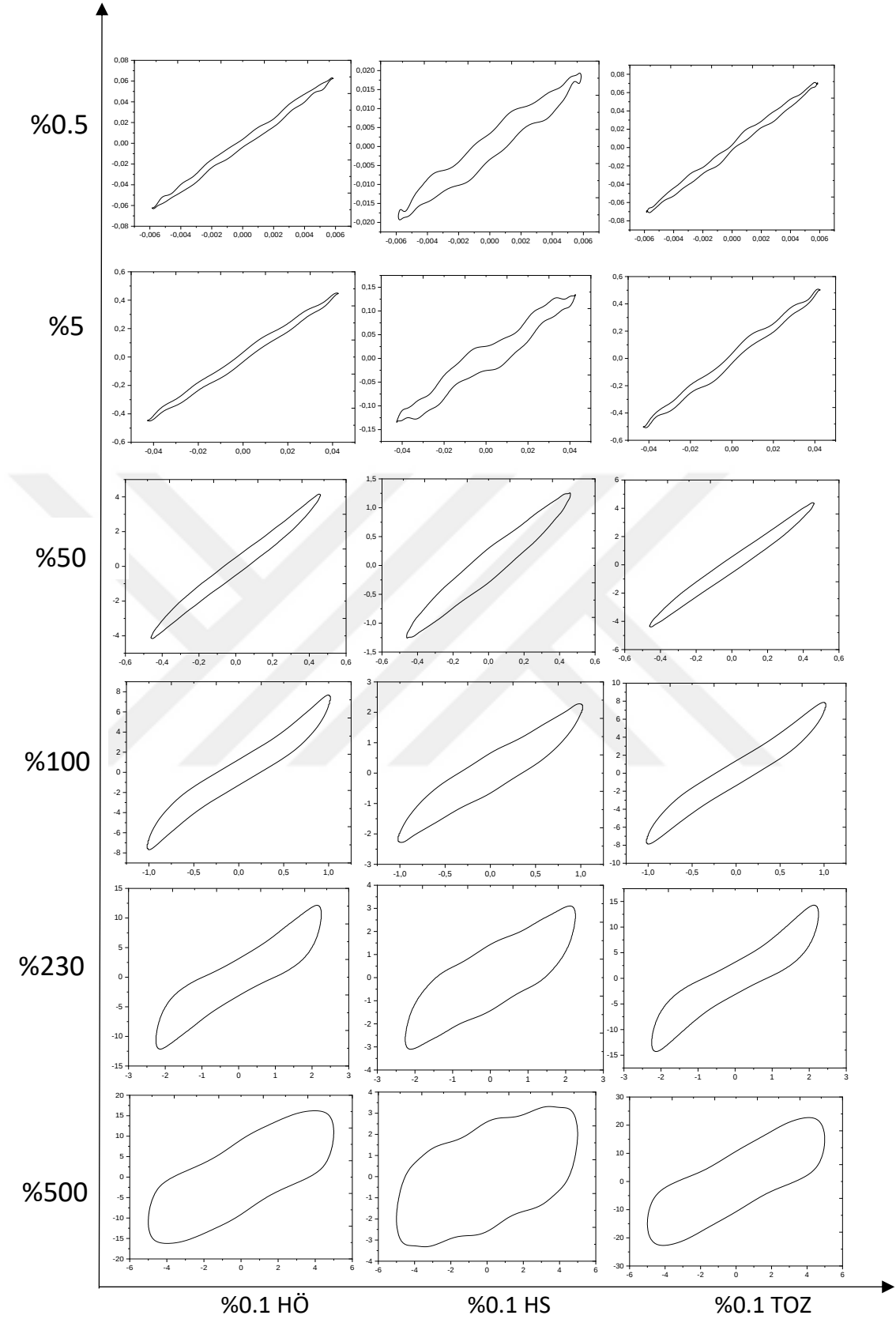


Şekil 4.15 Farklı konsantrasyonlardaki XSG çözeltilerinin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenı gerinim, y eksenı ise gerilimi göstermektedir)

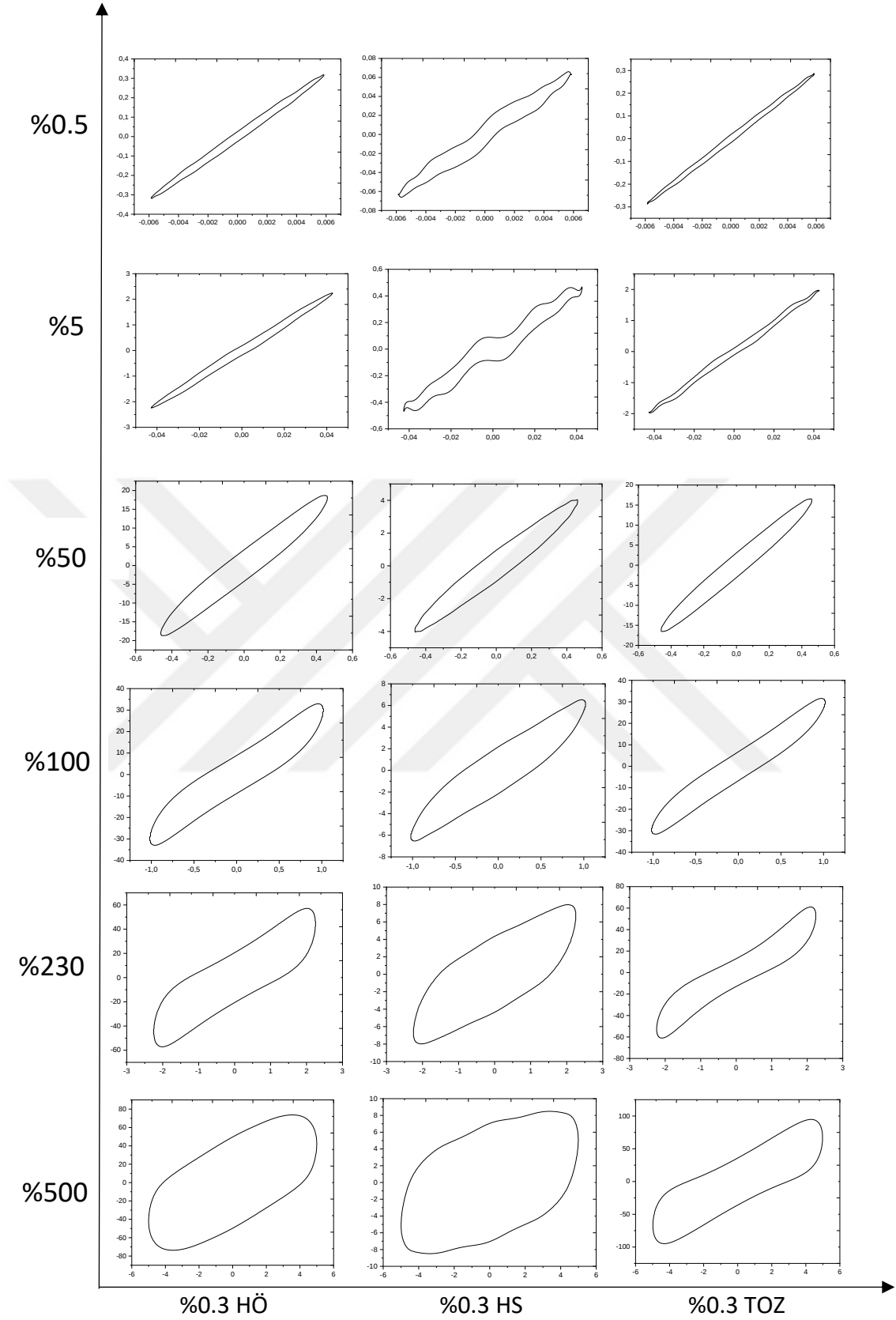
Farklı karıştırma yöntemleri ile oluşturulan çözeltilerde ise düşük konsantrasyon ve gerinim değerlerinde dahil çok az gürültünün oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca sadece XSG ve LBG ile oluşturulmuş çözeltilere göre elastisiteğin hem düşük hem de yüksek gerinim değerlerinde çok daha yüksek olduğu ve düşük gerinim değerlerinde mükemmel elastikite yakın tepki verdikleri gözlemlenmiştir (Şekil 4.16). Ayrıca hidrasyon sonrası karıştırmanın (HS) diğer karıştırma tiplerine göre düşük gerinim değerlerinde dahi daha düşük elastisiteye sahip olduğu gözlemlenmiştir.

TOZ ve HÖ çözeltilerine bakıldığında ise %0.1 konsantrasyon için artan gerinim değerlerinde davranışlar benzer görünse de konsantrasyon arttıkça yüksek gerinim değerlerinde HÖ çözeltisinin eğrilerinin alanının TOZ çözeltisine göre arttığı gözlemlenmiştir. Elastik kurvelerin alanı dağılmış enerji ile ilgilidir [49] ve bu sebeple artan alanın dağılan enerji miktarının artmasıyla ilişkili olduğu anlaşılmaktadır.

Literatüre bakıldığında daha esnek zincir yapısına sahip olan XSG'nin LBG ile daha iyi bağlandığı dolayısı ile daha güçlü sinerjistik etkileşime sahip olduğu belirtilmiştir [56]. Bu bilgi ile çözelti hazırlama yönteminin sinerjiye etki ettiğini yani T karışım çözeltisinde XSG'nin doğrudan LBG ile karıştırılmasının yapıya etki ettiği söylenebilmektedir. Çalışmada jelleşmenin yalnızca, ksantanın ilk önce düzen-düzensizlik geçiş sıcaklığının üzerine ısıtılmasıyla denatüre edilmesi durumunda meydana geldiğini ve XSG ana zinciri ile LBG arasında etkileşim sonucu oluştuğunu öne sürmüşlerdir. Ayrıca XSG ve LBG, XSG sarmal bobini geçişinin altındaki sıcaklıklarda karıştırıldığında jelasyonun ortaya çıkabileceği, ancak karışık jellerin modülünün XSG sarmalının artan düzensizliği ile arttığı belirtilmiştir [56]. Bütün bunların ışığında örneğin elastik davranışındaki bu değişimin XSG'nin denatürasyonu ile ilgili olduğu söylenebilmektedir. Ayrıca HS çözeltisinin elips şeklinin diğer çözeltilere göre daha fazla bozulmasının da aradaki bağların diğer çözeltilerde daha kuvvetli ve yoğun olmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.



Şekil 4.16 %0.1 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksen gerinim, y eksen ise gerilimi göstermektedir)

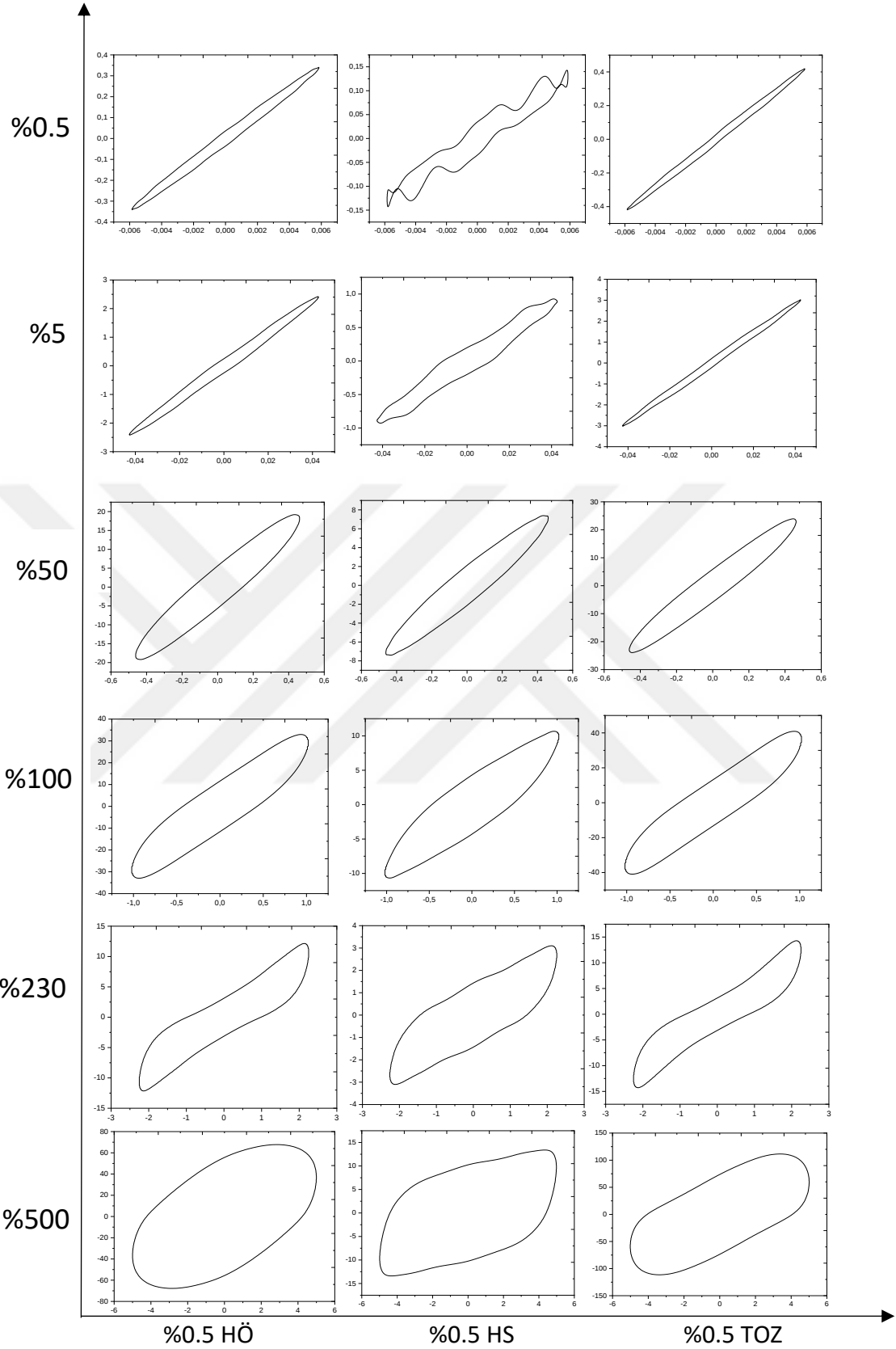


Şekil 4.17 %0.3 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenı gerinim, y eksenı ise gerilimi göstermektedir)

Dessi vd. [57], elastomerleri büyük genlikli salınımlı tek eksenli uzama (LAOE) deformasyonunun üst üste geldiği sabit bir ön gerilime maruz bırakmışlar ve gerilimin yüksek harmoniklerle cevap verdiğini gözlemlemişlerdir. Ölçülen gerilim tepkilerinin Lissajous-Bowditch grafiklerinde iki eksenli simetri içermeyen ve özellikle 'dışbükey muz' şeklinde olacak şekilde tek eksenli eğriler şeklinde olduğu belirlenmiştir. Çalışmada elastomerik katılara ait LAOE altında ortaya çıkan muz şeklindeki döngüler bir modele uyarlanmaya çalışılmıştır. Bütün bunlar ışığında %0.1 konsantrasyon için %100 sonrasında Lissajous-Bowditch kurvelerinde oluşan muz şekli yapıdaki plastik davranışın göstergesi olarak görülebilmektedir.

Ayrıca Precha-Atsawanan vd. [3], nişasta jelleri ile yaptıkları çalışmada baklava biçiminde Lissajous eğrileri elde etmiş ve bu özel şeklin sebebini sürünme deneylerinde de gözledikleri, cihazın eylemsizlik etkisiyle örneğin esnekliğinin birleşmesinden dolayı oluşan gerilimdeki aşmaya bağlamışlardır. En yüksek gerinim değerinde (% 1000), eğrilerin şeklinin neredeyse kare şeklinde değiştiğini bildirmişlerdir. Ayrıca eğrilerin S şekli gösterdiği yüksek gerinim değerlerinde güçlü kayma incelmesi ile yüksek derecede doğrusal olmayan viskoelastik davranış sergilediği bildirilmiştir.

Konsantrasyon arttıkça genel olarak tüm örneklerde elastikiyetin arttığı gözlemlenmiştir. Örneklerin gerinim arttıkça genel olarak elastikiyetinin azaldığı görülmüş ve düşük gerinim değerlerinde özellikle %0.5 konsantrasyonda mükemmel elastığe yakın eğriler elde edilmiştir.

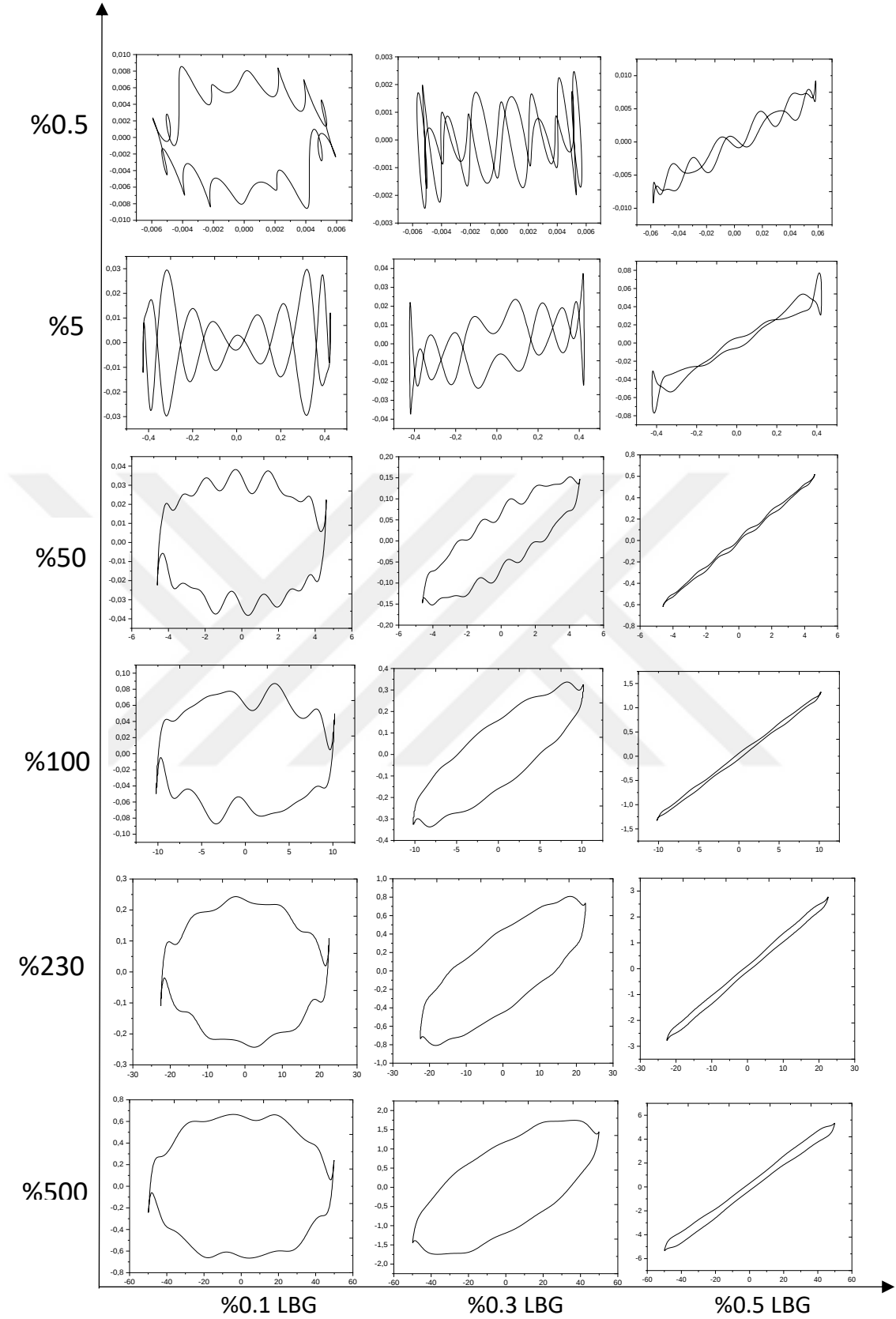


Şekil 4.18 %0.5 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin elastik Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksen gerinim, y eksen ise gerilimi göstermektedir)

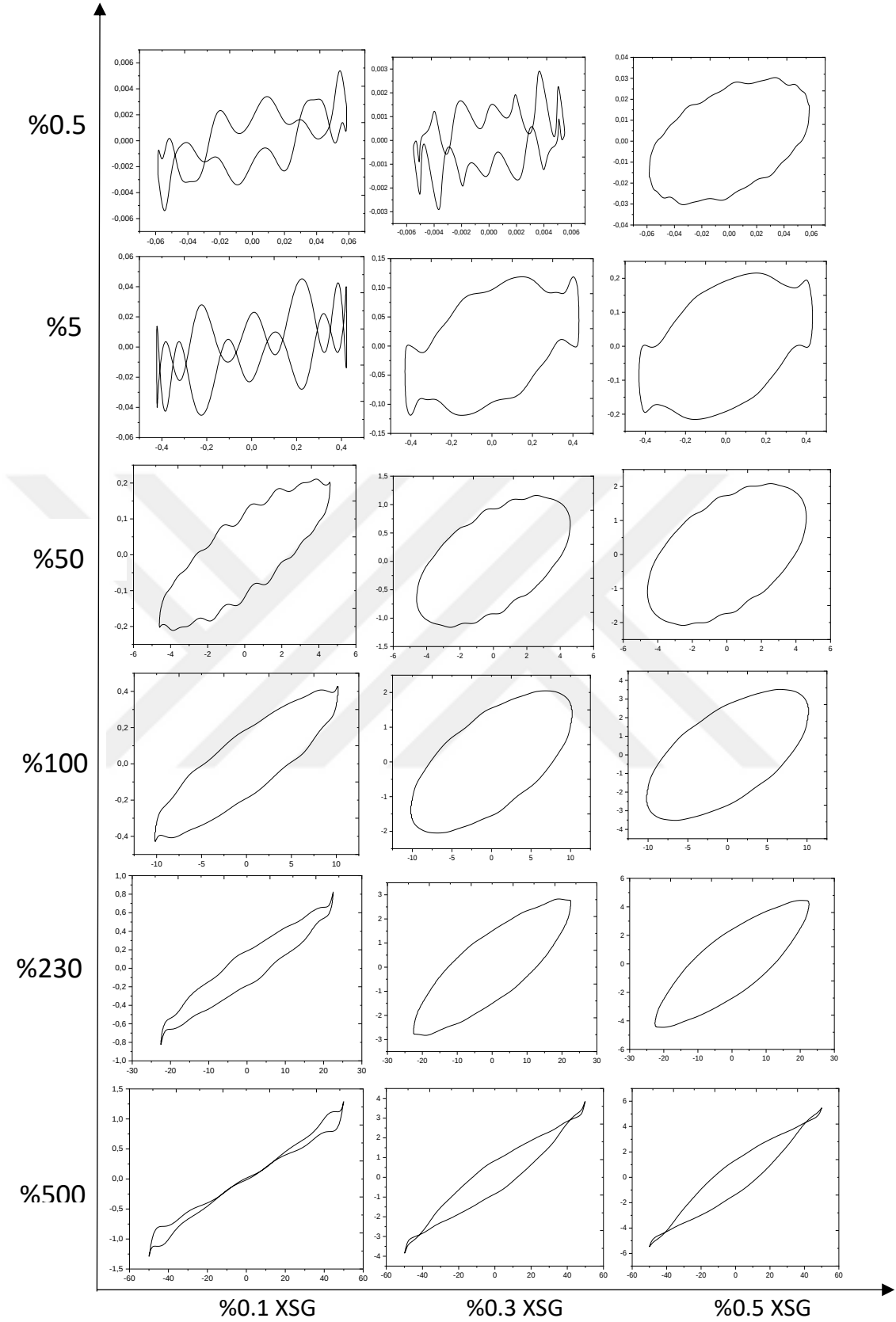
4.3.2 Doğrusal olmayan bölgedeki viskoz davranışın incelemesi

LBG'e ait viskoz Lissajous kurveleri incelendiğinde elastik kurvelerde olduğu gibi düşük gerinim değerlerinde ve düşük konsantrasyonlarda gürültünün fazla olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.19). Genel olarak her konsantrasyon için LBG çözeltisinde elastik bileşende gözlemlenmeyen elastikiyet, viskoz bileşenin düşük gerinim değerlerinde dahil yapıda enerjiyi tutamaması ile de gözlemlenmiştir. LBG'nin Lissajous-Bowditch kurvelerinin genel olarak XSG'ye göre daha az anlamlı olduğu gözlemlenmiştir. Alvarez-Ramirez vd. [58], mayalanmış hamurda yaptıkları çalışmada elastik bileşenin viskoz bileşenden yaklaşık altı kat daha fazla olduğunu ve bu sebeple doğrusal olmayan davranışın elastik bileşende daha net gözlemlenebildiğini belirtmiştir. Ayrıca harmonik derecelerin oranlarını karşılaştırmış ve elastik bileşenden doğrusal olmayan cevap alırken, viskoz bileşenden doğrusal cevap aldıklarını belirtmiştir.

XSG'e ait viskoz Lissajous eğrileri incelendiğinde ise (Şekil 4.20) gerinim değerleri arttıkça eğrilerin alanının azaldığı gözlemlenmiştir. Özellikle %500 gerinim değerinde en küçük alana sahip oldukları buradan da depolanan enerji miktarının azaldığı anlaşılmaktadır. Aynı gerinim değerinde elastik bileşende gözlenen enerjinin artan dağılımı ile artık yapının daha fazla enerjiyi tutamadığı ve geri dönülemez olarak bozulduğu söylenebilir.



Şekil 4.19 Farklı konsantrasyonlardaki LBG çözeltilerinin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenı gerinim hızını, y eksenı ise gerilimi göstermektedir)

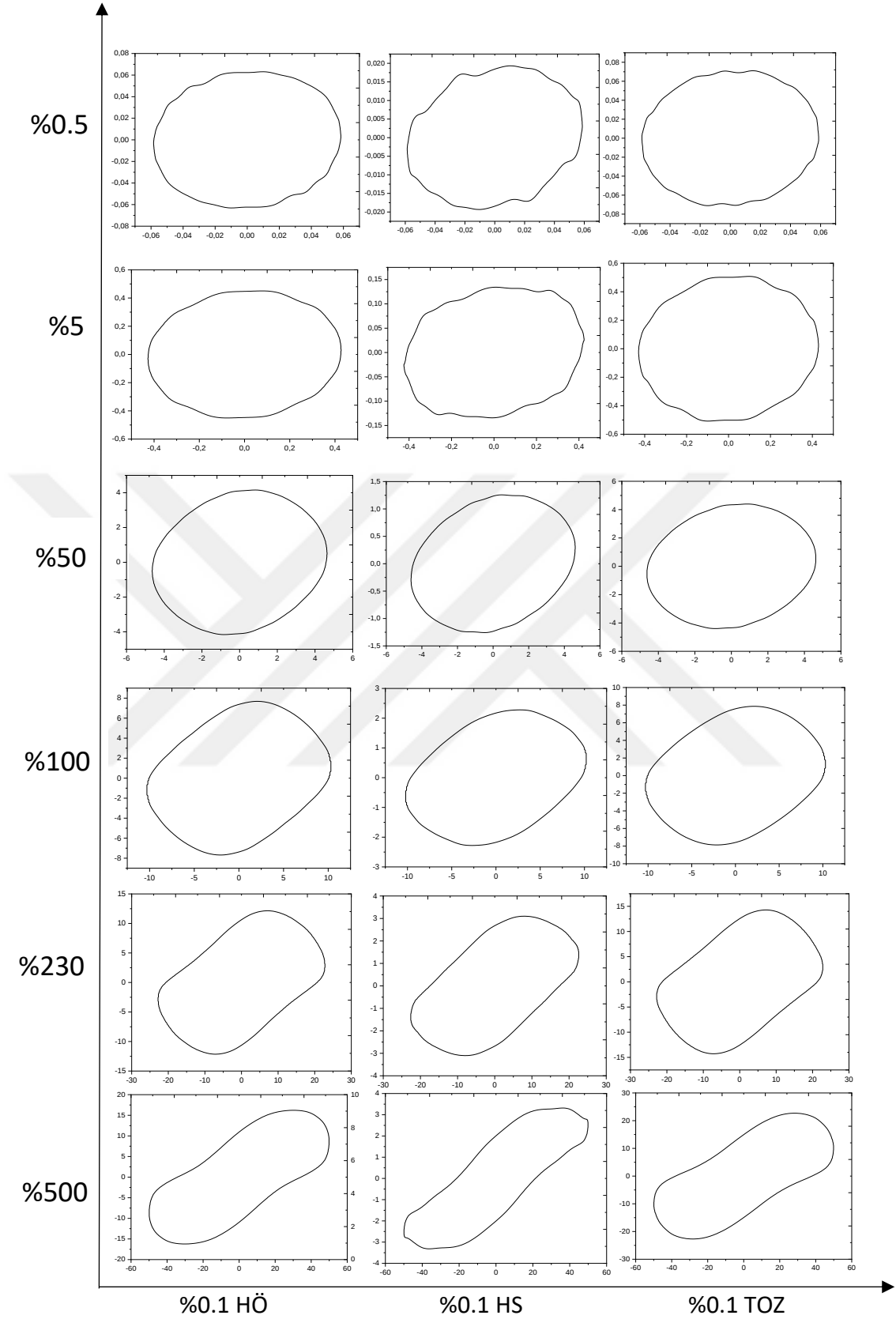


Şekil 4.20 Farklı konsantrasyonlardaki XSG çözeltilerinin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksenı gerinim hızını, y eksenı ise gerilimi göstermektedir)

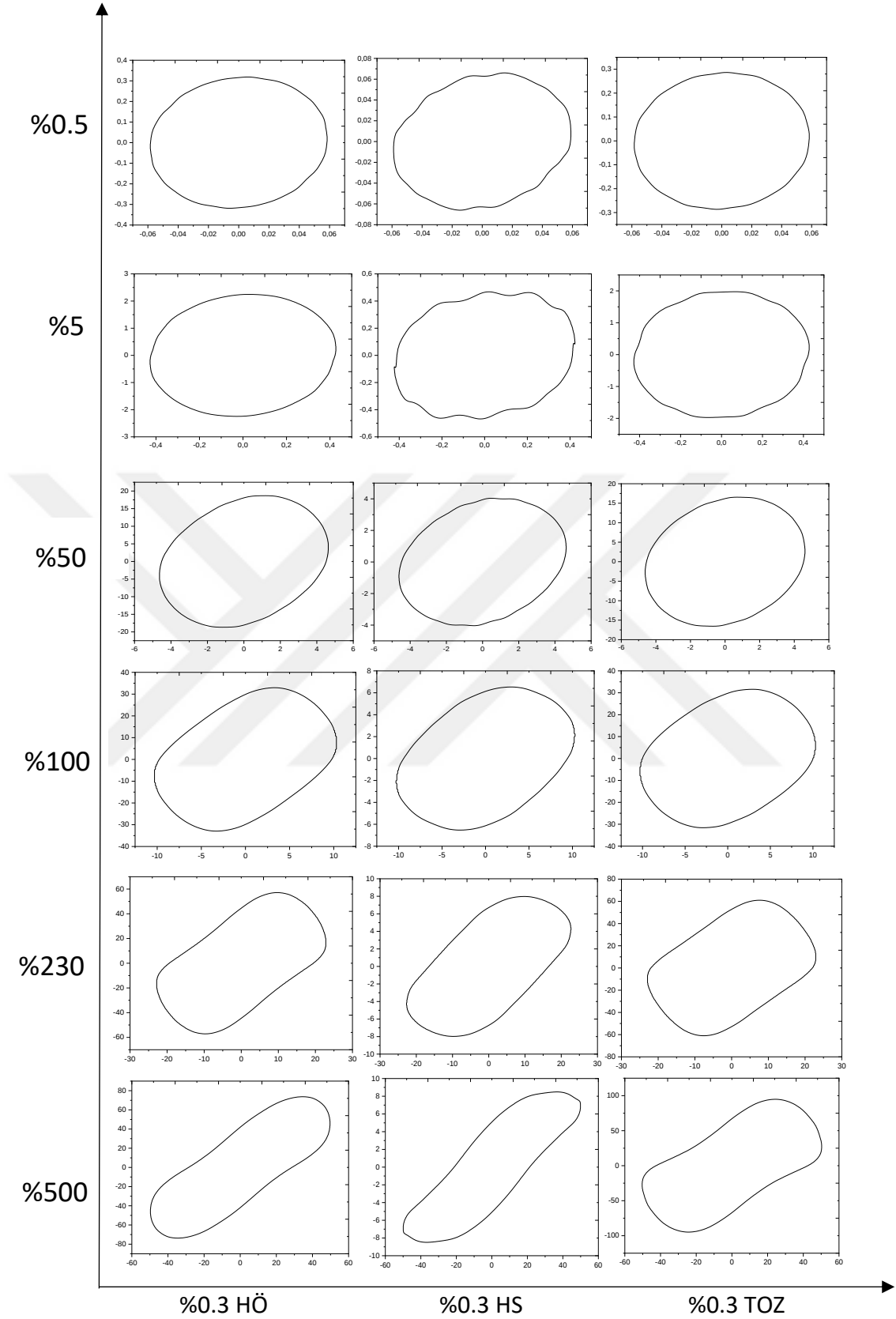
Karışım çözeltilerdeki değişim incelendiğinde (Şekil 4.21, 4.22, 4.23) viskoz davranışın %100 gerinim değerine kadar her konsantrasyon değeri için benzer olduğu gözlemlenmiştir. Genel olarak HS örneğinin eğri alanının HÖ ve T örneklerinden düşük olduğu bu sebeple de depolanan enerji miktarının diğer örneklerle göre daha az olduğu anlaşılmıştır. Bunun sebebinin HS örneğinin yapısının diğer örneklerle göre daha az elastik olması ve bu sebeple de enerjiyi yapıda saklayamaması olduğu düşünülmüştür.

Yüksek gerinim değerlerine çıkıldığında elastik bileşende gözlemlenen muz eğrisi olarak adlandırılan eğrinin HS örneğinin %500 gerinim değerindeki eğrisinde belirgin olduğu görülmüştür.

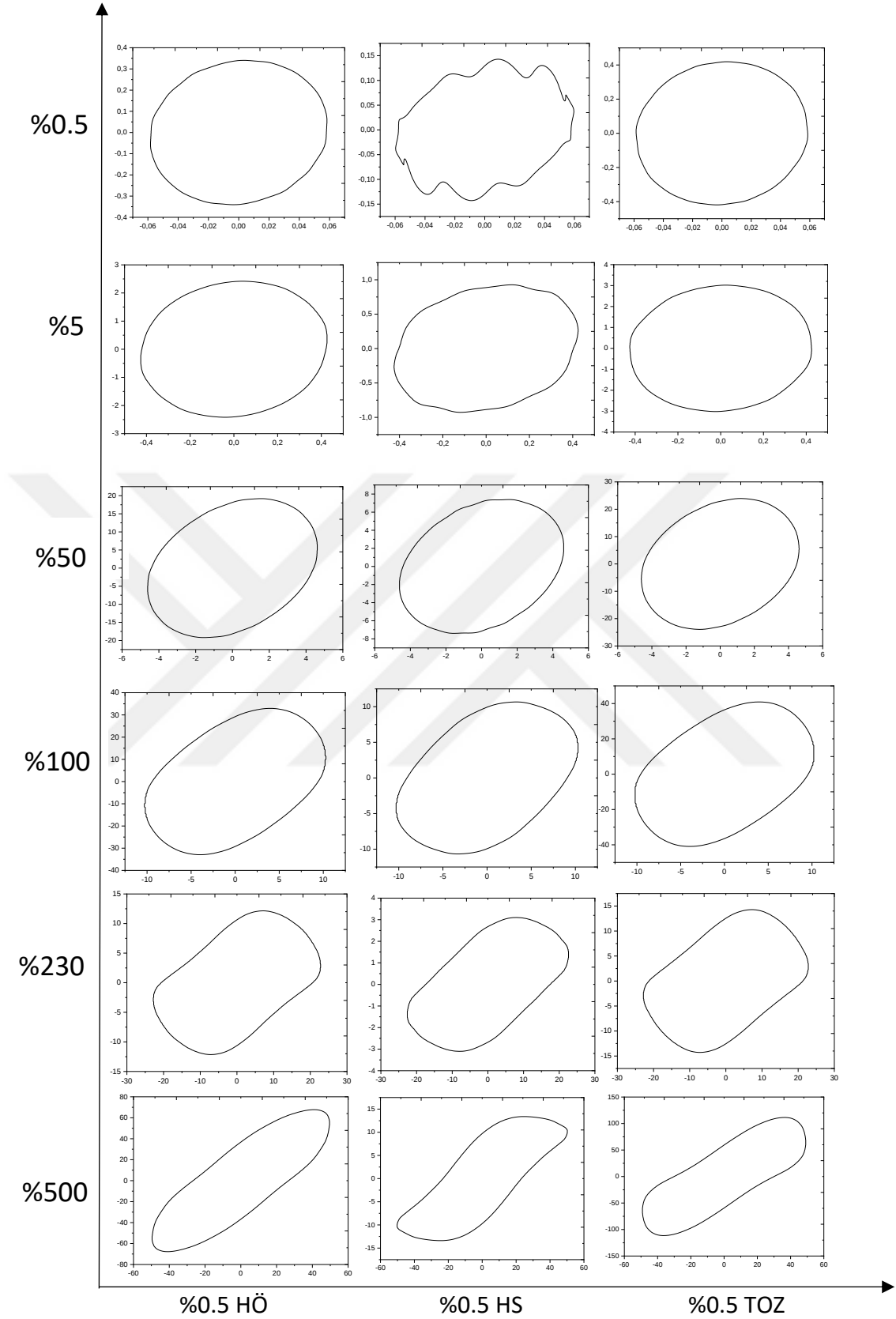
HÖ örneğinde konsantrasyon artışı ile %500 gerinim değerindeki muz eğrisine kayan görüntünün elipsleştiği gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin elastikiyetin artışı ile deformasyona karşı direncin artması ve yapının daha iyi korunabilmesi olduğu düşünülmektedir. Bu durumun T örneğinde de daha az belirgin şekilde gözlemlenmesi ise daha önce yukarıda bahsedilen XSG'nin denatürasyonu ile ilişkilendirilmiştir. T örneğinde gamlar toz halde karıştırılarak yüksek sıcaklığa maruz bırakıldığından XSG yeterli derecede denatüre olamadan LBG ile etkileşime geçmiş ve sinerjistik etki bu sebeple HÖ örneğine göre daha az gözlemlenmiş olabilir.



Şekil 4.21 %0.1 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksen gerinim hızını, y eksen ise gerilimi göstermektedir)



Şekil 4.22 %0.3 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksen gerinim hızını, y eksen ise gerilimi göstermektedir)



Şekil 4.23 %0.5 konsantrasyonda farklı karıştırma yöntemleri ile elde edilen çözeltilerin viskoz Lissajous bileşenlerinin farklı gerinim değerlerindeki grafiksel gösterimi (x eksen gerinim hızını, y eksen ise gerilimi göstermektedir)

4.4 3ITT analizlerinin deęerlendirilmesi

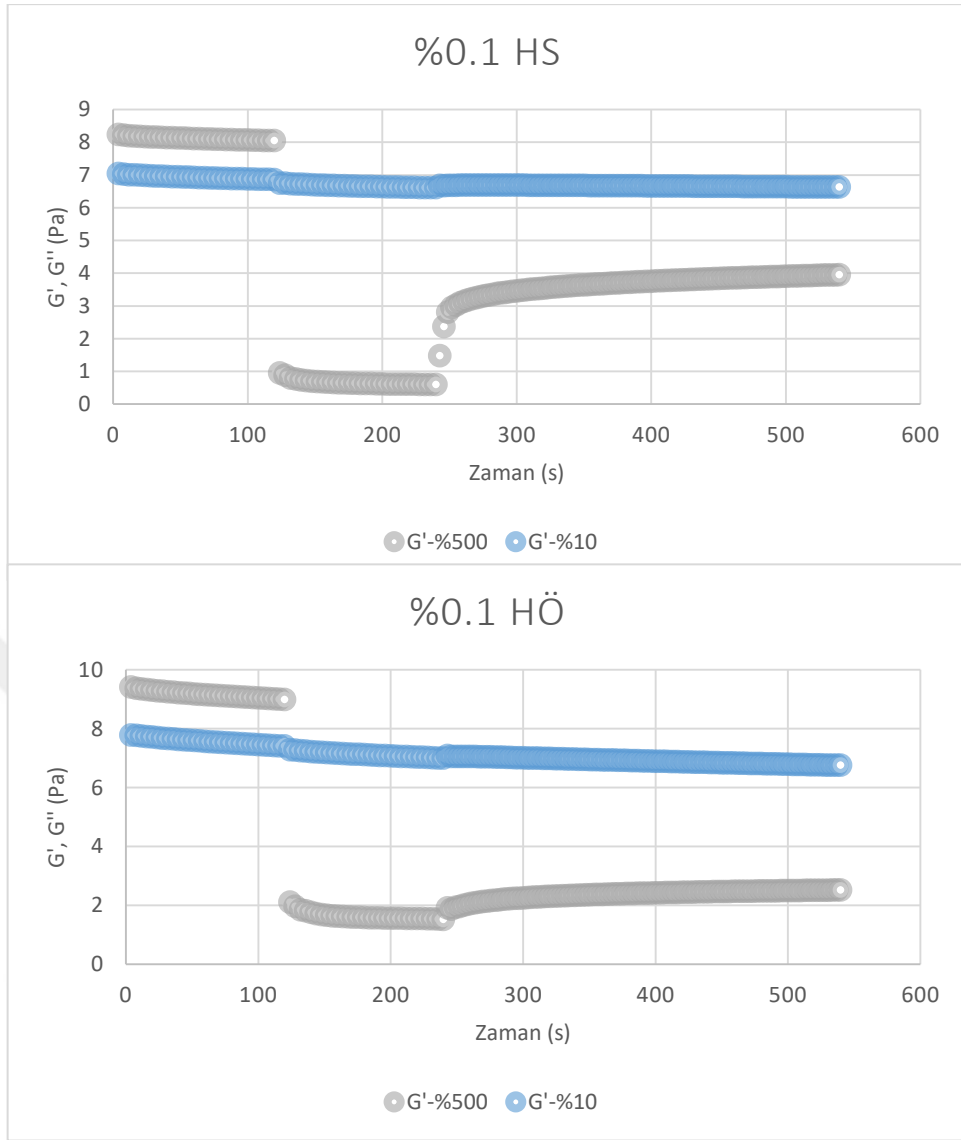
3ITT analizi sonularına bakıldığında bütün örneklerde gerinim arttıka geri kazanımın azaldığı gözlemlenmiştir (izelge 4.1). Özellikle en yüksek gerinim değeri olan %500 için en düşük geri kazanım değeri %0.1 konsantrasyonda elde edildiğı, konsantrasyon artışına bağılı olarak geri kazanım değeri artışı gösterdiği belirlenmiştir. Literatüre bakıldığında, düşük konsantrasyonlarda dahi sinerjistik etki gösteren XSG ve LBG için [56] bu etkinin konsantrasyon artışı ile arttığı gözlemlenmiştir.

Hidrasyon sonrası karışımların ise genel olarak hidrasyon öncesi karışımlara göre daha yüksek geri kazanım değeri sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bunun nedeninin başlangı elastik değeri olduğu düşünülmektedir. Başlangıta daha düşük değere sahip olan HS örneklerinin HÖ örneklerine göre daha az elastik olması sebebiyle çok daha yüksek elastikiyete ve homojen yapıya sahip olan HÖ örneklerine göre başlangı noktasına toparlanmasının da daha kolay olduğu düşünülebilir.

Şekil 4.24'te görüldüğü üzere %10 gerinim değeri örnekler neredeyse tamamen geri kazanım sağlamışken, %500 gerinim değeri yarı yarıya gözlemlenen bir geri kazanım gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.1 Uygulanan gerinim değerlerine karşılık geri kazanım değerleri

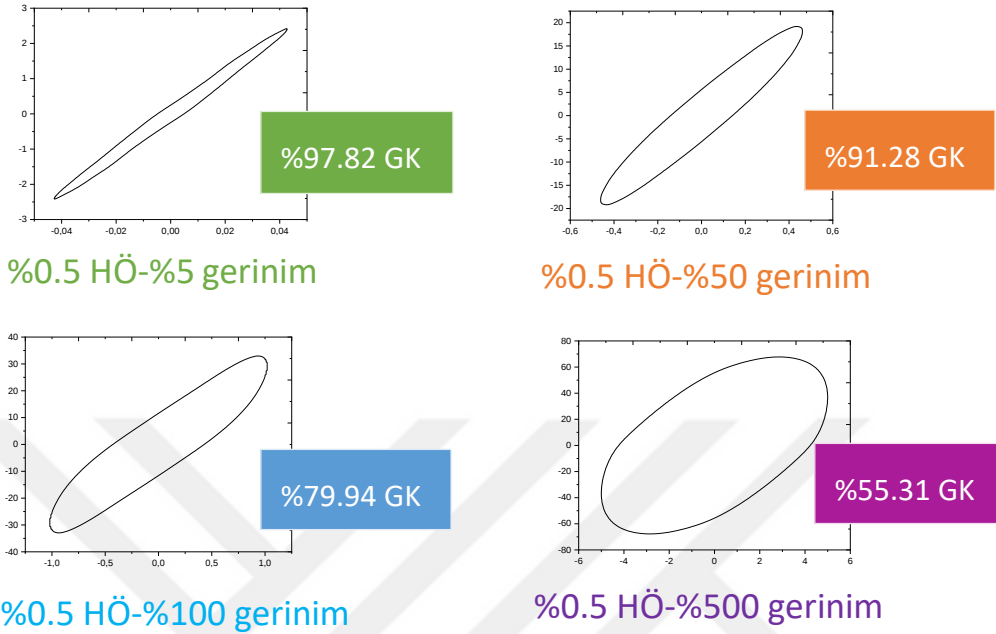
Örnek Adı	Gerinim (%)	G_{30}	G_i	% Geri Kazanım		
HÖ	%0.1	10	6.905	7.5723	91.19	
		50	6.624	8.371	74.35	
		100	5.957	8.672	68.69	
		500	2.360	9.160	25.77	
	%0.3	10	36.669	38.680	94.80	
		50	28.763	33.816	85.05	
		100	28.386	44.552	63.714	
		500	16.208	34.248	47.325	
	%0.5	10	46.248	47.272	97.82	
		50	53.782	58.919	91.28	
		100	33.365	41.737	79.94	
		500	19.892	35.963	55.31	
	HS	%0.1	10	6.662	6.928	96.16
			50	6.808	8.006	85.03
			100	6.692	9.351	71.56
			500	2.3662	8.117	29.15
%0.3		10	11.170	11.886	93.98	
		50	10.044	11.827	84.93	
		100	8.277	10.859	76.22	
		500	5.872	9.465	62.04	
%0.5		10	12.454	12.634	98.58	
		50	11.930	12.585	94.80	
		100	11.161	12.363	90.28	
		500	9.906	11.614	85.29	



Şekil 4.24 %0.1 konsantrasyondaki HÖ ve HS örnekleri için elde edilen 3ITT grafikleri

Lissajous-Bowditch eğrileri ve Fourier dönüşüm reolojisi sonuçlarından elde edilen bilgilerle karşılaştırıldığında elastik kurvelerde düşük konsantrasyonlarda gözlemlenen mükemmel elipse yakın eğriler yapının geri kazanımının çok yüksek olduğunu göstermektedir. LVER'nin biraz dışında uygulanan %10 gerinim değerinde tüm konsantrasyonlarda %90 üzerinde geri kazanım elde edilmiş, %50 gerinim değerine çıkıldığında LVER'de gözlemlenen mükemmel eğrilerin alanı genişlemeye başlamıştır. Aynı şekilde %50 gerinimde %geri kazanım değerleri %70-80 aralığına gerilemiştir. Genel olarak artan gerinimle mükemmel elipsten uzaklaşan eğriler, %500 gerinim değerinde benzer davranışlar göstermiştir. Yine bununla benzer olarak %500 gerinimde özellikle

HÖ örneklerinde geri kazanımda ani düşüşler ile %30 civarlarına kadar inen değerler gözlemlenmiştir.



Şekil 4.25 %0.5 konsantrasyondaki HÖ örneği için elde edilen elastik Lissajous eğrileri ve geri kazanım değerleri (GK: Geri kazanım)

Şekil 4.25'te verilen örneğe bakıldığında artan gerinim değeri ile elastikten viskozluğa geçişin 3ITT testinden elde edilen geri kazanım değerleri ile paralellik gösterdiği görülmektedir. %0.5 konsantrasyondaki HÖ örneği için %5 gerinim değerlerinde mükemmel elastik tepkisi elde edilmiş ve buna karşılık olarak %97.82 değerinde bir geri kazanım elde edilmiştir. %500 gerinime bakıldığında ise kurvenin şeklinin viskoz eğriye benzemeye başlayarak alanının genişlediği gözlemlenmiş ve elde edilen geri kazanım değerinin %55.31 değerlerine gerilediği görülmüştür. Bütün sonuçlar gözlemlendiğinde 3ITT testinden elde edilen %geri kazanım değerlerinin Lissajous-Bowditch kurvelerinden elde edilen gözlemler ile paralellik göstermesi sebebiyle kurvelerde gerçekleşen değişimlerin geri kazanım ile ilişkilendirilebileceği düşünülmektedir.

SONUÇ VE ÖNERİLER

XSG ve LBG için hidrasyon ve sinerjinin etkisi incelendiğinde XSG ve LBG karışımlarının tek başlarına oluşturdukları çözeltiye göre çok daha yüksek elastikiyete sahip olduğu hatta LBG tek başına iken viskoz özellikte olmasına karşın aynı konsantrasyon değeri için XSG ile karıştırıldığında elastik özelliğin baskın geldiği gözlemlenmiştir. Gamlar arasında oluşan sinerji hazırlama tekniğine göre de farklılıklar göstermiş ve HS örneklerinin genel olarak HÖ ve T örneklerine göre daha az elastik yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlara dayanarak HS örneğinin yüksek deformasyonlarda elastikiyetinin azalması sebebiyle elastik yapı göstermesi beklenen ürünlerde yapısını daha iyi koruyabilen HÖ ve T örneklerinin kullanılması önerilebilir. Dahası, ürün kullanılırken çalkanması gereken bir gıda ürünü ise yüksek toparlanma değerlerine sahip HS örneklerinin kullanılmasının son ürün açısından daha yararlı olabileceği gibi çıkarımlar elde edilebilir. Bütün bunların ışığında elde edilen verilerin son üründe elde edilmek istenen tekstürü yakalayabilmek açısından yararlı olduğu ve endüstriyel anlamda kullanıma açık olduğu söylenebilmektedir. Bu sonuçlara ek olarak, 3ITT analizi ile LAOS analizi arasında paralellik yakalanmış ve Lissajous kurveleri kullanılarak yapının geri kazanımı hakkında bilgi edinilebileceği gözlemlenmiştir.

LAOS tekniği her ne kadar doğrusal olmayan bölgedeki reolojik davranışın anlaşılması için araştırmacılara ışık tutsa da, literatürde yeterli veri olmadığından teknik pratikten çok teorik olarak kullanılabilmektedir. Bu sebeple parametrelerin daha iyi anlaşılabilmesi ve anlamlandırılabilmesi için, farklı çalışmalar yapılması gerekmektedir. Literatürün

geliştirilebilmesi açısından bu çalışma göz önünde bulundurularak yapılabilecek öneriler şu şekilde sıralanabilir:

- Gamlar arası sinerjinin daha iyi anlaşılabilmesi için sinerjistik etki gösteren farklı gamlar kullanılarak sinerji oluşumu incelenebilir.
- Farklı sinerjistik gam çözeltileri bir gıda ürünü içerisinde kullanılarak deformasyona karşı verdiği cevaplar incelenebilir.



KAYNAKLAR

- [1] Yilmaz, M.T. Karaman, S. Dogan, M. Yetim, H. ve Kayacier, A., (2012). "Characterization of O/W model system meat emulsions using shear creep and creep recovery tests based on mechanical simulation models and their correlation with texture profile analysis (TPA) parameters", *Journal of Food Engineering*, 108: 327-336.
- [2] Ewoldt, R.H. Winter, P. Maxey, J. ve McKinley, G.H., (2010). "Large amplitude oscillatory shear of pseudoplastic and elastoviscoplastic materials", *Rheologica Acta*, 49: 191-212.
- [3] Precha-Atsawan, S. Uttapap, D. ve Sagis, L.M.C., (2018). "Linear and nonlinear rheological behavior of native and debranched waxy rice starch gels", *Food hydrocolloids*, 85: 1-9.
- [4] Tong, K. Xiao, G. Cheng, W. Chen, J. ve Sun, P., (2018). "Large amplitude oscillatory shear behavior and gelation procedure of high and low acyl gellan gum in aqueous solution", *Carbohydrate polymers*, 199: 397-405.
- [5] Szopinski, D. ve Luinstra, G.A., (2016). "Viscoelastic properties of aqueous guar gum derivative solutions under large amplitude oscillatory shear (LAOS)", *Carbohydr Polym*, 153: 312-319.
- [6] Klein, C. Venema, P. Sagis, L. ve van der Linden, E., (2008). "Rheological discrimination and characterization of carrageenans and starches by Fourier transform-rheology in the non-linear viscous regime", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 151: 145-150.
- [7] Ptaszek, P., (2014). "Large amplitudes oscillatory shear (LAOS) behavior of egg white foams with apple pectins and xanthan gum", *Food Research International*, 62: 299-307.
- [8] Duvarci, O.C. Yazar, G. ve Kokini, J.L., (2017). "The SAOS, MAOS and LAOS behavior of a concentrated suspension of tomato paste and its prediction using the Bird-Carreau (SAOS) and Giesekus models (MAOS-LAOS)", *Journal of food engineering*, 208: 77-88.
- [9] Phillips, G.O. ve Williams, P.A., (2009). *Handbook of Hydrocolloids*: Elsevier Science.

- [10] Milani, J. ve Maleki, G., (2012). Hydrocolloids in food industry, ed. Food industrial processes-methods and equipment. InTech.
- [11] Wüstenberg, T., (2015). "General overview of food hydrocolloids", Cellulose and Cellulose Derivatives in the Food Industry: Fundamentals and Applications.
- [12] Dickinson, E., (2009). "Hydrocolloids as emulsifiers and emulsion stabilizers", Food hydrocolloids, 23: 1473-1482.
- [13] Nussinovitch, A., (1997). Hydrocolloid applications: gum technology in the food and other industries: Springer.
- [14] Hoefler, A.C. ve as Favorite, A., (2004). Introduction to food hydrocolloids: Eagan Press, St. Paul.
- [15] Garcia-Ochoa, F. Santos, V. Casas, J. ve Gomez, E., (2000). "Xanthan gum: production, recovery, and properties", Biotechnology advances, 18: 549-579.
- [16] Saldamlı, İ., (2007). Gıda Kimyası: Hacettepe Üniversitesi Yayınları.
- [17] Demirtaş, Ö., (2007). "Keçiboynuzu(*Ceratonia siliqua*) Çekirdeklerinden Gam Üretim Yollarının Araştırılması", Basılmamış Yüksek Lisans Tezi, Çukurova University Institute of Natural And Applied Sciences: 48.
- [18] Williams, P.A. ve Phillips, G., (2009). Gum arabic, ed. Handbook of hydrocolloids. Elsevier, 252-273.
- [19] Patel, S. ve Goyal, A., (2015). "Applications of natural polymer gum arabic: a review", International Journal of Food Properties, 18: 986-998.
- [20] Necas, J. ve Bartosikova, L., (2013). "Carrageenan: a review", Veterinarni Medicina, 58.
- [21] Aliste, A.J. Vieira, F.F. ve Del Mastro, N.L., (2000). "Radiation effects on agar, alginates and carrageenan to be used as food additives", Radiation Physics and Chemistry, 57: 305-308.
- [22] Banerjee, S. ve Bhattacharya, S., (2012). "Food gels: gelling process and new applications", Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 52: 334-346.
- [23] Imeson, A., (2011). Food stabilisers, thickeners and gelling agents: John Wiley & Sons.
- [24] Ağagündüz, D. ve Karabudak, E., (2017). "Gamlar: Besin Alımı Üzerine Etkileri", Journal of Nutrition and Dietetics, 45: 171-177.
- [25] Gidley, M.J., (2013). "Hydrocolloids in the digestive tract and related health implications", Current Opinion in Colloid & Interface Science, 18: 371-378.
- [26] Viebke, C. Al-Assaf, S. ve Phillips, G.O., (2014). "Food hydrocolloids and health claims", Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre, 4: 101-114.
- [27] Venugopal, K.N. ve Abhilash, M., (2010). "Study of hydration kinetics and rheological behaviour of guar gum", International Journal of Pharma Sciences and Research, 1: 28-39.

- [28] Vega-Cantu, Y.I. Hauge, R.H. Norman, L.R. Powell, R.J. ve Billups, W.E., (2006). "Effect of magnesium and iron on the hydration and hydrolysis of guar gum", *Biomacromolecules*, 7: 441-445.
- [29] Wang, Q. Ellis, P.R. ve Ross-Murphy, S., (2003). "Dissolution kinetics of guar gum powders—II. Effects of concentration and molecular weight", *Carbohydr Polym*, 53: 75-83.
- [30] Larsen, C.K. Gåserød, O. ve Smidsrød, O., (2003). "A novel method for measuring hydration and dissolution kinetics of alginate powders", *Carbohydr Polym*, 51: 125-134.
- [31] Parvathy, K.S. Susheelamma, N.S. ve Tharanathan, R.N., (2007). "Hydration characteristics of guar gum samples and their fractions", *Food hydrocolloids*, 21: 630-637.
- [32] F. Garcia-Ochoa, V.E.S., J.A. Casas, E. Gomez, (2000). "Xanthan gum-production, recovery, and properties", *Biotechnology Advances*, 18: 549-579.
- [33] Higiro, J. Herald, T.J. Alavi, S. ve Bean, S., (2007). "Rheological study of xanthan and locust bean gum interaction in dilute solution: Effect of salt", *Food Research International*, 40: 435-447.
- [34] Casas, J. ve García-Ochoa, F., (1999). "Viscosity of solutions of xanthan/locust bean gum mixtures", *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 79: 25-31.
- [35] Dionisio, M. ve Grenha, A., (2012). "Locust bean gum: Exploring its potential for biopharmaceutical applications", *J Pharm Bioallied Sci*, 4: 175-185.
- [36] Copetti, G. Grassi, M. Lapasin, R. ve Pricl, S., (1997). "Synergistic gelation of xanthan gum with locust bean gum: a rheological investigation", *Glycoconjugate journal*, 14: 951-961.
- [37] Kurt, A. Toker, O.S. ve Tornuk, F., (2017). "Effect of xanthan and locust bean gum synergistic interaction on characteristics of biodegradable edible film", *International journal of biological macromolecules*, 102: 1035-1044.
- [38] Barnes, H.A., (2000). "A handbook of elementary rheology".
- [39] Rao, M.A., (2013). *Rheology of fluid, semisolid, and solid foods: principles and applications*: Springer Science & Business Media.
- [40] Dogan, H. ve Kokini, J., (2006). "Rheological Properties of Foods", 20062038: 1-124.
- [41] Ewoldt, R.H. Hosoi, A.E. ve McKinley, G.H., (2008). "New measures for characterizing nonlinear viscoelasticity in large amplitude oscillatory shear", *Journal of rheology*, 52: 1427-1458.
- [42] Hyun, K. Wilhelm, M. Klein, C.O. Cho, K.S. Nam, J.G. Ahn, K.H. Lee, S.J. Ewoldt, R.H. ve McKinley, G.H., (2011). "A review of nonlinear oscillatory shear tests: Analysis and application of large amplitude oscillatory shear (LAOS)", *Progress in Polymer Science*, 36: 1697-1753.

- [43] Wilhelm, M., (2002). "Fourier-transform rheology", *Macromolecular materials and engineering*, 287: 83-105.
- [44] Cho, K.S. Hyun, K. Ahn, K.H. ve Lee, S.J., (2005). "A geometrical interpretation of large amplitude oscillatory shear response", *Journal of Rheology*, 49: 747-758.
- [45] Ptaszek, P., (2017). Large Amplitude Oscillatory Shear (LAOS) measurement and fourier-transform rheology: application to food, ed. *Advances in Food Rheology and Its Applications*. Elsevier, 87-123.
- [46] Ewoldt, R.H., (2013). "Defining nonlinear rheological material functions for oscillatory shear", *Journal of Rheology*, 57: 177-195.
- [47] Sim, H.G. Ahn, K.H. ve Lee, S.J., (2003). "Large amplitude oscillatory shear behavior of complex fluids investigated by a network model: a guideline for classification", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 112: 237-250.
- [48] Flores, S.L. Descallar, F.B.A. Matsukawa, S. ve Bacabac, R.G., (2017). "Dynamic rheological properties of mixed carrageenan gels under large strains", *Journal of Biorheology*, 31: 35-39.
- [49] Duvarci, O.C. Yazar, G. ve Kokini, J.L., (2017). "The comparison of LAOS behavior of structured food materials (suspensions, emulsions and elastic networks)", *Trends in food science & technology*, 60: 2-11.
- [50] Ewoldt, R.H. ve McKinley, G.H., (2010). "On secondary loops in LAOS via self-intersection of Lissajous–Bowditch curves", *Rheologica Acta*, 49: 213-219.
- [51] Toker, O.S. Karasu, S. Yilmaz, M.T. ve Karaman, S., (2015). "Three interval thixotropy test (3ITT) in food applications: A novel technique to determine structural regeneration of mayonnaise under different shear conditions", *Food Research International*, 70: 125-133.
- [52] Yilmaz, M.T. Kutlu, G. Tulukcu, E. Toker, O.S. Sagdic, O. ve Karaman, S., (2016). "Rheological characteristics of *Salvia sclarea* seed gum solutions at different hydration temperature levels: Application of three interval thixotropy test (3ITT)", *LWT-Food Science and Technology*, 71: 391-399.
- [53] Mermet-Guyennet, M. Gianfelice de Castro, J. Habibi, M. Martzel, N. Denn, M. ve Bonn, D., (2015). "LAOS: The strain softening/strain hardening paradox", *Journal of rheology*, 59: 21-32.
- [54] Carmona, J.A. Lucas, A. Ramírez, P. Calero, N. ve Muñoz, J., (2015). "Nonlinear and linear viscoelastic properties of a novel type of xanthan gum with industrial applications", *Rheologica Acta*, 54: 993-1001.
- [55] Yazar, G., (2016). Glütensiz yeni ürünlerin geliştirilmesi için hamur reolojisinin doğrusal olmayan yöntemlerle incelenmesi, ed^eds. *Gıda Mühendisliği Bölümü. Bornova, İzmir: Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 1-178.
- [56] Wang, F. Wang, Y.J. ve Sun, Z., (2002). "Conformational role of xanthan in its interaction with locust bean gum", *Journal of Food Science*, 67: 2609-2614.

- [57] Dessi, C. Vlassopoulos, D. Giacomini, A.J. ve Saengow, C., (2017). Elastomers in Large-Amplitude Oscillatory Uniaxial Extension Revisited, eds. Canada: Queen's University, 1-41.
- [58] Alvarez-Ramirez, J. Carrera-Tarela, Y. Carrillo-Navas, H. Vernon-Carter, E. ve Garcia-Diaz, S., (2019). "Effect of leavening time on LAOS properties of yeasted wheat dough", Food hydrocolloids, 90: 421-432.



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Duygu Özmen
Doğum Tarihi ve Yeri : 14.12.1992, İstanbul
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : duyguozmen92@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Lisans	Gıda Mühendisliği	Ege Üniversitesi	2016
Lise	Fen Bilimleri	Fahrettin Kerim Gökay Anadolu Lisesi	2010

Yıl	Firma/Kurum	Görevi
2017-	Yıldız Teknik Üniversitesi	Araştırma Görevlisi

YAYINLARI

Makale

1. Yildirim-Mavis, C., Yilmaz, M. T., Dertli, E., Arici, M., & Ozmen, D., Non-linear rheological (LAOS) behavior of sourdough-based dough, Food Hydrocolloids, 96, 2019, 481-492.

Bildiri

1. Özmen D., Karakas C.Y., Yilmaz A., Dertli E., Bayram N.E., Yilmaz M.T., "Fabrication of propolis loaded electrosprayed nanoparticles", Journal of Biotechnology, 280, 2018, pp.78-78.
2. Özmen D., Toker Ö.S., "Investigation of rheological behavior of hydrocolloids commonly used in food industry in non-linear region", 2.Uluslararası Hayvansal Gıdalar Kongresi, Bafra, Kuzey Kıbrıs Türk Cum., 8-11 Kasım 2018, pp.17-18
3. Ahhmed A., Özmen D., Bursa K., Toker Ö.S., Sakata R. , "Effect of heat treatment on rheological properties of actomyosin", The International Symposium on Food Rheology and Texture, İstanbul, Türkiye, 19-21 Ekim 2018, pp.74-74
4. Özmen D., Bekiroğlu H., Sağdıç O., "Determination of the Quality Characteristic of Glucomannan Additive Sour Dough Bread", 2.Uluslararası Hayvansal Gıdalar Kongresi, Bafra, Kuzey Kıbrıs Türk Cum., 8-11 Kasım 2018, pp.19-20
5. Özmen D., Toker Ö.S., "Investigation of laos behavior of xanthan and locust bean gum", The International Symposium on Food Rheology and Texture, İSTANBUL, TÜRKİYE, 19-21 Ekim 2018, pp.102-102
6. Yıldırım Ç. , Yilmaz M.T., Özmen D., Arici M., "Effect Of Sprouted Wheat Flour On Laos Properties Of Wheat Flour-Water Dough", The International Symposium on Food Rheology and Texture, İSTANBUL, TÜRKİYE, 19-21 Ekim 2018, pp.101-101
7. Özmen D., Vardar U.S., Yilmaz M.T., "Bazı tıbbi bitkilerin toplam fenolik madde miktarının belirlenmesi", International Symposium On Medicinal, Aromatic And Dye Plants, MALATYA, TÜRKİYE, 5-7 Ekim 2017, ss.554-554
8. İçier F. , Özmen D., Çevik M., Çokgezme Ö.F., "Meyankökünün Kurutulmasında Alternatif Kurutma Yöntemlerinin Bazı Kalite Kriterleri Üzerine Etkilerinin İncelenmesi ", Türkiye 12. Gıda Kongresi , Edirne, Türkiye, 5-7 Ekim 2016, ss.521-521